

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

données de validations incomplètes

Substance \_\_\_\_\_ Glyoxal

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document

**Outil65<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil65>

#### Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement \_\_\_\_\_ 0,5 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

VANNE BOUCLE 20 µL

##### 1 colonne :

Colonne \_\_\_\_\_ ■ PHASE INVERSE C18

Granulométrie \_\_\_\_\_ 5µm

Longueur \_\_\_\_\_ 25cm

Diamètre \_\_\_\_\_ 4,6mm

##### 1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm \_\_\_\_\_ 418

Commentaires \_\_\_\_\_ dans le cas d'un mélange d'aldéhydes le glyoxal est analysable à 360 nm

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Commentaires / Débit
ACETONITRILE	70	non	1 mL/min
EAU	30	non	

### Informations complémentaires

Fabrication du dérivé

#### DISSOLUTION DE LA DINITRO-2,4-PHÉNYLHYDRAZINE (DNPH)

- Dans un erlenmeyer de 500 mL, peser 1 g de DNPH 70 % (35.10<sup>-4</sup> mole). Ajouter 250 mL d'acide chlorhydrique 2 N et chauffer à 80°C jusqu'à dissolution totale de la DNPH.
- Filtrer, si nécessaire, pour obtenir une solution parfaitement limpide : solution A.

#### ■ PRÉPARATION DU DÉRIVÉ GLYOXAL

- Introduire dans la solution A maintenue sous agitation : 58 µL d'une solution aqueuse de glyoxal à 40 % en masse (soit 5.10<sup>-4</sup> mole).
- Le dérivé précipite immédiatement.
- Filtrer sur fritté n° 4.

- Laver au méthanol.
- Sécher à 60°C @ rendement en dérivé : environ 100 %.
- 
- Recristallisation
- Reprendre le dérivé sec dans 12 mL de nitrobenzène.
- Chauffer sous agitation jusqu'à dissolution complète du dérivé (150°C environ).
- Laisser refroidir lentement. Parachever la cristallisation au réfrigérateur.
- Filtrer sur fritté n° 4.
- Laver au méthanol.
- Sécher à 60°C.
- Point de fusion : > 250°C.