

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_336	Trichlorobenzènes M-336

Données de validation principales

Généralités

Validation partielle de l'analyse d'un mélange de trichlorobenzènes par spectrométrie de masse.

Substance _____ Trichlorobenzènes

Débit prélèvement _____ 0,15 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 250 °C

Division :

1/20

Volume injecté _____ 1 µL

Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ SEMI-POLAIRE

Nature phase _____ 6%cyanopropyl-phényl/94%
diméthylpolysiloxane ultra low bleed

Granulométrie _____ 1,4 µm

Longueur _____ 30 m

Diamètre _____ 0,25 mm

Température d'utilisation _____ 180 °C

Programme de température _____ non

1 détecteur :

SPECTROMETRIE DE MASSE

Température _____ 220 °C

Ion de dosage _____ m/z = 180

Ion de référence 1 _____ m/z = 182

Ion de référence 2 _____ m/z = 145

Validation Méthode Analytique

Limite détection (LD) :

--	--	--	--

Substance	Quantité de substance injectée	Quantité de trichlorobenzène sur le dispositif (désorption 10 mL)	Concentration dans l'air en trichlorobenzène pour un prélèvement de 6L	Concentration dans l'air en trichlorobenzène pour un prélèvement de 36L
1,3,5-trichlorobenzène	0,066 ng	0,66 µg	0,11 mg/m ³	0,018 mg/m ³
1,2,4-trichlorobenzène	0,077 ng	0,77 µg	0,13 mg/m ³	0,021 mg/m ³
1,2,3-trichlorobenzène	0,082 ng	0,82 µg	0,14 mg/m ³	0,023 mg/m ³

Limite de quantification (LQa) :

Substance	Quantité de substance injectée	Quantité de trichlorobenzène sur le dispositif (désorption 10 mL)	Concentration dans l'air en trichlorobenzène pour un prélèvement de 6L	Concentration dans l'air en trichlorobenzène pour un prélèvement de 36L
1,3,5-trichlorobenzène	0,22 ng	2,20 µg	0,37 mg/m ³	0,06 mg/m ³
1,2,4-trichlorobenzène	0,26 ng	2,57 µg	0,43 mg/m ³	0,07 mg/m ³
1,2,3-trichlorobenzène	0,27 ng	2,74 µg	0,46 mg/m ³	0,08 mg/m ³

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée avec un mélange des 3 trichlorobenzènes jusqu'à 1150 µg, ce qui correspond à 30 mg/m³ pour un prélèvement de 4h à 0,15 L/min.

Taux de récupération

Remarque : Le volume maximal de prélèvement est de 36 L (4 heures à 0,15 L/min). Au delà, une partie des trichlorobenzènes peut se retrouver sur la plage de garde.

Pour les essais réalisés sur une quantité collectée de 2,16 mg, le KT1 donne 86,5 % sur la première plage et 3,1 % sur a deuxième, le KT2 donne 90,7 % sur la première plage et 1,2 % sur a deuxième, le KT3 donne 90,2 % sur la première plage et 1,4 % sur a deuxième, le KT4 donne 86,4 % sur la première plage et 7,6 % sur a deuxième,

Quantité collectée (mg)	1,08	2,16
Conc air correspondante (mg/m ³)	30	30
Volume d'air prélevé correspondant (L)	36	72
KT1(%)	99,5	89,6
KT2(%)	95,6	91,9
KT3(%)	100	91,6
KT4(%)	100	94
KT Moyen(%)	98,8	91,7
Coefficient de variation(%)	2,12	1,78

Informations complémentaires

EXEMPLES DE GAMME D'ETALONNAGE ET DE CHROMATOGRAMMES OBTENUS.

EXEMPLES DE GAMMES D' ETALONNAGE :

- Préparer une 1^{ère} solution (S1) : environ 150 mg exactement pesés d'un mélange de trichlorobenzènes dans 2,45 g (2,85 mL exactement pesés) de toluène.
- Préparer une 2^{ème} solution (S2) : environ 445 mg de la solution S1 de trichlorobenzènes (500 µL exactement pesés) dans 8,2 g (9,5 mL exactement pesés) de toluène.
 - Préparer des étalons de travail en effectuant les dilutions suivantes :

Pour la détection par spectrométrie de masse :

Etalon	Solution S1	Solution S2	Toluène	Concentration de l'étalon (e) obtenu (µg/g en Toluène)
Volumes exactement pesés				
e1	-	10 µL	10 mL	3
e2	-	25 µL	10 mL	6
e3	-	50 µL	10 mL	15
e4	-	100 µL	10 mL	30
e5	10 µL	-	10 mL	60
e6	20 µL	-	10 mL	120

EXEMPLES DE CHROMATOGRAMMES :

Conditions chromatographiques

- Colonne : VF-624 ms, 30 m x 0,25 µm, en isotherme à 180 °C 6 min 3,5 min.
- Injecteur split, division 1/20 à 250 °C.
- Détecteur de spectrométrie de masse :

Température de l'interface : 220 °C

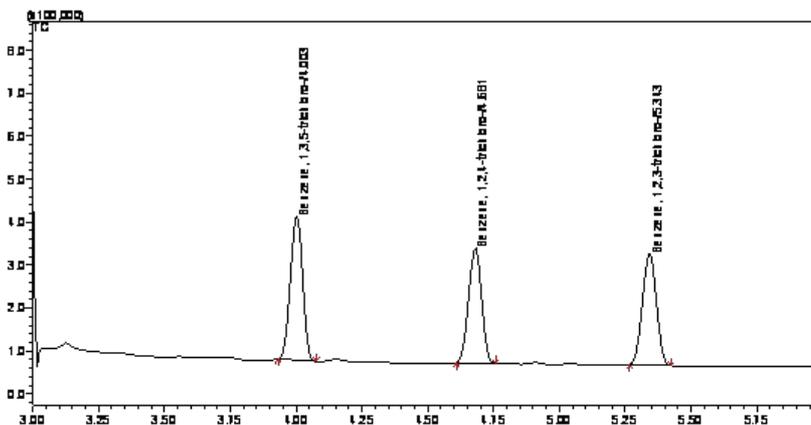
Température de la source : 220 °C

Acquisition en TIC

Volume d'injection : 1 µL

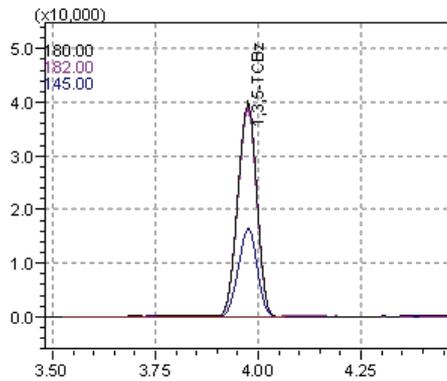
Etalonnage externe

Chromatogramme avec acquisition en TIC

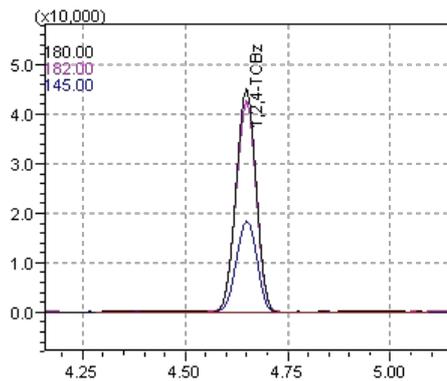


Analyses quantitatives en mode SIM

substance	Ion de dosage	Ions de référence
1,3,5-trichlorobenzène	m/z = 180	m/z = 182 et m/z = 145



substance	Ion de dosage	Ions de référence
1,2,4-trichlorobenzène	m/z = 180	m/z = 182 et m/z = 145



substance	Ion de dosage	Ions de référence
1,2,3-trichlorobenzène	m/z = 180	m/z = 182 et m/z = 145

