

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Données de validation Glutaraldéhyde.

Ces données étant antérieures au protocole de mise au point de 2011 elles sont incomplètes

Substance _____ Glutaral

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 0,4 mg/m³

VLEP-CT _____ 0,8 mg/m³

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 ¹

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

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,5 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE C18

Nature phase _____ ■ ULTRABASE

Granulométrie _____ 5µm

Longueur _____ 250mm

Diamètre _____ 4,6mm

1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 340

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Commentaires / Débit
ACETONITRILE	75	non	1 mL/min
EAU	25	non	

Validation Méthode Analytique

Répétabilité _____ 0%

Taux de récupération

Pour le taux de récupération la moyenne est calculée sur l'ensemble des valeurs et l'écart type est de 7,9 %.

	48	12	2,4
Conc air correspondante (mg/m ³)	1,6	0,4	0,08
Volume d'air prélevé correspondant (L)	30	30	30
KT1(%)	98,4	90,6	96,4
KT2(%)	96,8	93,5	76,9
KT3(%)	96,9	96,4	79,5
KT4(%)			83,8
KT Moyen(%)	89,3		

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

L'essai de conservation consiste à doper les dispositifs de 3 charges différentes et les stocker à 4°C pendant 10 jours.

Les concentrations dans l'air correspondent à un prélèvement de 30L à 1L/min.

Le K_c moyen est de 92.9 %, l'écart type est de 4.3.

Quantité de glutaral	KC ₁	KC ₂	KC ₃
48 µg (1,6 mg/m ³)	93,5	102,6	93,4
24 µg (0,8 mg/m ³)	93,4	91,2	88,6
12 µg (0,4 mg/m ³)	92,9	87,2	94,0

Informations complémentaires

Fabrication du dérivé pour l'étalonnage.

- Le mode opératoire décrit ci-après n'est donné qu'à titre indicatif.
- Leur mise en œuvre impose des précautions liées à la nature des substances utilisées. En particulier, toutes les opérations doivent être effectuées sous une sorbonne.

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

- Dans un erlenmeyer de 500 mL, peser 1 g de DNPH 70 % (35.10⁻⁴ 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 GLUTARALDÉHYDE

- Introduire dans la solution A maintenue sous agitation : 188 µL d'une solution aqueuse de glutaraldéhyde à 25 % en volume (soit 5.10⁻⁴ mole).

Le dérivé précipite immédiatement.

- Laisser reposer une nuit.
- Filtrer sur fritté n° 4.
- Laver avec 2 fois 10 mL de méthanol.
- Sécher à 60°C @ rendement en dérivé : 90 à 95 %.

Recristallisation

- Prendre le dérivé sec, soit environ 220 mg dans 18 mL de toluène.
- Porter à ébullition sous agitation.
- Ajouter goutte à goutte du nitrobenzène jusqu'à dissolution complète (il faut entre 1 et 1,5 mL de nitrobenzène).
- Laisser refroidir lentement. Parachever la cristallisation au réfrigérateur.
- Filtrer sur fritté n° 4.

- Laver au méthanol.
- Sécher à 60°C.
- Point de fusion : 188-189°C.
- Masse Molaire du glutaraldehyde : 100 Masse Molaire du dérivé : 460

Préparation des solutions etalon

Vérifier la pureté du dérivé :

- à l'aide du point de fusion,
- par une analyse chromatographique. En effet, la réaction étant réalisée à 100 %, on peut comparer une solution préparée avec une quantité déterminée de dérivé d'aldéhyde, et une autre avec l'aldéhyde dérivé directement dans une solution de DNPH dans l'acétonitrile. Cette vérification est réalisée soit en utilisant des étalons certifiés, s'ils existent, soit à l'aide d'une solution dont on connaît le titre exact (problème de dégradation au cours du temps des solutions d'aldéhydes).
- Préparer une solution mère constituée de p mg de dérivé hydrazone dans exactement 100 mL d'acétonitrile (p = 10 à 20 mg). Il est possible de convertir en valeur aldéhyde a ce moment là. ($m \cdot 100 / 490$ mg de gluta). Toutes les concentrations qui seront ensuite calculées seront en aldéhyde et non en dérivé. Si la conversion n'est pas effectuée dès la fabrication de la solution mère il faudra la faire au calcul final.
- Les solutions étalon de concentrations différentes sont préparées par dilution dans l'acétonitrile de la solution mère dans un flacon de désorption contenant du gel de silice imprégné (de 1 à 10 mL). Agiter quelques minutes, filtrer sur membrane.

Remarque

La faible solubilité du dérivé glutaraldéhyde dans l'acétonitrile seul peut conduire à l'utilisation comme solvant d'un mélange acétonitrile/dichlorométhane 50/50. Il conviendra alors de vérifier que ce solvant est compatible avec l'éluant et la phase stationnaire utilisée.