

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

**Substance** \_\_\_\_\_ Méthyl-ter-butyl-éther

#### Choix du domaine de validation :

La valeur limite d'exposition prise comme référence est celle proposée pour MTBE par l'OSHA (Occupational Safety & Health Administration/ U.S. Department of Labor ) à la date des essais : 40 ppm (144 mg/m<sup>3</sup>).

#### Dispositif de prélèvement :

**Débit prélèvement** \_\_\_\_\_ 0,1 L/min

#### Conditions analytiques

##### 1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

**Température d'utilisation** \_\_\_\_\_ 250 °C

##### 1 colonne :

**Colonne** \_\_\_\_\_ ■ APOLAIRE

**Nature phase** \_\_\_\_\_ ■ 100% Diméthyl polysiloxane

**Longueur** \_\_\_\_\_ 60 m

**Diamètre** \_\_\_\_\_ 0,25 mm

**Epaisseur de film** \_\_\_\_\_ 1 µm

**Température d'utilisation** \_\_\_\_\_ 37 °C

**Programme de température** \_\_\_\_\_ oui

**Commentaires** \_\_\_\_\_ 37°C pendant 11 minutes puis 100°C à raison de 30°C/min

#### Recommandations particulières :

Quand le MTBE, l'ETBE ou le TAME sont analysés en présence d'essence, la colonne doit être portée à 250°C pendant plus d'une heure après chaque injection, pour éliminer toute trace d'hydrocarbures pouvant interférer avec l'injection qui suit.

#### Validation Méthode Analytique

##### Limite détection (LD) :

Limite de détection : 5 ng de MTBE injectés.

##### Réponse analytique - linéarité :

La linéarité du détecteur a été vérifiée jusqu'à 2880 µg de substance sur le dispositif de prélèvement.

## Taux de récupération

Les moyennes sont calculées à partir de toutes les valeurs des essais.

Détermination du coefficient de partage  $K_D$

Quantité de MTBE sur le dispositif de prélèvement (pour 10 L d'air prélevés)	2 880 $\mu\text{g}$ (288 $\text{mg}/\text{m}^3$ )	1 440 $\mu\text{g}$ (144 $\text{mg}/\text{m}^3$ )	144 $\mu\text{g}$ (14,4 $\text{mg}/\text{m}^3$ )
$K_{D1}$ (%)	96,4	97,6	95,6
$K_{D2}$ (%)	94,4	95,7	96,2
$K_{D3}$ (%)	95,6	97,1	99,3

**Application en présence d'essence :**  $K_D$  moyen = 95,3 % (pour  $C = 144 \text{ mg}/\text{m}^3$ ).

**Application en présence d'essence :**  $K_T$  moyen = 95,5 % (pour  $C = 144 \text{ mg}/\text{m}^3$ ).

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Dispositifs de prélèvement conservés 8 jours à température ambiante.

Quantité de MTBE sur le dispositif de prélèvement (pour 10 L d'air prélevés)	2 880 $\mu\text{g}$ (288 $\text{mg}/\text{m}^3$ )	1 440 $\mu\text{g}$ (144 $\text{mg}/\text{m}^3$ )	144 $\mu\text{g}$ (14,4 $\text{mg}/\text{m}^3$ )
$K_{C1}$ (%)	96,9	97,4	94,2
$K_{C2}$ (%)	96,4	94,9	93,3
$K_{C3}$ (%)	98,2	93,1	95,0

Valeur moyenne de  $K_C$  : 95,5 %, écart-type : 1,8.

## Informations complémentaires

Date des essais : Septembre à novembre 2009

Le débit de prélèvement a été déterminé selon la norme EN 838, à partir d'un plan d'expériences regroupant 16 essais (6 badges G.A.B.I.E exposés par essai) [1]. Six paramètres ont été étudiés : la rétro diffusion *RDif*, la concentration *C*, la durée d'exposition *t*, la température *T*, l'humidité *HR* et la co-pollution *CP*.

Rétro diffusion : 50 / 50

Concentration :

4 ppm <  $C_{\text{MTBE}}$  < 80 ppm

Durée d'exposition : 120 min < *t* < 480 min

Température (*t*) : 15 °C < *T* < 25 °C

Humidité relative (H.R.) : 30 % < H.R. < 70 %

Co-pollution : coupe alcane

Expériences	Rétro diffusion : 50 / 50	Concentration :	Durée d'exposition	Température	Humidité relative (ABC)	Co- pollution (ABCD)	AB	AC	AD	BC	BD	CD
1	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+
2	+	-	-	-	+	-	-	-	-	+	+	+
3	-	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+
4	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	-	+
5	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-
6	+	-	+	-	-	+	-	+	-	-	+	-
7	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-
8	+	+	+	-	+	-	+	+	-	+	-	-
9	-	-	-	+	-	-	+	+	-	+	-	-
10	+	-	-	+	+	+	-	-	+	+	-	-
11	-	+	-	+	+	+	-	+	-	-	+	-
12	+	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-
13	-	-	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+
14	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	+
15	-	+	+	+	-	-	-	-	-	+	+	+
16	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Débit d'échantillonnage moyen												
Effet/Interactions	-0,29	-0,55	0,45	-2,59	-1,04	-0,88	0,49	0,68	-0,76	-1,20	1,16	0,45

Détermination du débit de prélèvement pour le MTBE à l'aide d'un plan d'expériences factoriel fractionnaire.

**Ci-joint le chromatogramme obtenu pour le MTBE en présence de l'essence.**

- [053 Dosage du MTBE.docx](#)