

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_415	Protoxyde d'azote M-415

### Données de validation principales

#### Généralités

##### Données de validation de l'analyse sans recollecte

**Substance** \_\_\_\_\_ Protoxyde d'azote

**Choix du domaine de validation :**

1/5<sup>ème</sup> à 2 fois la valeur recommandée (45 mg/m<sup>3</sup>).

**Dispositif de prélèvement :**

Tube de désorption thermique utilisé en prélèvement passif. Ce dispositif est distribué par l'entreprise ANTELIA®.

Le temps de prélèvement est de 4 h maximum et ne doit pas être inférieur à 1 heure.

Si le temps de prélèvement est compris entre 1 et 2 heures, le débit est de 0,63 cm<sup>3</sup>/min.

Si le temps de prélèvement est supérieur à 2 heures et que le taux d'humidité moyen ne dépasse pas 50 % le débit d'échantillonnage déterminé est de 0,63 cm<sup>3</sup>/min.

Si le temps de prélèvement est supérieur à 2 heures et que le taux d'humidité moyen est supérieur à 50 % le débit d'échantillonnage est de 0,5 cm<sup>3</sup>/min.

## Conditions analytiques

### 1 injecteur :

DESORBEUR THERMIQUE

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

Division :

3,5

Commentaires :

	Température (°C)		Temps (min)		Options		Pneumatiques
Tube	250	Désorption du tube	10	Inlet split	Off	Inlet split (mL/min)	0
Ligne de transfert	210	Chauffe du piège froid	10	Outlet split	On	Outlet split (mL/min)	10
Vanne	200	Cycle	10	Etalon interne	Off	Désorption du tube (mL/min)	10
Piège froid	10	Purge	3	Nombre d'injection(s)	1	Débit de colonne (mL/min)	4
Désorption du piège froid	350			Chauffe de la purge	Off	Division	3.5
Rampe du piège froid (°C/sec)	40			Adsorbant piège froid	5A		

### 1 colonne :

Nature phase \_\_\_\_\_ ■ Divinylbenzène polymère poreux

Longueur \_\_\_\_\_ 30 m

Diamètre \_\_\_\_\_ 0,53 mm

Epaisseur de film \_\_\_\_\_ 20 µm

Température d'utilisation \_\_\_\_\_ 27 °C

Commentaires \_\_\_\_\_ Colonne utilisée pour la validation : Elite Q PLOT (PerkinElmer®)

### 1 détecteur :

MICRO CATHAROMETRE (TCD)

Température \_\_\_\_\_ 100 °C

Commentaires \_\_\_\_\_ Débit de MakeUp : 6 mL/min  
Débit de référence : 10 mL/min

## Validation Méthode Analytique

### Description de la méthode :

Analyse de 10 tubes dopés avec une même quantité de N<sub>2</sub>O (0,083 µg)

Répétabilité \_\_\_\_\_ 2,4%

### Limite de détection (LD) :

LD < 0,083 µg

### Limite de quantification (LQa) :

Déterminée suivant le protocole de mise au point **Métropol**. <sup>1</sup>

<sup>1</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf%20%C2%A0>

Limite de quantification (LQa) \_\_\_\_\_ 0,083 µg sur le dispositif

### Réponse analytique - linéarité :

Linéarité vérifiée entre 0 et 23 µg sur le dispositif.

## Conservation après prélèvement

### Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

#### q1

Niveau de charge 1 (q1) \_\_\_\_\_ 0,76 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 9 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 75,6 L prélevés

#### q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 7,83 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 90 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 75,6 L prélevés

## Temps de conservation

Temps 1 \_\_\_\_\_ 5 jour(s) à 22 °C

Temps 2 \_\_\_\_\_ 5 jour(s) à 22 °C puis 21 jour(s) à 4 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	101	92
Kc2(%)	100	89
Kc3(%)	98	94
Kc4(%)	99	83
Kc5(%)	90	100
Kc6(%)	92	95
Kc Moyen(%)	97	92
Coefficient de variation (%)	4,7	6,2

Taux de récupération T2	q1	q2
Kc1(%)	105	95
Kc2(%)	101	103
Kc3(%)	116	106
Kc4(%)		83
Kc5(%)	103	89
Kc6(%)	112	97
Kc Moyen(%)	107	96
Coefficient de variation (%)	7,6	9,1

### Calcul d'incertitude

L'incertitude élargie selon EN 482 avec un facteur d'élargissement de 2 est de 18,5 %  
Le détail se trouve dans le fichier attaché à la fin de ce document.

### Données de validation - données 2

#### Méthode et validation analytique avec recollecte

Certains désorbours thermiques permettent de recollecter une partie de l'échantillon sur le même tube ou sur un tube différent dans l'éventualité d'une deuxième injection.

#### Conditions analytiques

	1 ère injection	2 ème injection
Températures (°C)	Tube : 250 Ligne de transfert : 210 Valve : 200 Piège froid – Temp. Basse : 10 Piège froid – Temp. haute : 350 Miège froid – rampe (°C/s) : 40 Purge : 50	Tube : 250 Ligne de transfert : 210 Valve : 200 Piège froid – Temp. Basse : 10 Piège froid – Temp. haute : 350 Piège froid – rampe (°C/s) : 40 Purge : 50
Temps (min)	Désorption du Tube : 10.0 Maintien du piège froid : 15.0 Cycle : 10.0 Purge : 3.0 Désorption du piège froid : 1.0	Désorption du Tube : 10.0 Maintien du piège froid : 10.0 Cycle : 10.0 Purge : 3.0 Désorption du piège froid : 1.0
Options	Inlet Split : Off Outlet Split : On Etalonnage interne. : Off TD Mode : Désorption + Recollection Split Mode : Flow Purge chauffée : Off Purge sèche : Off	Inlet Split : Off Outlet Split : On Etalonnage interne. : Off TD Mode : Désorption Split Mode : Flow Purge chauffée : Off Purge sèche : Off
Débit (mL/min)	Inlet Split : / Recollection split : 20 Désorption du Tube : 10 Colonne : 3.0 Désorption Col/piège froid : 0.0 Mode colonne : Flow Purge : 50	Inlet Split : / Outlet split : 20 Désorption du Tube : 10 Colonne : 3.0 Désorption Col/piège froid : 0.0 Mode colonne : Flow Purge : 50
Division totale de l'échantillon	7,7	7,7
% échantillon injecté	13	11,3
Rapport 1 ère inj. / 2 ème inj.	/	1,15

#### Répétabilité

Analyse de 10 tubes dopés avec une même quantité de N<sub>2</sub>O (0,156 µg) : 11,3 % pour la première injection, et 10,1 % pour la seconde

#### Limite de détection

LD = 0,047 µg

#### Limite de quantification

0,156 µg

## Prélèvements passifs

#### Plan d'expériences

Le tableau ci-dessous regroupe l'ensemble des résultats ayant conduit au choix des débits de prélèvements.

#### Détermination du débit de prélèvement.

Le débit d'échantillonnage a été déterminé selon la norme EN 838, à partir d'un plan d'expérience regroupant 16 essais (6 tubes exposés par essai). Six paramètres ont été étudiés : la rétro diffusion, la concentration, la durée d'exposition, la température, l'humidité et la co-pollution.

Rétro diffusion : 50 / 50

Concentration : 5 ppm < C < 50 ppm

Durée d'exposition : 60 min < t < 240 min

Température (t) : 18 °C < t < 25 °C

Humidité relative (H.R.) : 30 % < H.R. < 60 %

Co pollution : éthanol + isoflurane

Essai	Ordre des manip.	A (rétro.)	B (Conc.)	C (HR)	D (Temp.)	F (ABCD) (Copol)	AB	AC	AD	BC	BD	CD	ABD	ACD	BCD	ABC	Ve STD
1	4	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	0,62
2	11	+	-	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	-	+	0,67
3	15	-	+	-	-	-	-	+	+	-	-	+	+	-	+	+	0,70
4	10	+	+	-	-	+	+	-	-	-	-	+	-	+	+	-	0,63
5	14	-	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	-	+	+	+	0,59
6	12	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	0,64
7	5	-	+	+	-	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	0,64
8	7	+	+	+	-	-	+	+	-	+	-	-	-	-	-	+	0,67
9	16	-	-	-	+	-	+	+	-	+	-	-	+	+	+	-	0,64
10	8	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	-	-	+	+	0,64
11	6	-	+	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	+	0,71
12	2	+	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-	-	0,66
13	13	-	-	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	+	0,56
14	3	+	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-	+	-	-	0,59
15	1	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	+	-	0,57
16	9	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	0,61
<b>Total =</b>																	<b>10,11</b>

Somme +	5,10	5,18	4,85	4,96	5,02	4,97	5,16	5,05	5,04	5,05	4,93	5,10	5,06	5,01	5,14
Somme -	5,01	4,93	5,25	5,15	5,09	5,14	4,95	5,06	5,07	5,06	5,18	5,01	5,05	5,10	4,97
Total	10,11														
Différence	0,08	0,24	-0,40	-0,18	-0,07	-0,17	0,21	-0,02	-0,03	0,00	-0,25	0,10	0,02	-0,09	0,17
Effet /Interaction	0,0104	0,0302	-0,0500	-0,0228	-0,0085	-0,0216	0,0266	-0,0022	-0,0037	-0,0002	-0,0315	0,0120	0,0019	-0,0116	0,0214
( Effets )²	0,0005	0,0007	0,0000	0,0000	0,0000	0,0010	0,0001	0,0000	0,0001	0,0000	0,0001	0,0000	0,0001	0,0005	

Effet = différence/8

Erreur expérimentale se = 0,0171

Résultats = Total/16 = 0,63

Effet de significativité mse = 0,0386

## Informations complémentaires

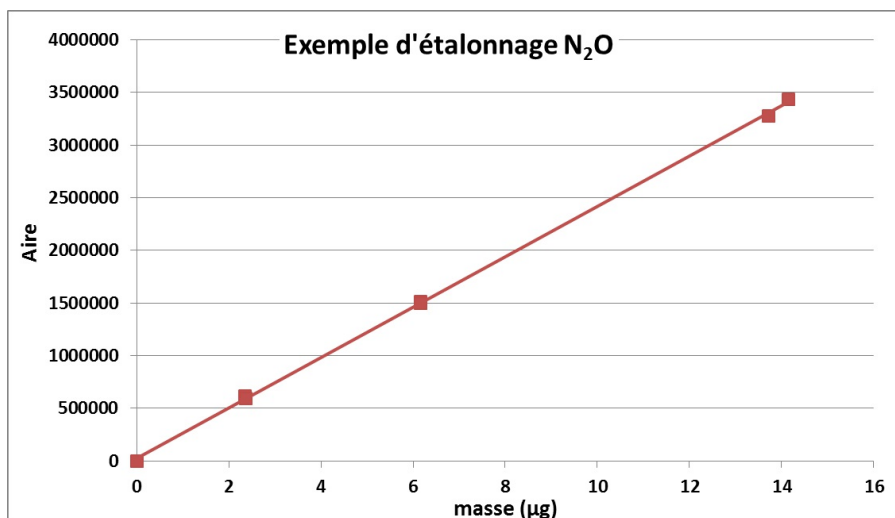
### Description de l'étalonnage

Le dopage à partir de cellules de génération d'atmosphère a été choisi pour la réalisation des essais décrits ci-après :

A partir d'une bouteille étalon de N<sub>2</sub>O à 40 ppmv, des atmosphères étalons à 3,87 mg/m<sup>3</sup> et à 73,6 mg/m<sup>3</sup> sont réalisées. Les prélèvements sont effectués à l'aide de pompes de prélèvement réglées à un débit de 40 mL/min.

Des prélèvements sur des tubes contenant la zéolithe BaZSM5 sont réalisés avec des durées différentes, (par exemple 2 min, 5 min et 10 min pour l'atmosphère étalon à 3,87 mg/m<sup>3</sup> et 2 min, 4 min et 8 min pour l'atmosphère étalon à 73,6 mg/m<sup>3</sup>, ce qui correspond à une quantité de 0,3 µg à 23 µg de N<sub>2</sub>O sur les tubes). Deux tubes au moins sont dopés pour chaque quantité de polluant.

L'analyse de ces tubes permet d'établir une droite d'étalonnage.



## Détail des calculs d'incertitude en pièce jointe

- [Calculs Incertitudes M-415.xlsx](#)