

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_151	Anhydride sulfureux M-151
METROPOL_464	Anhydride sulfureux M-464

Données de validation principales

Généralités

Validation complète de la méthode réalisée de 2024 à 2026.

La méthode a été validée sur un banc de génération avec des prélèvements simultanés sur des tubes de charbon actif imprégnés d'hydroxyde de potassium et des cassettes 37 mm contenant des filtres imprégnés d'hydroxyde de potassium.

Substance _____ Anhydride sulfureux

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 1,3 mg/m³

Existe-t-il une VLEP-CT ? _____ oui

VLEP-CT _____ 2,7 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, qui peuvent être différentes aujourd'hui. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document à la **liste des VLEP** ¹.

¹ <https://www.inrs.fr/publications/bdd/vlep.html>

La méthode a été entièrement validée pour le domaine allant de **0,17 à 2 VLEP-CT et de 0,17 à 1,7 VLEP-8H**.

Des limitations ont été observées pour le domaine de validation de 0,17 à 2 VLEP-8h pour les tubes de charbon actif imprégnés, avec des prélèvements à un débit réduit à 0,2 L/min pour les tubes.

La détermination des incertitudes sur les résultats de mesurage a été effectuée selon les recommandations et les indications des référentiels normatifs.

La méthode a été validée suivant les guides : **Mise au point de méthodes de prélèvement actif et d'analyse d'aérosols inorganiques** ² et **Mise au point de méthodes de prélèvement actif et d'analyse des gaz et vapeurs organiques** ³

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-aerosol-inorganique/metropol-analyse-validation-aerosol-inorganique.pdf>

³ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

Les prélèvements ont été réalisés simultanément sur cassette avec filtres imprégnés de KOH, tubes de charbon actif imprégné de KOH et un barboteur servant de référence, contenant une solution de KOH et H₂O₂.

La comparaison des 3 dispositifs a permis la validation de façon plus optimale de la méthode.

Dispositif de prélèvement :

3 dispositifs de prélèvement différents ont été comparés :

- une cassette contenant 1 préfiltre pour retenir les éventuelles particules suivi de 2 filtres en fibre de quartz imprégnés (FQi) d'une solution de KOH à 0,96 g/L comme décrit dans la méthode.
- un tube de charbon actif imprégné de KOH (TCAi), contenant 2 plages de 100 mg et 50 mg.
- un barboteur contenant une solution de KOH à 0,96 g/L + 2 % d'H₂O₂. Le volume de la solution est ajusté selon la durée de prélèvement et la quantité de solution est déterminée par pesée du liquide récupéré dans le barboteur en incluant le liquide de rinçage de ce dernier. Le barboteur et les cassettes sont prélevés à 1 L/min. Le débit des tubes est adapté comme indiqué ci-dessous. La mise en évidence du claquage des tubes entraînent son utilisation à des débits différents, soit 1 L/min pour la VLEP-CT et 0,2 L/min pour la VLEP-8h.

	cassette	tube
VLEP-8h	1 L/min	0,2 L/min
VLEP-CT	1 L/min	1 L/min

Pour les tubes, si des concentrations très faibles sont suspectées, les prélèvements pour la détermination de la VLEP-8h devront être réalisés à 1 L/min pour avoir assez de sensibilité analytique.

Pour tous les dispositifs utilisés, des blancs de laboratoire devront être réalisés pour déterminer les taux de sulfates déjà présents sur les supports et choisir le lot le plus adapté. En effet, lors de la validation, des différences significatives ont été observées au niveau des tubes en fonction des lots utilisés et au niveau des filtres en fibre de quartz en fonction du fabricant.

Pour FQi, l'utilisation des filtres QMA (Q) sera préférée aux SKC (S) qui ont des niveaux de blanc plus importants en sulfate.

Exemple de niveaux de blanc obtenus pour 2 marques différentes :

masse SO ₄ sur blanc S (µg)	masse SO ₄ sur blanc Q (µg)
5,16	2,19

Exemple de niveaux de blanc obtenus pour 2 lots de filtres d'une même marque (QMA) :

blanc FQi lot 1 (µg/mL)	blanc FQi lot 2 (µg/mL)
0,2057	0,2975

Exemple de niveaux de blanc obtenus pour 2 lots de tubes de charbon imprégnés :

blanc TCAi lot 1 (µg/mL)	blanc TCAi lot 2 (µg/mL)
0,0279	0,2474

Conditions analytiques

2 colonnes :

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS
Nature phase _____ ■ Résine échangeuse d'anions
Longueur _____ 50 mm
Diamètre _____ 4 mm
Commentaires :
 Précolonne IonPac®
Température d'utilisation _____ 30 °C
Programme de température _____ oui
Commentaires _____ AG11-HC

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS
Nature phase _____ ■ Résine échangeuse d'anions
Longueur _____ 250 mm
Diamètre _____ 4 mm
Commentaires :
 Colonne IonPac®
Température d'utilisation _____ 30 °C
Programme de température _____ oui
Commentaires _____ AS11-HC

1 détecteur :

CONDUCTIMETRIE

Phase mobile	Pourcentage	Commentaires / Débit
HYDROXYDE DE POTASSIUM	gardient d'élution (voir recommandations particulières)	1 L/min

Recommandations particulières :

Eluant : générateur de KOH, débit 1 mL/min. Suppression électrolytique.

Gradient de 15 à 40 mM de KOH en 40 min.

Volume d'injection 15 µL température 30°C

No	Time	Concentration [mM]	Curve
1	0,000	Run	
2	0,000	15,00	5
3	18,000	15,00	5
4	20,000	40,00	5
5	28,000	40,00	5
6	29,000	15,00	5
7	New Row		
8	29,000	Stop Run	

Mesure de la perte de charge**Méthode appliquée :**

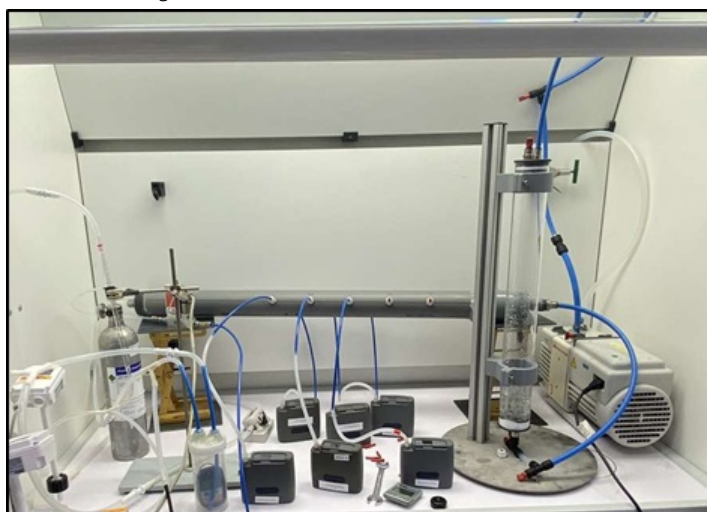
Tubes 747 KOH 226-80 à un débit de 1 L/min, la perte de charge de 7,2 pouces d'eau.

Pour les cassettes avec filtres imprégnés à un débit de 1 L/min, la perte de charge est de 4 pouces d'eau.

Validation Méthode Analytique**Description de la méthode :**

La méthode a été validée sur un banc de génération conçu à cet effet pour être compatible avec l'anhydride sulfureux.

Photo du banc de génération :



L'anhydride sulfureux est généré à l'aide de 2 bouteilles de gaz étalon certifié, à 2 concentrations différentes : 100 ppm et 2000 ppm afin de pourvoir couvrir le domaine de validation défini.

Le débit dans le banc est assuré par un système de pilotage de type labview® qui garantit une régulation constante et une humidité contrôlée. La pression dans le banc est maîtrisée grâce à une pompe à vide et un capteur de pression.

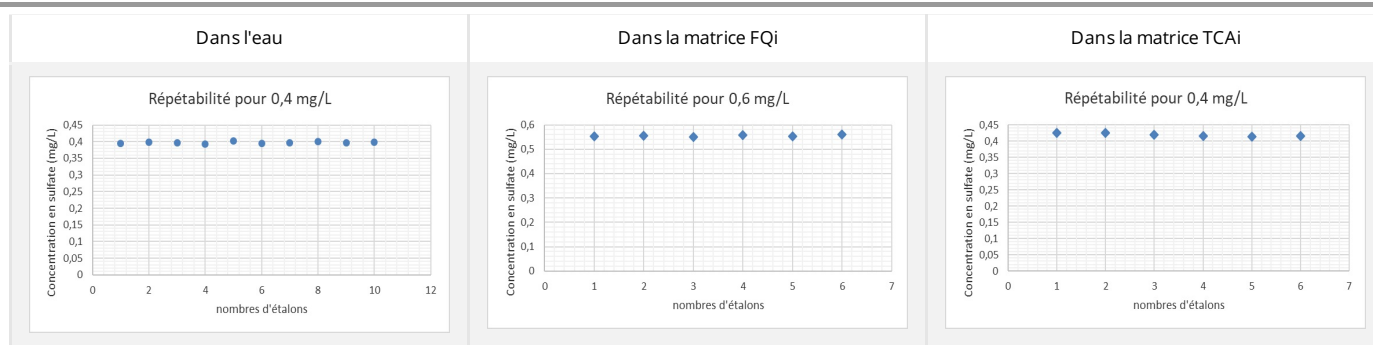
Dans un premier temps, des essais d'homogénéité ont été réalisés en générant du NO₂ à partir d'une bouteille étalon et en répartissant 3 capteurs le long du banc. Par la suite, l'homogénéité a pu être confirmée avec les résultats obtenus pour SO₂. Ces résultats sont résumés dans les informations complémentaires.

Les quantités générées étant difficilement maîtrisables, la validation sera basée sur la comparaison des différents dispositifs de prélèvement avec un barboteur, les tubes de charbon actif imprégné de KOH et les filtres en fibres de quartz imprégnés également de KOH.

Les générations ont été réalisées sous air sec, puis une humidité relative de 50 %. Les essais recommandés dans les normes avec une humidité relative de 80 %, ont mis en évidence une perte d'environ 35 % de la quantité de SO₂ générée qui réagit avec l'eau pour se transformer en H₂SO₄ qui condense et n'est donc pas capté sur les supports imprégnés (voir paragraphe efficacité de piégeage).

Répétabilité :

La répétabilité a été déterminée par l'injection de 10 fois la solution étalon à 0,4 mg/L dans l'eau et également par 6 injections de solutions étalons réalisées dans les 2 matrices : FQi et TCAi. Les rendements obtenus sont ≥ 92 % avec des CV < 2 %.



Répétabilité _____ < 2%

Limite de quantification (LQa) :

LDm et LQm FQi

	n	LD _m (a)				LQ _m (a)		
		µg/mL	µg/support	mg/m ³ (b) VLCT	mg/m ³ (c) VLEP	µg/support	mg/m ³ (b) VLCT	mg/m ³ (c) VLEP
sulfate	12	0,304	0,95	0,063	0,002	3,15	0,210	0,007

(a) LDm : 3 écarts-types de 10 blancs de laboratoire - LQm : 10 écarts-types de 10 blancs de laboratoire

(b) Pour un prélèvement de 15 min à 1 L/min (15 L d'air)

(c) Pour un prélèvement de 8 h à 1 L/min (480 L d'air)

LDm et LQm TCAi (1 L/min)

	n	LD _m (a)				LQ _m (a)		
		µg/mL	µg/support	mg/m ³ (b) VLCT	mg/m ³ (c) VLEP	µg/support	mg/m ³ (b) VLCT	mg/m ³ (c) VLEP
sulfate	13	0,217	2,06	0,137	0,005	6,86	0,458	0,015

(a) LDm : 3 écarts-types de 10 blancs de laboratoire - LQm : 10 écarts-types de 10 blancs de laboratoire

(b) Pour un prélèvement de 15 min à 1 L/min (15 L d'air)

(c) Pour un prélèvement de 8 h à 1 L/min (480 L d'air)

LDm et LQm TCAi (0,2 L/min)

	n	LD _m (a)				LQ _m (a)		
		µg/mL	µg/support	mg/m ³ (b) VLCT	mg/m ³ (c) VLEP	µg/support	mg/m ³ (b) VLCT	mg/m ³ (c) VLEP
sulfate	13	0,217	2,06	0,686	0,023	6,86	2,288	0,076

(a) LDm : 3 écarts-types de 10 blancs de laboratoire - LQm : 10 écarts-types de 10 blancs de laboratoire

(b) Pour un prélèvement de 15 min à 0,2 L/min (3 L d'air)

(c) Pour un prélèvement de 8 h à 0,2 L/min (96 L d'air)

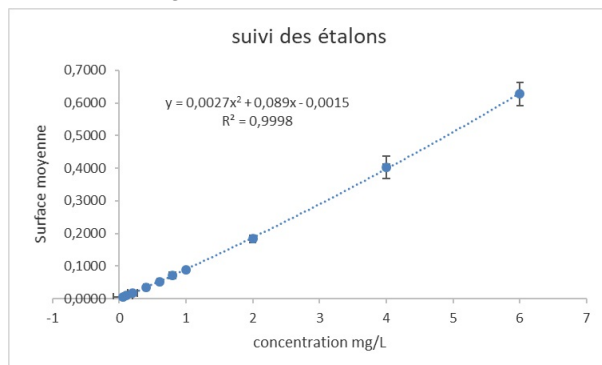
Vérification rendement et CV à la LQ

	Concentration attendue	n	Moyenne des concentrations trouvées	Taux de récupération moyen	Ecart-type	CV
	µg/mL		µg/mL	(%)	(%)	(%)
FQi	0,4	6	0,283	70,8 %	0,8 %	1,1 %
FQi	0,6	6	0,555	92,4 %	0,5 %	0,6 %
TCAi	0,4	6	0,419	104,7 %	1,4 %	1,3 %

La limite de quantification trouvée est entre 0,15 et 0,2 fois la valeur limite courte terme quelque soit le dispositif de prélèvement.

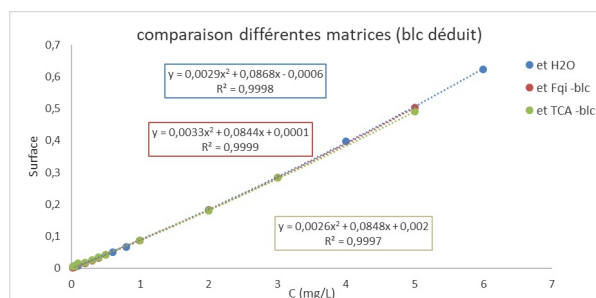
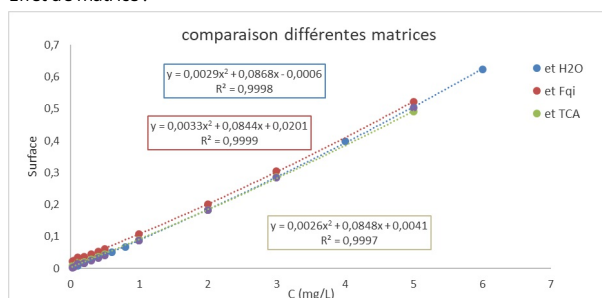
Réponse analytique - linéarité :

Un suivi d'étalonnage dans l'eau a été réalisé sur la durée des essais de validation :



Barres d'erreurs fixées à 2 écarts types.

Effet de matrice :



Une étude stat graphique sur une gamme de 0,05 à 5 ou 6 mg/L, a montré qu'il n'y avait aucune différence significative sur les pentes et ordonnées à l'origine au niveau de confiance 90 % et plus pour la comparaison avec déduction des blancs pour Fqi et TCAi.

Rappel : Tester les lots de supports de collecte avant utilisation, les niveaux de blancs pour Fqi et TCAi pouvant être importants et varier d'un lot à l'autre.

Taux de récupération

Le banc de génération conçu est muni de 10 points de prélèvement. Sur 9 points, des diviseurs de débit sont installés pour pouvoir connecter une cassette et un tube et ainsi réaliser des prélèvements simultanés. Le dernier point sert à la mise en place d'un barboteur pour déterminer une concentration de référence.

9 échantillons sont donc prélevés par dispositifs de prélèvement. 6 sont utilisés pour la détermination du taux de récupération à J+1 et les 3 autres sont conservés au laboratoire pour réaliser la conservation à J+15.

Cassette avec FQi :

VLEP-CT

n	Concentration générée	Concentration mesurée	Fraction de VLEP-CT	Taux de récupération	CV
	mg.m ⁻³ (a)	mg.m ⁻³ (a)		(%)	(%)
4	0,47	0,37	0,17	79 %	11,4 %
4	3,07	3,52	1,14	114,7 %	6,3 %
6	5,55	5,56	2,06	100,1 %	8,9 %

(a) Pour un prélèvement de 15 min à 1 L/min

VLEP-8h

n	Concentration générée	Concentration mesurée	Fraction de VLEP-8h	Taux de récupération	CV
	mg.m ⁻³ (a)	mg.m ⁻³ (a)		(%)	(%)
5	0,23	0,25	0,17	111 %	14,7 %
6	1,26	1,18	1,0	94,1 %	4,5 %
6	2,14	2,07	1,6	96,6 %	6,7 %

(a) Pour un prélèvement de 8 h à 1 L/min

Tube TCAi :

VLEP-CT

Rappel : prélèvement à 1 L/min pour avoir assez de sensibilité

n	Concentration générée	Concentration mesurée	Fraction de VLEP-CT	Taux de récupération	CV
	mg.m ⁻³ (a)	mg.m ⁻³ (a)		(%)	(%)
6	0,47	0,42	0,17	90,2 %	13,4 %
6	5,55	5,56	2,1	100,6 %	9,4 %

(a) Pour un prélèvement de 15 min à 1 L/min

VLEP-8h

n	Concentration générée	Concentration mesurée	Fraction de VLEP-8h	Taux de récupération	CV
	mg.m ⁻³ (a)	mg.m ⁻³		(%)	(%)
6	0,23	0,27 (a)	0,17	117,6 %	2,6 %
6	1,26	1,19 (b)	1,0	94,1 %	2,7 %
6	2,14	2,10 (b)	1,6	98,6 %	3,1 %

(a) Pour un prélèvement de 8 h à 1 L/min

(b) Pour un prélèvement de 8 h à 0,2 L/min

Efficacité de piégeage

Influence de l'humidité :

HR	Concentration générée	FQi	TCAi	FQi/TCAi
%	mg.m ⁻³	mg.m ⁻³	mg.m ⁻³	%
50 %	2,30	2,488	2,469	100,8 %
80 %	2,18	1,609	1,567	102,7 %
différence	5,3 %	35,3 %	36,5 %	

Une partie du SO₂ générée réagit avec l'eau qui se condense à l'intérieur du banc de génération.

A 80 % d'humidité les concentrations en SO₂ seront donc diminuées d'environ 35 %.

Les 2 supports donnent les mêmes résultats donc ne semblent pas influencés par l'humidité. Deux séries ont été réalisées et on obtient toujours cette perte d'environ 35 %.

Essai de claquage

Essai de claquage :

Cassette avec FQi

Nb VLEP-8h	Quantité SO ₂ sur FQi1	Quantité SO ₂ sur FQi2	Taux de récupération (somme FQi)	Claquage
	µg/support	µg/support	(%)	
6,2	1062,1	858,3	47 %	81 %
	1371,8	809,2	56 %	59 %
	1251,8	1056,4	60 %	84 %
	1157,4	939,8	55 %	81 %
	1011,1	862,2	49 %	85 %
2,1	611,8	456,3	104 %	75 %
	612,9	302,3	88 %	49 %
	602,2	415,8	99 %	69 %
	481,2	572,8	101 %	119 %
	531,2	415,5	92 %	78 %
1,3	602,0	0,1	95 %	0,02 %
	564,5	0,0	92 %	0,00 %
	598,0	0,0	96 %	0,00 %
	593,7	0,0	98 %	0,00 %
	576,8	0,0	96 %	0,00 %
	500,3	0,1	86 %	0,03 %

à 2,1 VLEP-8h (1 L/min 8 h), on observe un claquage mais en sommant les 2 filtres, le rendement total reste correct.

Si une exposition forte est suspectée, il est recommandé de prélever sur 2 FQi pendant 4h.

Tube TCAi :

Pour un prélèvement à 1 L/min pendant 8 h.

N tube	Quantité SO ₂ sur plage 1	Quantité SO ₂ sur plage 2	Claquage (p2/p1)
	µg/support	µg/support	(%)
1	295,1	13,3	4,5 %
2	293,4	13,9	4,7 %
3	281,6	14,9	5,3 %
4	249,5	17,1	6,8 %
5	251,4	13,9	5,5 %
6	243,2	15,7	6,5 %

Les résultats suivants ont permis de montrer que le claquage est lié au débit de prélèvement et pas à la quantité prélevée sur le dispositif.

1,65 VLEP-8h, pour un prélèvement à 0,2 L/min pendant 8 h.

N tube	Quantité SO ₂ sur plage 1	Quantité SO ₂ sur plage 2	Claquage (p2/p1)
	µg/support	µg/support	(%)
1	221,0	0,45	0,20 %
2	217,4	0,02	0,01 %
3	212,5	0,29	0,14 %
5	215,0	0,33	0,15 %
7	204,7	0,00	0,00 %
8	197,9	0,43	0,22 %

6 VLEP-8h, pour un prélèvement à 0,2 L/min pendant 8 h.

N tube	Quantité SO ₂ sur plage 1	Quantité SO ₂ sur plage 2	Claquage (p2/p1)
	µg/support	µg/support	(%)
1	766,4	1,93	0,25 %
2	767,4	3,56	0,46 %
4	772,3	0,00	0,00 %
5	638,7	0,00	0,00 %
7	--	-	-
8	687,1	0,00	0,00 %

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Les échantillons sont prélevés comme décrit dans le paragraphe taux de récupération. Les solutions de désorption des échantillons à J+1 sont également conservées à température ambiante et redosées à J+15.

Tous les taux de récupération pour les conservations sont calculés par rapport aux valeurs obtenues à J+1, comme décrit dans le [guide de mise au point](#) ⁴.

⁴<https://www.inrs.fr/dam/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-aerosol-inorganique.pdf>

Cassette avec FQj :

VLEP-CT

Conservation sur support à température ambiante.

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³ (a)				
45,28	3,07	4	J+1	114,7	6,3
59,00	3,75	3	J+15	106,3	3,8
84,04	5,55	6	J+1	100,1	8,9
84,73	5,53	2	J+15	99,6	2,2
5,69	0,37	4	J+1	78,8	11,4
4,95	0,32	3	J+15	87,2	11,8

Conservation des solutions de désorption.

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³ (a)				
45,28	3,07	4	J+1	114,7	6,3
52,43	3,54	4	J+15	100,5	1,3
84,04	5,55	6	J+1	100,1	8,9
84,42	5,58	6	J+15	100,6	2,5
5,69	0,37	4	J+1	78,8	11,4
5,38	0,35	4	J+15	94,5	5,7

(a) Pour un prélèvement de 15 min à 1 L/min

VLEP-8h**Conservation sur support à température ambiante**

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³ (a)				
572,55	1,18	6	J+1	94,1	4,5
592,69	1,17	2	J+15	98,6	14,5
1000,38	2,07	5	J+1	96,6	6,7
989,62	2,06	2	J+15	99,5	0,7
123,52	0,25	5	J+1	111,4	14,7
126,82	0,26	2	J+15	104,3	1,6

Conservation des solutions de désorption.

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³ (a)				
572,55	1,18	6	J+1	94,1	4,5
570,87	1,18	6	J+15	99,7	1,8
1000,38	2,07	5	J+1	96,6	6,7
989,62	2,04	5	J+15	98,9	0,7
123,52	0,25	5	J+1	111,4	14,7
118,08	0,24	5	J+15	95,6	1,0

(a) Pour un prélèvement de 8 h à 1 L/min

TCAi :**VLEP-CT****Conservation sur support à température ambiante**

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³ (a)				
81,61	5,56	6	J+1	100,6	9,4
80,00	5,61	3	J+15	100,9	6,0
6,45	0,42	6	J+1	90,2	13,4
6,53	0,43	6	J+15	102,0	3,0

Conservation des solutions de désorption

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³ (a)				
81,61	5,56	6	J+1	100,1	8,9
78,80	5,37	6	J+15	96,6	2,4
6,45	0,42	6	J+1	90,2	13,4
5,39	0,35	6	J+15	85,0	14,8

(a) Pour un prélèvement de 15 min à 1 L/min

VLEP-8h

Conservation sur support à température ambiante

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³			(%)	(%)
113,24	1,19 (a)	6	J+1	94,1	2,7
119,36	1,18 (a)	3	J+15	102,6	7,6
211,66	2,10 (a)	6	J+1	98,6	3,1
215,15	2,13 (a)	3	J+15	101,3	1,8
130,72	0,27 (b)	6	J+1	117,6	2,6
196,48	0,26 (b)	2	J+15	99,7	1,9

Conservation des solutions de désorption

Concentration retrouvée		n		Taux de récupération	CV
µg/support	mg.m ⁻³			(%)	(%)
113,24	1,19 (a)	6	J+1	94,1	2,7
112,32	1,18 (a)	6	J+15	99,2	0,4
211,66	2,10 (a)	5	J+1	98,6	3,1
215,15	2,14 (a)	5	J+15	101,6	1,8
130,72	0,27 (b)	5	J+1	117,6	2,6
191,59	0,26 (b)	5	J+15	97,7	1,9

(a) Pour un prélèvement de 8 h à 0,2 L/min

(b) Pour un prélèvement de 8 h à 1 L/min

Calcul d'incertitude

EN 22065:2020 - ANNEXE C

FQI : 0,17 - 2 VLEP-CT

Contribution à l'incertitude	Données	Incertitude (%)		Remarques
		aléatoire	non	
Volume d'air prélevé				
Mesure du débit, $u_{v,d}$ - débitmètre à piston graphite (0.5 à 5 L/min)		0,3%		EN 482:2021, annexe B Tableau B.2
Étalonnage du débit, $u_{v,e}$ - débitmètre à piston graphite (0.5 à 5 L/min)			0,6%	EN 482:2021, annexe B Tableau B.2
Stabilité du débit de pompe, $u_{v,s}$			2,9%	EN 482:2021, annexe B
Durée du prélèvement, $u_{v,t}$	15 min.		2,7%	EN482:2021 B.2.1.4 et ISO 22068/2020 C.2.4
Efficacité du prélèvement, $u_{p,e}$			0,0%	Volume de prélèvement recommandé de 15 L (15 min à 1 L/min)
Conservation et transport, $u_{c,t}$ à température ambiante pendant 15 jours	5,8%		3,3%	Les échantillons sont stables 15 jours à température ambiante. Les solutions peuvent être conservées 15 jours sans perte
$u_{c,t}$		0,3%		
$u_{c,t}$			5,2%	
$u_{c,t}$			5,2%	
Récupération des méthodes				
Taux de récupération analytique				
— $R_{s,i}$			97,9%	
— $K_{s,i}$			18,5%	
— $u_{s,i}$			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Biais analytique, $u_{b,i}$				
— (B_i/k_i)			1,1%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $(K_{s,i}/n_i)$			8,3%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $u_{b,i}$			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Effet de l'humidité relative, $u_{h,i}$			0,0%	HR 80% testé : résultats Tube et filtres identiques (barboteur + fort -> aspiration H2SO4 formé)
Effet de la température, $u_{t,i}$			0,0%	Non déterminé
Variabilité des méthodes				
Fidélité des méthodes, $u_{m,i}$		20,0%		voir C.6.2, calculée à partir de l'essai de taux de recouvrement Intègre la fidélité analytique et la préparation des échantillons (désorption dans 10 mL)
Solutions d'étalonnage, $u_{s,i}$			2,4%	voir C.6.3, estimées pour étalon 1 µg/mL
Fonction d'étalonnage		2,0%		voir C.6.4 même si ici on est sur une fonction quadratique et pas linéaire
Dilution des solutions d'échantillon		0,8%		Pipettes 100 µL et 1 mL pour dilutions (2-5-10)
Dérive de la réponse de l'appareillage, $u_{d,i}$			1,2%	Correction dérive estimée pour les essais répétabilité sur l'étalon dans l'eau 0,4 µg/mL (2%)
Fidélité analytique		0,0%		voir C.6.7.1, incluse dans le calcul de fidélité des méthodes
$u_{m,i}$		20,2%		
$u_{s,i}$			10,3%	
$u_{m,i}$			22,6%	
Incertitude type composée u_c				
$u_{c,i} = \sqrt{(u_{m,i}^2 + u_{s,i}^2)}$		20,2%	11,5%	
$u_{c,i} = \sqrt{(u_{m,i}^2 + u_{s,i}^2)}$			23,2%	
$u_c = \sqrt{(u_{c,i}^2 + u_{c,i}^2)}$				
Incertitude élargie U				
$U = 2 \times u_c$			46,4%	

EN 22065:2020 - ANNEXE C

FQI : 0,17 - 1,7 VLEP-8h

Contribution à l'incertitude	Données	Incertitude (%)		Remarques
		aléatoire	non	
Volume d'air prélevé				
Mesure du débit, $u_{v,d}$ - débitmètre à piston graphite (0.5 à 5 L/min)		0,3%		EN 482:2021, annexe B Tableau B.2
Étalonnage du débit, $u_{v,e}$ - débitmètre à piston graphite (0.5 à 5 L/min)			0,6%	EN 482:2021, annexe B Tableau B.2
Stabilité du débit de pompe, $u_{v,s}$			2,9%	EN 482:2021, annexe B
Durée du prélèvement, $u_{v,t}$	480 min		0,09%	EN482:2021 B.2.1.4 et ISO 22068/2020 C.2.4
Efficacité du prélèvement, $u_{v,p}$			0,0%	Volume de prélèvement recommandé de L (min à 1 L/min)
Conservation et transport, $u_{c,t}$ à température ambiante pendant 15 jours	4,8%		2,8%	Les échantillons sont stables 15 jours à température ambiante. Les solutions peuvent être conservées 15 jours sans perte
$u_{v,p}$		0,3%		
$u_{c,t}$			4,1%	
$u_{v,p}$			4,1%	
Récupération des méthodes				
Taux de récupération analytique				
— R_s			100,7%	
— $K_{v,r}$			9,3%	
— $u_{v,r}$			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Biais analytique, $u_{a,b}$				
— (B_r/k)			-0,3%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $(K_{v,r} \cdot h/n)$			3,9%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $u_{a,b}$			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Effet de l'humidité relative, $u_{h,r}$			0,0%	HR 80% testé : résultats Tube et filtres identiques (barboteur + fort > aspiration H2SO4 formé)
Effet de la température, $u_{t,r}$			0,0%	Non déterminé
Variabilité des méthodes				
Fidélité des méthodes, $u_{m,f}$		12,5%		voir C.6.2, calculée à partir de l'essai de taux de recouvrement Intègre la fidélité analytique et la préparation des échantillons (désorption dans 10 mL)
Solutions d'étalonnage, $u_{s,e}$			2,4%	voir C.6.3, estimées pour étalon 1 µg/mL
Fonction d'étalonnage		2,0%		voir C.6.4 même si ici on est sur une fonction quadratique et pas linéaire
Dilution des solutions d'échantillon		0,8%		Pipettes 100 µL et 1 mL pour dilutions (2-5-10)
Dérive de la réponse de l'appareillage, $u_{d,r}$			1,2%	Correction dérive estimée pour les essais répétabilité sur l'étalon dans l'eau 0,4 µg/mL (2%)
Fidélité analytique		0,0%		voir C.6.7.1, incluse dans le calcul de fidélité des méthodes
$u_{m,f}$		12,7%		
$u_{s,e}$			7,1%	
$u_{m,f}$			14,5%	
Incertitude type composée u_c				
$u_{c,r} = \sqrt{(u_{m,f}^2 + u_{s,e}^2)}$		12,7%		
$u_{c,r} = \sqrt{(u_{m,f}^2 + u_{s,e}^2)}$			8,2%	
$u_c = \sqrt{(u_{c,r}^2 + u_{d,r}^2)}$			15,1%	
Incertitude élargie U				
$U = 2 \times u_c$			30,2%	

EN 22065:2020 - ANNEXE C

TCAI : 0,17 - 2,1 VLEP-CT

Contribution à l'incertitude	Données	Incertitude (%)		Remarques
		aléatoire	non	
Volume d'air prélevé				
Mesure du débit, $u_{d,r}$ - débitmètre à piston graphite (0.5 à 5 L/min)		0,3%		EN 482:2021, annexe B Tableau B.2
Étalonnage du débit, $u_{d,e}$ - débitmètre à piston graphite (0.5 à 5 L/min)			0,6%	EN 482:2021, annexe B Tableau B.2
Stabilité du débit de pompe, $u_{d,p}$			2,9%	EN 482:2021, annexe B
Durée du prélèvement, $u_{t,r}$	15 min.		2,7%	EN482:2021 B.2.1.4 et ISO 22068/2020 C.2.4
Efficacité du prélèvement, $u_{p,r}$			0,0%	Volume de prélèvement recommandé de 15 L (15 min à 1 L/min) ou 3 L (15 min à 0,2 L/min)
Conservation et transport, $u_{c,r}$ à température ambiante pendant 15 jours	6,1%		3,5%	Les échantillons sont stables 15 jours à température ambiante. Les solutions peuvent être conservées 15 jours sans perte.
$u_{c,r}$		0,3%		
$u_{c,non}$			5,3%	
$u_{c,r}$			5,3%	
Récupération des méthodes				
Taux de récupération analytique				
— $R_{s,r}$			95,4%	
— $K_{s,r}$			7,7%	
— $u_{s,r}$			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Biais analytique, $u_{b,r}$				
— (B_r/k)			2,3%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $(K_{s,r}/h/n)$			3,1%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $u_{b,r}$			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Effet de l'humidité relative, $u_{h,r}$			0,0%	HR 80% testé : résultats Tube et filtres identiques (barboteur + fort -> aspiration H2SO4 formé)
Effet de la température, $u_{t,r}$			0,0%	Non déterminé
Variabilité des méthodes				
Fidélité des méthodes, $u_{m,r}$		13,1%		voir C.6.2, calculée à partir de l'essai de taux de recouvrement Intègre la fidélité analytique et la préparation des échantillons (désorption dans 10 mL)
Solutions d'étalonnage, $u_{s,r}$			2,4%	voir C.6.3, estimées pour étalon 1 µg/mL
Fonction d'étalonnage		2,0%		voir C.6.4 même si ici on est sur une fonction quadratique et pas linéaire
Dilution des solutions d'échantillon		0,8%		Pipettes 100 µL et 1 mL pour dilutions (2-5-10)
Dérive de la réponse de l'appareillage, $u_{d,r}$			1,2%	Correction dérive estimée pour les essais répétabilité sur l'étalon dans l'eau 0,4 µg/mL (2%)
Fidélité analytique		0,0%		voir C.6.7.1, incluse dans le calcul de fidélité des méthodes
$u_{m,r}$		13,3%		
$u_{m,non}$			7,1%	
$u_{m,r}$			15,1%	
Incertitude type composée u_c				
$u_{c,r} = \sqrt{(u_{m,r}^2 + u_{s,r}^2)}$		13,3%		
$u_{c,non} = \sqrt{(u_{m,non}^2 + u_{d,r}^2)}$			8,9%	
$u_c = \sqrt{(u_{c,r}^2 + u_{c,non}^2)}$			16,0%	
Incertitude élargie U				
$U = 2 \times u_c$			31,9%	

EN 22065:2020 - ANNEXE C

TCAi : 0,17 - 1,7 VLEP-8h

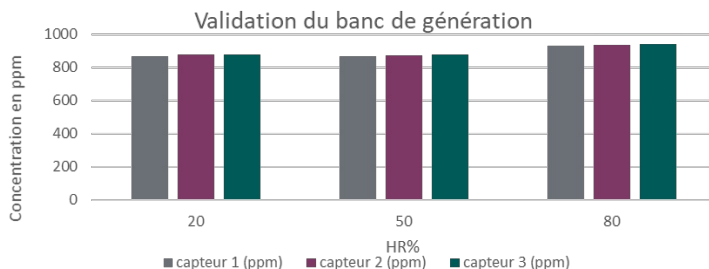
Contribution à l'incertitude	Données	Incertitude (%)		Remarques
		aléatoire	non aléatoire	
Volume d'air prélevé				
Mesure du débit, u_e - débitmètre à piston graphite bas débit (0.03 à 0,5 L/min)		0,9%		6 mesures à 0,1 L/min
Étalonnage du débit, u_{e_c} - débitmètre à piston graphite bas débit (0.03 à 0,5 L/min)			0,2%	certificat d'étalonnage débitmètre
Stabilité du débit de pompe, u_{pds}			2,9%	EN 482:2021, annexe B
Durée du prélèvement, u_{ts}	480 min		0,1%	Tolérance sur durée de prélèvement: 0,5% (EN482:2021 B.2.1.4)
Efficacité du prélèvement, u_{se}			0,0%	Volume de prélèvement recommandé de 96 L (480 min à 0,2 L/min). Le débit de 1 L/min peut être utilisé si on suspecte des concentration très faible (<0,5 VLEP-8h)
Conservation et transport, u_{st} à température ambiante pendant 15 jours	9,7%		5,6%	Les échantillons sont stables 15 jours à température ambiante. Les solutions peuvent être conservées 15 jours sans perte
	$u_{a,r}$	0,9%		
	$u_{a,nr}$		6,3%	
	u_s		6,4%	
Récupération des méthodes				
Taux de récupération analytique				
— Rs_a			103,4%	
— $K_{v,r/a}$			12,0%	
— u_{is}			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Biais analytique, u_{ab}				
— (B_d/k)			-1,7%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— $(K_{v,r/a}/\sqrt{n})$			4,9%	Calculé à partir de l'essai taux de rétention
— u_{is}			5,3%	Calculé à partir ISO 22065/2020 équation C.5.2.2
Effet de l'humidité relative, u_{hi}			0,0%	HR 80% testé : résultats Tube et filtres identiques (barboteur + fort -> aspiration H2SO4 formé)
Effet de la température, u_T			0,0%	Non déterminé
Variabilité des méthodes				
Fidélité des méthodes, u_{mp}		12,3%		voir C.6.2, calculée à partir de l'essai de taux de recouvrement Intègre la fidélité analytique et la préparation des échantillons (désorption dans 10 mL)
Solutions d'étalonnage, u_{cc}			2,4%	voir C.6.3, estimées pour étalon 1 µg/mL
Fonction d'étalonnage		2,0%		voir C.6.4 même si ici on est sur une fonction quadratique et pas
Dilution des solutions d'échantillon		0,8%		Pipettes 100 µL et 1 mL pour dilutions (2-5-10)
Dérive de la réponse de l'appareillage, u_{dr}			1,2%	Correction dérive estimée pour les essais répétabilité sur l'étalon dans l'eau 0,4 µg/mL (2%)
Fidélité analytique		0,0%		voir C.6.7.1, incluse dans le calcul de fidélité des méthodes
	$u_{a,r}$	12,5%		
	$u_{a,nr}$		7,9%	
	u_s		14,8%	
Incertitude type composée u_c				
	$u_{C,r} = \sqrt{(u_{a,r}^2 + u_{a,nr}^2)}$	12,5%		
	$u_{C,nr} = \sqrt{(u_{a,nr}^2 + u_{s,nr}^2)}$		10,1%	
	$u_c = \sqrt{(u_{C,r}^2 + u_{C,nr}^2)}$		16,1%	
Incertitude élargie U				
	$U = 2 \times u_c$		32,2%	

Les calculs d'incertitude donnent des résultats proches des exigences de la normes NF EN 482 (2021).

Informations complémentaires

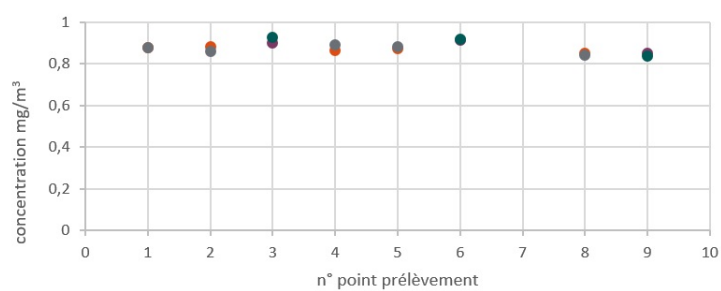
Homogénéité des générations

Des essais ont été réalisés à l'aide d'une bouteille de gaz étalon NO₂. 3 capteurs sont répartis le long du banc de génération. Ces tests sont effectués à 3 niveaux d'humidité, 20 %, 50 % et 80 %. Les résultats sont homogènes pour chacun des essais.



Ces premiers résultats ont pu être confirmés lors des différentes générations de SO₂.

répartition points de prélèvement



répartition points de prélèvement

