

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_416	Protoxyde d'azote M-416

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Protoxyde d'azote

Choix du domaine de validation :

Il n'existe pas de valeur limite française pour le protoxyde d'azote. La méthode a été développée pour des concentrations comprises entre 40 et 800 ppm en se basant sur les valeurs limites court terme européennes, par exemple Allemagne 200 ppm et Autriche 400 ppm.

Dispositif de prélèvement :

Tube de désorption thermique Zéolithe BaZSM5 utilisé pour un prélèvement de courte durée (<30 minutes). Ce dispositif est distribué par l'entreprise ANTELIA®

Débit prélèvement _____ 0,005 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

DESORBEUR THERMIQUE

Programme de température _____ oui

Commentaires :

	Température (°C)		Temps (min)		Options		Pneumatiques
Tube	250	Désorption du tube	10	inlet split	ON	Inlet split (mL/min)	20
Ligne de transfert	210	Trap Hold	10	Outlet Split	ON	Outlet Split (mL/min)	50
Vanne	200	Std Inj	/	Standard interne	Off	Désorption (mL/min)	10
Trap refroidissement	10	Cycle	8	Nombre d'injections	1	Pression d'entrée (psi)	22
Trap désorption	350	Purge	3	Heated purge	off	Débit colonne (mL/min)	4
Trap rate (°C/sec)	40			Piège froid adsorbant	5 A	Division	40,5

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 sans recollecte

Analyse de 10 tubes dopés avec une même quantité de N₂O (0,083 µg)

Répétabilité _____ 2,4%

Limite de détection (LD) :

LD < 0,083 µg sur le dispositif

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

Réponse analytique - linéarité :

La linéarité a été vérifiée entre 0 et 220 µg sur le dispositif.

Taux de récupération

Les essais ont été réalisés à 20 °C et 50 % HR.

Quantité collectée (µg)	5	27	110	210
Conc air correspondante (mg/m ³)	70	360	1450	1450
Volume d'air prélevé correspondant (L)	0,075	0,075	0,075	0,15
KT1(%)	94	95	95	94
KT2(%)	87	93	99	99
KT3(%)	97	92	99	102
KT4(%)	91	98	100	97
KT5(%)	103		96	100
KT6(%)	106		99	97
KT Moyen(%)	96	95	98	98
Coefficient de variation(%)	7,4	2,8	2,2	3

Essai de claquage

Essai de claquage :

Les essais ont été réalisés en exposant 6 dispositifs de prélèvement à une concentration de 800 ppm pendant 30 minutes à 50 % HR. Chaque dispositif est composé de deux tubes en série pour s'assurer de l'absence de claquage. Voir protocole de **mise au point** . ¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

Aucun claquage n'a été constaté.

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

La génération pour les essais de conservation ont été réalisés à 20 °C et 50 % HR.

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 5 µg
 Conc air _____ 70 mg/m³
 pour _____ 0,075 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 210 µg
 Conc air _____ 1450 mg/m³
 pour _____ 0,15 L prélevés

Temps de conservation

Temps 1 _____ 5 jours à 22 °C
 Temps 2 _____ 5 jours à 22 °C puis 21 jours à 4 °C

Taux de récupération T1	q1
Quantité collectée (µg)	5
Kc1(%)	98
Kc2(%)	100
Kc3(%)	97
Kc4(%)	97
Kc Moyen(%)	98
Coefficient de variation (%)	1,3

Taux de récupération T2	q1	q2
Quantité collectée (µg)	5	210
Kc1(%)	103	99
Kc2(%)	106	107
Kc3(%)	99	93
Kc4(%)	98	92
Kc5(%)	102	96
Kc6(%)	104	
Kc Moyen(%)	102	97
Coefficient de variation (%)	3,8	6

Calcul d'incertitude

L'incertitude élargie selon EN 482 avec un facteur d'élargissement de 2 est de 20,7 %
 Le détail des calculs est joint à la fin de ce document.

Données de validation - données 2

Méthode et validation analytique avec recollecte

Certains désorbeurs 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

	Première injection	deuxième injection
Températures (°C)	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	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 : 15,0 Cycle : 10,0 Purge : 3,0 Désorption du piège froid : 1,0
Options	Inlet Split : On Outlet Split : On Etalonnage interne : Off TD Mode : Désorption + Recollecte Split Mode : Flow Purge chauffée : Off Purge sèche : Off	Inlet Split : On Outlet Split : On Etalonnage interne : Off TD Mode : Désorption Split Mode : Flow Purge chauffée : Off Purge sèche : Off
Débit (mL/min)	Inlet Split : 20 Recollecion split : 50 Désorption du tube : 10 Colonne : 3,0 Désorption Col/piège froid : 0 ;0 Mode colonne : Flow Purge 50	Inlet Split : 20 Recollecion split : 50 Désorption du tube : 10 Colonne : 3,0 Désorption Col/piège froid : 0 ;0 Mode colonne : Flow Purge 50
Division totale de l'échantillon	53	53
% échantillon injecté	1,9	0,6
Rapport 1 ^{ère} injection / 2 ^{ème} injection	/	3,2

Rétabilité

Analyse de 10 tubes dopés avec une même quantité de N O (0,0,659 µg) : 15,8 % pour la première injection, et 15,4 % pour la seconde

Limite de détection

LD = 0,198 µg

Limite de quantification

LD = 0,659 µg

Informations complémentaires

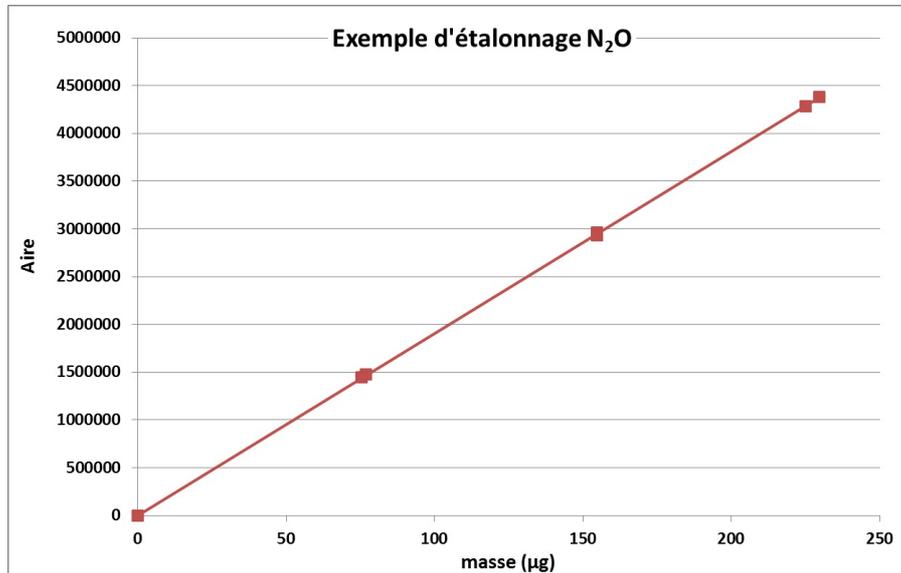
Courbe d'étalonnage

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_2O à 40 ppmv, des atmosphères étalons à $14,7 \text{ mg/m}^3$ et à $73,6 \text{ mg/m}^3$ sont réalisées. Les prélèvements sont effectués à l'aide de pompes de prélèvement réglées à un débit de 100 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 $14,7 \text{ mg/m}^3$ et 10 min, 20 min et 30 min pour l'atmosphère étalon à $73,6 \text{ mg/m}^3$, ce qui correspond à une quantité de $2,8 \mu\text{g}$ à $220 \mu\text{g}$ de N_2O 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'incertitudes

- [Calculs Incertitudes M-416.xlsx](#)