

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Nitroglycérine

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 1 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction de valeurs limites en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs VLEP actuelles, se reporter au document **Outil65** ¹

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

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

SPLIT/SPLITLESS

Température d'utilisation _____ 180 °C

Division :

1/10

Volume injecté _____ 1 µL

Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ ■ APOLAIRE

Nature phase _____ ■ 5% Phényl 95% Diméthylpolysiloxane

Longueur _____ 15 m

Diamètre _____ 0,32 mm

Épaisseur de film _____ 1 µm

Programme de température _____ oui

Commentaires _____ programmation de 80 ° à 230 °C à 10°C/min

1 détecteur :

TEA (THERMO ENERGY ANALYSER)

Température _____ 275 °C

Commentaires _____ débit d'oxygène dans le générateur d'ozone 3 ml/min; vide dans la chambre de réaction 0.10 à 0.20 mm Hg Température du photomultiplicateur < -12 °C

Recommandations particulières :

La température de pyrolyse influe directement sur la réponse du détecteur :

La réponse des esters nitrés est importante jusqu'à 750°C.

La figure 1 (voir données de validation -compléments) présente pour 7 explosifs nitrés étudiés, la variation de la réponse du détecteur en fonction de la température de pyrolyse.

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

Validation réalisée sur tubes pour un prélèvement de la fraction gazeuse

Limite détection (LD) :

2 à 5 µg/m³ pour 30 litres d'air prélevés.

Taux de récupération

Validations réalisées sur tubes pour un prélèvement de la fraction gazeuse.

	essai 1	essai 2	essai 3
Quantité déposée (µg)	2,9	28	56
Conc air correspondante (mg/m ³)	0,1	0,9	1,9
KT1(%)	99,7	94,1	98,3
KT2(%)	96,8	95,5	99,8
KT3(%)	98,5	93,9	98,7
KT Moyen(%)	98,3	94,5	98,9
Ecart type	1,5	0,9	0,8
Coefficient de variation(%)	1,5	0,9	0,8

Conservation après prélèvement

q1

Niveau de charge 1 (q1) _____ 2,7 µg
 Conc air _____ 0,09 mg/m³
 pour _____ 30 L prélevés

q2

Niveau de charge 2 (q2) _____ 58 µg
 Conc air _____ 1,9 mg/m³
 pour _____ 30 L prélevés

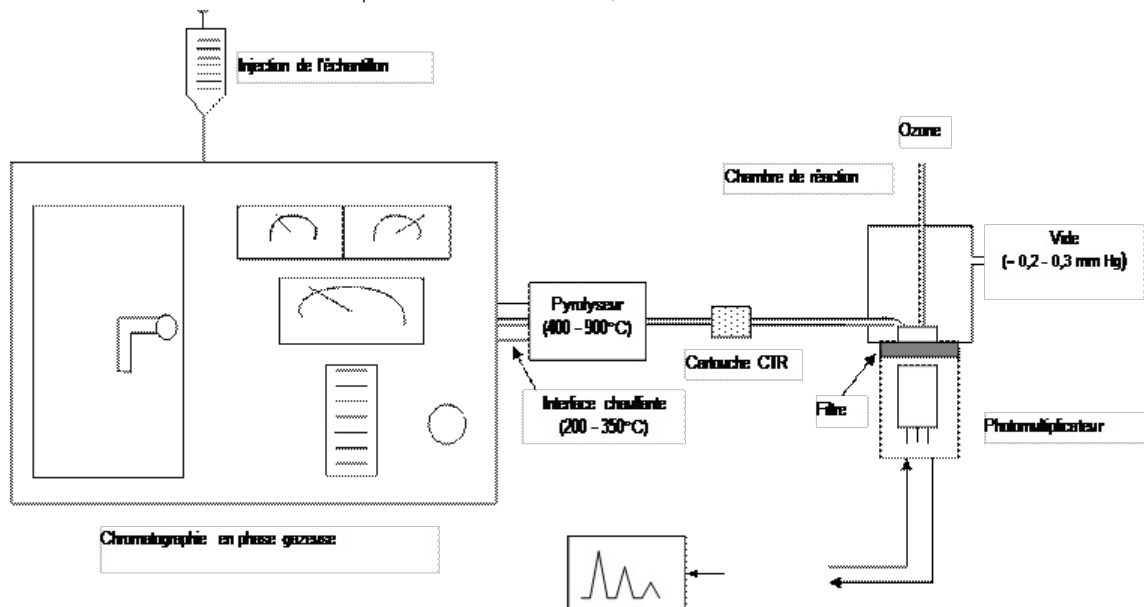
Temps de conservation

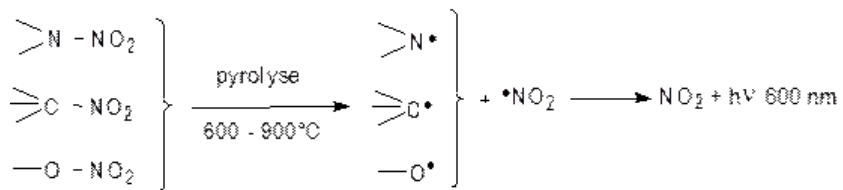
Temps 1 _____ 10 jour(s) à 23 °C

Taux de récupération T1	q1	q2
Kc1(%)	96,9	104
Kc2(%)	95,4	102,5
Kc3(%)	99,1	103,1
Kc Moyen(%)	97,1	103
Coefficient de variation (%)	1,6	0,6

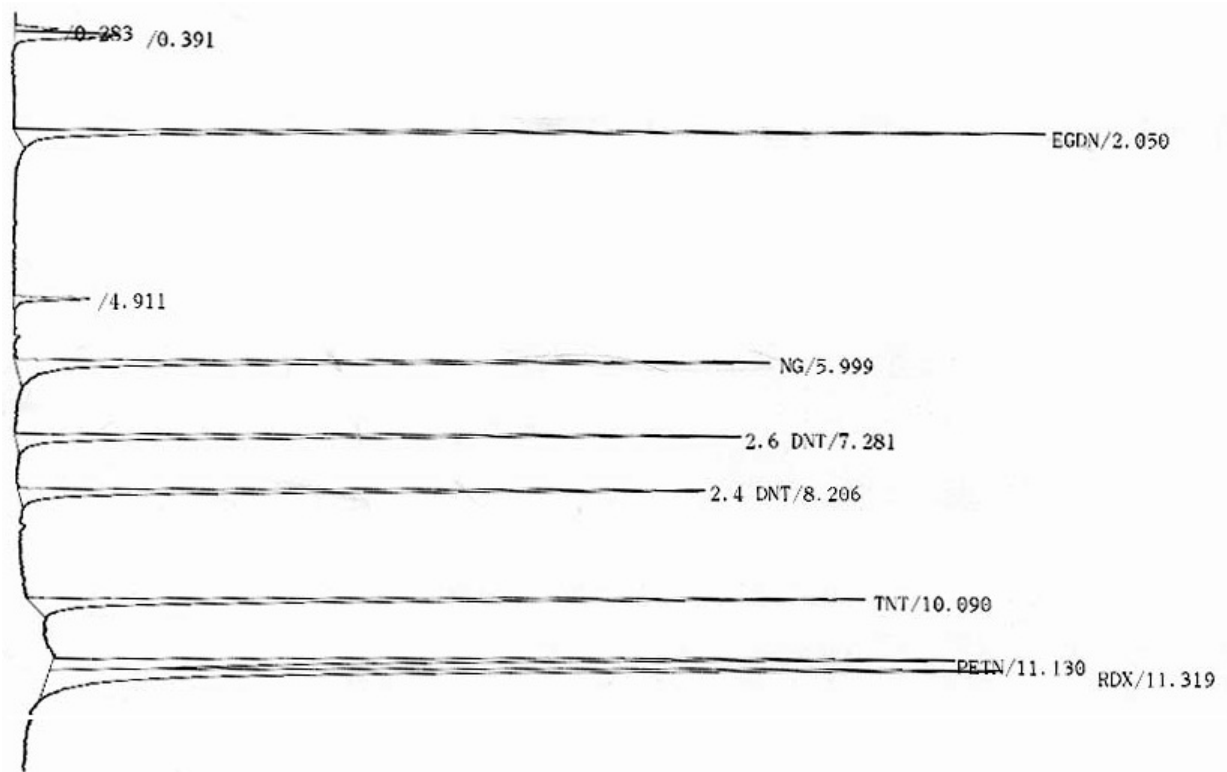
Informations complémentaires

Principe de fonctionnement du TEA, détection des dérivés nitrés





Chromatogramme du mélange des 8 explosifs nitrés



Variation de la réponse du détecteur en fonction de la température de pyrolyse

La réponse du détecteur est linéaire dans le domaine 10^{-12} ou 10^{-13} à 10^{-9} moles injectées (soit 15 à 150 pg pour EGDN par exemple). Elle est également très sensible et varie de $3 \cdot 10^{16}$ à $7 \cdot 10^{16}$ ues/mole (ues = unité électronique de surface).