

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ Nitroglycérine

Existe-t-il une VLEP ? \_\_\_\_\_ oui

VLEP 8h \_\_\_\_\_ 1 mg/m<sup>3</sup>

#### 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** <sup>1</sup>

<sup>1</sup> <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  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  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 ( $\mu\text{g}$ )	2,9	28	56
Conc air correspondante ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )	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/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 30 L prélevés

## q2

Niveau de charge 2 (q2) \_\_\_\_\_ 58 µg  
 Conc air \_\_\_\_\_ 1,9 mg/m<sup>3</sup>  
 pour \_\_\_\_\_ 30 L prélevés

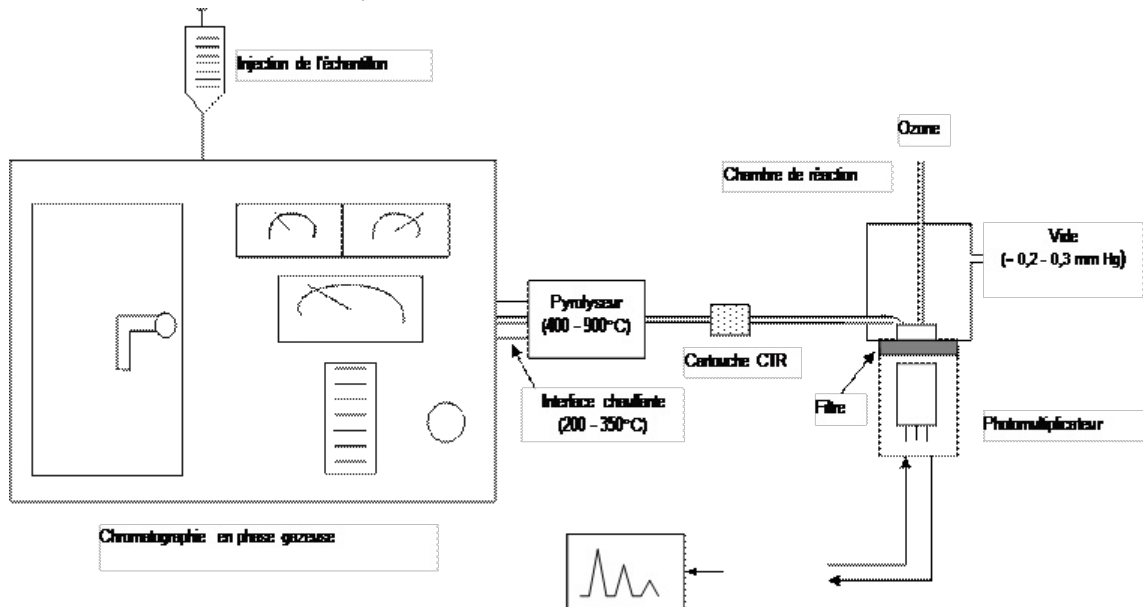
## Temps de conservation

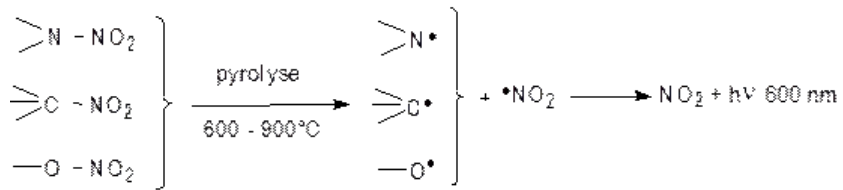
Temps 1 \_\_\_\_\_ 10 jour(s) à 23 °C

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

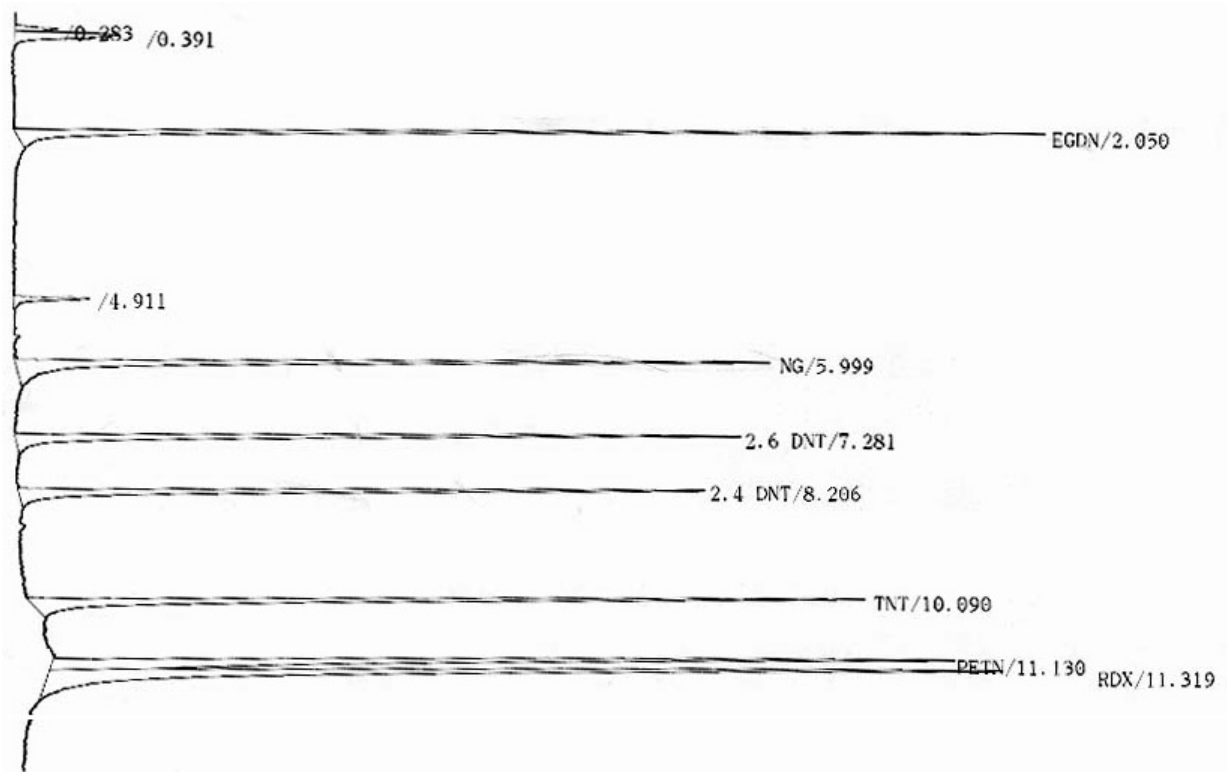
## Informations complémentaires

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).