

## Trichlorure d'azote (trichloramine) M-453

**Prélèvement :** Actif sur cassette avec filtres imprégnés

**Analyse :** spectrophotométrie UV

**Données de validation** \_\_\_\_\_ Validation complète

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-453

### Substances

#### Informations générales

Nom
Trichlorure d'azote

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire
Trichlorure d'azote	10025-85-1	$\text{NCl}_3$	120,36

Substance	données de validation
Trichlorure d'azote	Validation_358

#### Famille de substances

- CHLORAMINES

#### Principe et informations

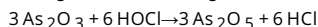
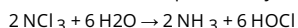
**Cette méthode permet la détermination sur site de la concentration en trichlorure d'azote, grâce à un spectrophotomètre portable.** Avec une LQ donnée par le fabricant du kit à 1 mg/L, cette méthode est moins sensible que la chromatographie ionique mais permet d'avoir une mesure rapide sur le terrain. Pour se faire, il faudra disposer d'un local exempt de pollution aux chlorures, et du matériel de laboratoire de base (type gants, pinces, flacons, eau ultra-pure...) et d'une glacière pour le kit de réactif si des prélèvements sont réalisés sur plusieurs jours.

Elle met en oeuvre uniquement le traitement des filtres imprégnés qui captent le trichlorure d'azote. Les cassettes doivent être précédées d'un tube de gel de silice imprégné d'acide sulfamique. En l'absence de tube, les filtres imprégnés sont précédés d'un filtre membrane en PVC ou PTFE (**méthode M-104**<sup>1</sup>)

<sup>1</sup> [https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL\\_104](https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_104)

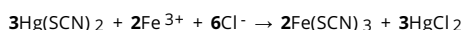
Les données de validation de cette méthode montrent une bonne corrélation entre les 2 techniques d'analyse utilisées, à savoir la chromatographie ionique et la spectrophotométrie UV. Toute la validation de la méthode de prélèvement du  $\text{NCl}_3$  se trouve dans les données de validation de la méthode M-104.

La formation respective des différents chloramines dépend du pH et du rapport chlore/azote. Les filtres imprégnés collectent la fraction de chloramines la plus volatile (trichlorure d'azote  $\text{NCl}_3$ ) avec une efficacité proche des 100 %. Le principe est basé sur la décomposition à pH élevé, grâce au carbonate de sodium, du  $\text{NCl}_3$  en ammoniac et hypochlorite. L'hypochlorite formé est ensuite réduit en chlorures par le trioxyde de diarsenic, selon les réactions :



L'analyse est réalisée par spectrophotométrie UV.

La réaction d'ions chlorure avec du thiocyanate de mercure donne du chlorure mercurique(II) peu dissocié, il y a simultanément libération d'une quantité équivalente d'ions thiocyanate qui forment avec des sels ferriques(III) du thiocyanate ferrique(III) selon la réaction :



Précautions particulières :

- Le trioxyde de diarsenic est un composé très toxique par ingestion, inhalation et contact cutané. Toutes précautions devront être prises lors de sa manipulation et son élimination pour limiter l'exposition au plus bas niveau possible.
- La manipulation des supports de collecte** à toutes les étapes, de l'imprégnation à l'extraction, doit être réalisée **avec un maximum de précautions**, avec utilisation de gants, pinces et dans un local exempt de pollution ou sous sorbonne, **pour éviter toute pollution**.

## Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique \_\_\_\_\_ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements \_\_\_\_\_ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement <sup>2</sup>

<sup>2</sup><https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif \_\_\_\_\_ cassette avec filtres imprégnés

Technique analytique \_\_\_\_\_ SPECTROPHOTOMETRIE

Détecteur \_\_\_\_\_ ULTRAVIOLET (UV)

## Domaine d'application

Substance	Quantité maximum sur le dispositif	Concentration maximum	Volume prélevé
Trichlorure d'azote	450 µg	1,05 mg/m <sup>3</sup>	480 L

## Liste des réactifs

- CARBONATE DE SODIUM
- ETALON CERTIFIE
- GLYCEROL
- KIT DE REACTIF LCK 311
- TRIOXYDE DE DIARSENIC

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire <sup>3</sup>

<sup>3</sup><https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

## Méthode de prélèvement

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise<sup>4</sup>

<sup>4</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf>

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série \_\_\_\_\_ 1

### Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ ■ CASSETTE 37 mm 3 pièces

Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ■ 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES

#### Préparation du substrat :

- Préparation de la solution d'imprégnation :

- Solubiliser **8 g de carbonate de sodium** dans de l'eau ultrapure . **Ajouter 0,8 g de trioxyde de diarsenic** et passer la solution **1 heure aux ultrasons** puis sous **agitation minimum 24h**. Cette étape permet une meilleure solubilisation de  $As_2O_3$  . La présence d'un léger trouble ou de petites particules non solubilisées peut subsister, le réactif étant en excès. Ajouter **4 mL de glycérol et compléter à 100 mL** avec de l'eau ultra pure.

Cette solution peut être conservée jusqu'à 1 an dans un local exempt de toute pollution.

- Imprégnation des filtres :

- Les filtres sont imprégnés avec 500 µL de solution d'imprégnation.

Le séchage est réalisé sous sorbonne pendant 24 h dans un local exempt de toute pollution. Les cassettes sont ensuite fermées et conservées dans ce local jusqu'à leur utilisation.

#### Commentaires, conseils, consignes :

Les 2 filtres imprégnés sont désorbés ensemble et analysés. La technique d'analyse étant moins sensible que la chromatographie ionique, le claquage n'est pas traité dans cette méthode, les cassettes peuvent donc être préparées avec 2 filtres imprégnés.

**Rappel : Les cassettes sont soit montées avec un filtre membrane PVC ou PTFE en amont des 2 filtres imprégnés (cas de l'utilisation de la cassette seule), soit précédées d'un tube de gel de silice imprégné d'acide sulfamique comme décrit dans la méthode M-104.**

### Conditions de prélèvement

Débit (L/min) \_\_\_\_\_ 1

Temps de prélèvement maximum \_\_\_\_\_ 8

### Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosols<sup>5</sup>

<sup>5</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette/metropol-prelevement-cassette.pdf>

## Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>6</sup>

<sup>6</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

### Préparation de l'analyse

**Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements** \_\_\_\_\_ 1 mois

**Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :**

Avant prélèvement :

La durée de conservation des filtres vierges imprégnés est fixée à 6 mois. L'absence d'interférent peut être vérifiée en traitant quelques filtres selon la méthode d'analyse habituellement utilisée au laboratoire.

Après prélèvement :

Les cassettes pourront être conservées 30 jours sans perte de polluant.

**Nombre d'étapes de préparation** \_\_\_\_\_ 1

**Commentaires sur les étapes :**

Cette étape décrit le traitement des filtres imprégnés. Les solutions d'extraction seront dosées par spectrophotométrie.

**Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :**

Les solutions de désorption des cassettes se conservent à température ambiante pendant 30 jours.

**1 étape de préparation :**

Étape de préparation n° 1

**Solvant ou solution** \_\_\_\_\_ ■ EAU ULTRAPURE

**Type de préparation** \_\_\_\_\_ ■ Extraction

**Volume** \_\_\_\_\_ 20 mL

**Ultrasons** \_\_\_\_\_ min

**Autres conditions de préparation :**

- Ouvrir la cassette pour récupérer les deux filtres imprégnés.
- Déposer les deux filtres imprégnés dans un même flacon.
- Introduire 20 mL d'eau ultrapure dans le flacon.
- Agiter manuellement les flacons.

Remarque : Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

**Filtration :**

Les solutions obtenues sont ensuite filtrées à l'aide de cartouche Millex (0,22 ou 0,45 µm) avant analyse.

**Commentaires :**

Rappel : Le filtre membrane en PTFE ou en PVC ou la cartouche de gel de silice utilisée ne sont pas pris en compte dans cette méthode.

**1 condition analytique :**

Condition analytique n° 1

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique \_\_\_\_\_ ■ SPECTROPHOTOMETRIE

Détecteur \_\_\_\_\_ ■ ULTRAVIOLET (UV)

**Commentaires, conseils ou conditions particulières :**

Longueur d'onde : 468 nm

Les échantillons sont analysés avec le kit LCK311 sur la gamme de mesure I : de 1 à 70 mg/L en Cl<sup>-</sup>.

Avant utilisation le kit doit être stocké entre 2 et 8°C. Pour la mesure, **sortir le kit au moins 4 heures avant utilisation pour le mettre à température ambiante** pour éviter des phénomènes de condensation sur les cuves. Si des analyses sont prévues sur une journée, le kit peut-être conservé la journée à température ambiante et remis au froid le soir.

Les détails de son utilisation résumés ci dessous sont détaillés dans la notice du kit.

- Pipetter 1 mL de solution échantillon à doser et l'ajouter dans une cuve (tube fourni avec le kit).
- Fermer la cuve et l'agiter plusieurs fois.
- Attendre 3 minutes, bien essuyer l'extérieur de la cuve.
- Insérer la cuve zéro fournie dans le kit dans l'appareil. Le code inscrit sur le tube permet une sélection automatique de la méthode.
- Appuyer sur Zéro. Une fois la mesure réalisée, retirer la cuve zéro. Insérer la cuve de l'échantillon et appuyer sur mesurer.

**Les cuves des échantillons doivent être analysées dans les 3 minutes après leur préparation**, au delà les valeurs seront fausses.

Les concentrations obtenues peuvent être vérifiées par ajouts dosés d'une solution étalon préparée à partir d'un étalon chlorure certifié à 1 g/L.

## Étalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

### Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants<sup>7</sup>

<sup>7</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Solvant de l'étalon \_\_\_\_\_ ■ EAU

**Commentaires :**

L'appareil est étalonné en usine, il n'est donc pas nécessaire de réaliser un étalonnage. Le résultat des mesures peut être vérifié par ajouts dosés d'une solution étalon certifiée en chlorure.

**Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :**

- La concentration en chlorure dans les échantillons est déterminée directement par l'appareil.
- La concentration du polluant dans l'atmosphère, exprimée en **NCl<sub>3</sub>**, est donnée par :

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = (C_{\text{Cl}^-} - C_b) \times \frac{v}{V} \times \frac{1}{3} \times \frac{PM_P}{PM_I}$$

avec :

C <sub>Cl<sup>-</sup></sub> (mg/L)	concentration de l'ion Cl <sup>-</sup> dans l'échantillon
C <sub>b</sub> (mg/L)	concentration moyenne de l'ion Cl <sup>-</sup> dans les blancs de laboratoire
v (mL)	volume de reprise des échantillons
PM <sub>P</sub> (g/mol)	masse molaire du polluant, ici trichlorure d'azote (120,5 g/mol)
PM <sub>I</sub> (g/mol)	masse molaire de l'ion, ici Cl <sup>-</sup> (35,5 g/mol)
V (L)	volume d'air prélevé
1/3	rapport entre le nombre de moles Cl <sup>-</sup> dosées et le nombre de moles NCl <sub>3</sub> effectivement présentes sur les filtres

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>8</sup>

<sup>8</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

## Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-453 V01	Septembre 2023	Création