

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Trichlorure d'azote	10025-85-1

Préparation de l'analyse

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.

Les tubes de gel de silice imprégné peuvent être conservés également 6 mois (sous réserve de vérification du potentiel oxydant du gel en réalisant une mesure du gel de silice dans l'acide sulfamique par potentiométrie (pollution possible lors du stockage)).

■ Après prélèvement :

Les tubes devront être désorbés le jour du prélèvement et analysés dans les 10 jours.

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

Séparation des dispositifs _____ oui

Séparation des plages _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

La première étape décrit le traitement des tubes. Les solutions seront dosées par potentiométrie.

La deuxième étape décrit le traitement des cassettes. Les solutions d'extraction seront dosées par chromatographie ionique.

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

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

2 étapes de préparation :

Etape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ ACIDE SULFAMIQUE

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 10 mL

Autres conditions de préparation :

- Après prélèvement, les plages de gel de silice sont désorbées séparément dans 10 mL de solution d'acide sulfamique à 1 g/L.
- Ajouter 0,1 mL de solution d'iodure de potassium (KI) 0,5 M.
- Laisser agir pendant environ 2 minutes.
- Ajouter ensuite 1 mL de solution tampon pH = 4,5 (acétate de sodium 1,8 M, acide acétique 6,4 M).
- Les solutions obtenues sont ensuite dosées par potentiométrie.
- **Effectuer les mesures potentiométriques dans les 30 minutes suivant l'ajout du tampon.**

Commentaires :

Remarque

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

Etape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ EAU
 ELUANT

Type de préparation _____ Extraction

Volume _____ 20 mL

Ultrasons _____ 10 min

Autres conditions de préparation :

- Ouvrir la cassette pour récupérer chaque filtre imprégné.
- Déposer les deux premiers filtres imprégnés dans un flacon. Le dernier filtre est placé seul dans un autre flacon pour évaluer un éventuel claquage lors du prélèvement.
- Introduire 20 mL de solution adaptée (eau ou éluant) dans le flacon avec les 2 filtres et 10 mL pour le filtre seul.
- Soumettre les flacons aux ultrasons pendant 10 minutes (ou agitation mécanique pendant 30 minutes).

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

Filtration :

Les solutions obtenues sont ensuite filtrées avant analyse.

Description

Analyse de la fraction particulaire uniquement si utilisation de la cassette seule et pour le dosage des composés chlorés sous forme de sels, le trichlorure d'azote n'est pas retenu sur ce filtre.

Condition analytique n°

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation 2.

Technique analytique _____ POTENTIOMETRIE

Détecteur _____ ELECTRODE SPECIFIQUE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Analyse par potentiométrie

Les réactions mises en jeu en milieu acide et en présence d'iodure de potassium sont les suivantes :

$IO_3^- + 5 I^- + 3 H_2O \rightarrow 3 I_2 + 6 OH^-$	(1) pour les étalons
$Cl_2 + 2 I^- \rightarrow 2 Cl^- + I_2$	(2) pour les tubes désorbés

(1) : n moles de IO_3^- + 5n moles de I^- (provenant du KI) libèrent 3n moles de I_2 .

(2) : l'iodure réagit complètement avec le chlore pour former de l'iode, n moles de Cl_2 donnent n moles de I_2 .

La méthode consiste à mesurer l'iode libéré par potentiométrie à l'électrode spécifique chlore résiduel.

D'après (1) et (2), n moles Cl_2 (présentes dans les solutions désorbées) équivalent à (n/3) moles IO_3^- (étalons), comme :

masse molaire $M(Cl_2) = 71$ g/mol,

masse molaire $M(KIO_3) = 214$ g/mol,

Une quantité m (exprimée en mg/L) de KIO_3 donne la même réponse potentiométrique que la même quantité m (en mg/L) de Cl_2 . L'étalonnage effectué à l'aide de KIO_3 permet donc d'établir une courbe d'étalonnage directement exprimée en Cl_2 .

Condition analytique n°

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

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ COLONNE A SUPPRESSION
 ECHANGEUSE D'IONS

Détecteur _____ CONDUCTIMETRIE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Autres méthodes utilisables pour le dosage des solutions de désorption des filtres :

Chromatographie ionique sans suppression, détection conductimétrique ou électrophorèse capillaire (**Voir les méthodes d'analyse des Anions minéraux**).

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 polluants¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

Tubes de gel de silice par potentiométrie :

L'étalonnage effectué à l'aide de KIO_3 permet d'établir une courbe d'étalonnage directement exprimée en Cl_2 .

- Préparer une solution-mère à 1 g/L de KIO_3 dans l'acide sulfamique (soit 0,1 g de KIO_3 dans 100 mL d'acide sulfamique à 1 g/L). Les solutions étalon de KIO_3 doivent être préparées le jour de l'analyse.
- Préparer une solution à 100 mg/L de KIO_3 par dilution de cette solution-mère au 1/10 (10 mL/100 mL d'eau).
- Préparer une gamme d'étalonnage (par exemple de 1 à 20 mg/L en KIO_3) par dilutions de la solution à 100 mg/L (par exemple 0,1- 0,5- 1- 1,5 et 2 mL dans 10 mL d'acide sulfamique (1 g/L)).
- Ajouter dans chacun des étalons une mesure de gel de silice imprégné, équivalent à la quantité dans un tube, puis 0,1 mL de KI (0,5 M), agiter et, 2 minutes plus tard, 1 mL de solution tampon pH 4,5.
- Effectuer les mesures potentiométriques dans les 30 minutes suivant l'ajout du tampon.

Filtrés imprégnés par chromatographie :

Les réactions d'oxydo-réduction mises en jeu en milieu alcalin sur les filtres imprégnés (décrite dans le principe) montre que la méthode consiste en final à doser les chlorures.

Une gamme d'étalons est préparée, dans la même matrice, par dilution dans de l'eau, de la solution étalon de chlorure à 1 g/L.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Cas des tubes de gel de silice : potentiométrie

- La concentration C exprimée en équivalent-chlore sera :
 - soit calculée à partir de la formule donnée sur le manuel d'instructions fourni avec les électrodes utilisées,
 - soit déterminée sur une courbe d'étalonnage $E = f(\log C)$ établie à l'aide des solutions étalon.
- La concentration, dans l'atmosphère, en **composés dérivés du chlore (autres que NCl_3)** est donnée par :

$$C (\text{mg} / \text{m}^3) = (C_{\text{Cl}_2} - C_b) \times \frac{V}{v}$$

avec :

C_{Cl_2} (mg/L)	concentration de l'échantillon en équivalent-chlore
C_b (mg/L)	concentration moyenne des blancs de laboratoire en équivalent-chlore
V (L)	volume d'air prélevé
v (mL)	volume de reprise des échantillons

Cas des filtres : analyse chromatographique

- La concentration des échantillons est déterminée sur la courbe d'étalonnage.
- La concentration du polluant dans l'atmosphère, exprimée en **NCl_3** , est donnée par :

$$C (\text{mg} / \text{m}^3) = (C_{\text{Cl}_2} - C_b) \times \frac{V}{V'} \times \frac{1}{3} \times \frac{PM_P}{PM_I}$$

avec :

C_{Cl^-} (mg/L)	concentration de l'ion Cl^- dans l'échantillon
C_b (mg/L)	concentration moyenne de l'ion Cl^- dans les blancs de laboratoire
v (mL)	volume de reprise des échantillons
PM_P (g/mol)	masse molaire du polluant, ici trichlorure d'azote (120,5 g/mol)
PM_I (g/mol)	masse molaire de l'ion, ici Cl^- (35,5 g/mol)
V (L)	volume d'air prélevé
1/3	rapport entre le nombre de moles Cl^- dosées et le nombre de moles NCl_3 effectivement présentes sur les filtres

Calcul de la concentration atmosphérique²

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :