

## Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_453	Trichlorure d'azote (trichloramine) M-453

### Données de validation principales

#### Généralités

Essais de validation réalisés entre 2020 et 2023.

**Ces essais de validation détaillent uniquement la comparaison des 2 méthodes d'analyse (spectrophotométrie et chromatographie ionique).** Pour voir la totalité de la validation de la méthode se référer aux données de validation de la **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)

Rappel : **L'ANSES recommande de ne pas dépasser 0,3 mg/m<sup>3</sup> pour le trichlorure d'azote.**

Substance \_\_\_\_\_ Trichlorure d'azote

#### Dispositif de prélèvement :

Les prélèvements sont réalisés sur le dispositif complet comprenant une cartouche de gel de silice imprégné d'acide sulfamique et une cassette 37 mm contenant 2 filtres imprégnés.

Rappel imprégnation des filtres :

- 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  $As_2O_3$  . Le réactif étant en excès la présence d'un léger trouble ou de petites particules non solubilisées peut subsister. Ajouter **4 mL de glycérol et compléter à 100 mL** avec de l'eau ultra pure.

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.

Lors des essais de génération une cartouche avec seulement une plage de gel de silice imprégné d'acide sulfamique est placée juste avant la cassette pour s'assurer que seul le  $NCl_3$  est prélevé sur les filtres imprégnés. Ces cartouches ne sont pas analysées.

### Informations complémentaires

#### Comparaison analyse par chromatographie ionique et spectrophotométrie

Appareils utilisés :

- Spectrophotomètre UV-visible Hach Lange DR6000

- Kit de réactifs utilisés : LCK 311 - Test en cuve pour le Chlorure 1 - 70 mg/L

- Méthode utilisée : 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).

- Longueur d'onde pour mesure colorimétrique : 468 nm

- Composition des réactifs : Méthanol, Acide Nitrique 6 %, Thiocyanate de Mercure (II)

- Interférences spectrophotométrique :

Niveau d'interférence	Substance interférente
1 000 mg/L	$SO_4^{2-}$ , $NO_3^-$
50 mg/L	$Pb^{2+}$ , $Zn^{2+}$ , $Ni^{2+}$ , $Cu^{2+}$ , $Cr^{3+}$ , $Cr^{6+}$
10 mg/L	$Cd^{2+}$
0.4 mg/L	$CN^-$ , $S^{2-}$

- Limite de quantification : 1 mg/L de  $Cl^-$

- Mesure d'un blanc : 0,47 mg/L de  $Cl^-$  (Valeur inférieure à LQ)

- Ajout de 4 mg/L de  $Cl^-$  à cet échantillon de blanc : 4,41 mg/L de  $Cl^-$

- Chromatographie ionique avec suppression électrolytique :

Deux systèmes de chromatographie ionique ont été utilisés, ICS 3000 et ICS 6000. Les conditions d'analyse sont détaillées dans les données de validation de la méthode M-104.

#### Résumés des essais réalisés :

Le dispositif de prélèvement retenu est la cassette avec deux filtres imprégnés précédée d'un tube de gel de silice qui ne sera pas traité, ce support ne retenant pas  $NCl_3$ .

Les filtres ont été désorbés ensemble dans 20 mL d'eau. La solution de désorption a été filtrée à l'aide de cartouche Millex (0,22 ou 0,45 µm). Le dosage est réalisé en spectrophotométrie UV. Ces mêmes échantillons ont ensuite été dosés à nouveau en chromatographie ionique selon la méthode MétroPol M-104. Des blancs de terrain et blancs de laboratoire ont été traités comme les échantillons prélevés.

#### Essais réalisés en laboratoire, sur banc de génération :

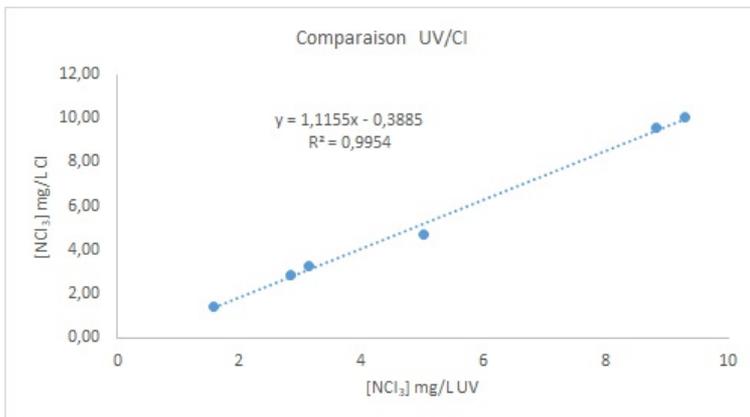
Les analyses ont été réalisées sur des échantillons générés sur le banc de génération, prélevés sur cassette contenant des filtres imprégnés avec glycérol. Même si la chromatographie est plus sensible, la spectrophotométrie permet d'avoir un résultat plus rapide si les concentrations sont supérieures à la LQ.

Echantillon	Analyses Spectrophotométrique C (mg/L)	Analyse Chromatographique C (mg/L)
1	2,83	2,83
2	3,14	3,13
3	9,28	10,45
4	8,83	9,94
5	1,58	1,63
6	5,02	4,91

La méthode de spectrophotométrie est vérifiée par ajouts dosés :

Echantillon	Valeur initiale (mg/L de Cl <sup>-</sup> )	Ajout (mg/L de Cl <sup>-</sup> )	Valeur finale (mg/L de Cl <sup>-</sup> )
1	2,36	2,00	4,43
2	2,20	6,00	8,37

Corrélation obtenue :

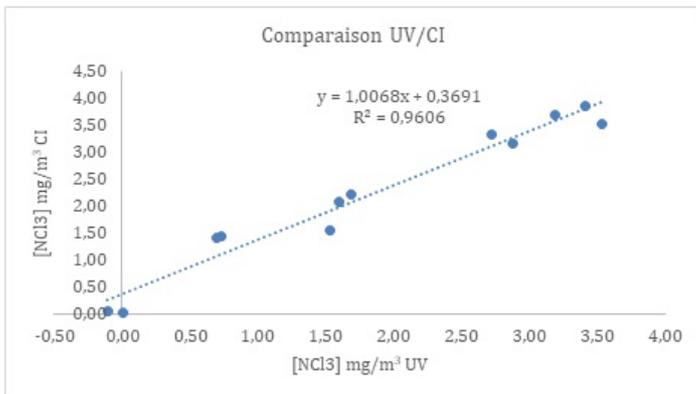


Conclusion :

Bonne corrélation entre les deux techniques d'analyse.

#### Essais réalisés sur le terrain, en piscine :

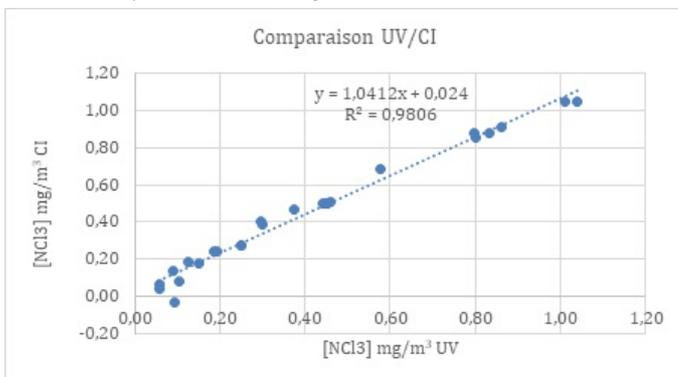
Ces premiers tests ont été réalisés sur des concentrations comprises entre 0 et 3,9 mg/m<sup>3</sup>. Les prélèvements ont été réalisés dans la zone technique d'une piscine.



Conclusion :

Malgré des concentrations fortes, la corrélation obtenue entre les 2 techniques est correcte.

Des essais complémentaires avec des prélèvements en piscine et des générations sur banc de génération ont été réalisés pour avoir plus de points proche de la valeur recommandée par L'ANSES de 0,3 mg/m<sup>3</sup>.



Conclusion :

Sur la gamme de concentration de 0 à 1 mg/m<sup>3</sup>, une bonne corrélation des 2 méthodes d'analyse est observée.