

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance	Dioxyde de chlore
Existe-t-il une VLEP ?	oui
VLEP 8h	0,3 mg/m ³
Existe-t-il une VLCT ?	oui
VLCT	0,8 mg/m ³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais, mais peuvent être différentes aujourd'hui. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED984**¹.

¹ <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20984>

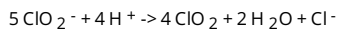
Dispositif de prélèvement :

Informations complémentaires

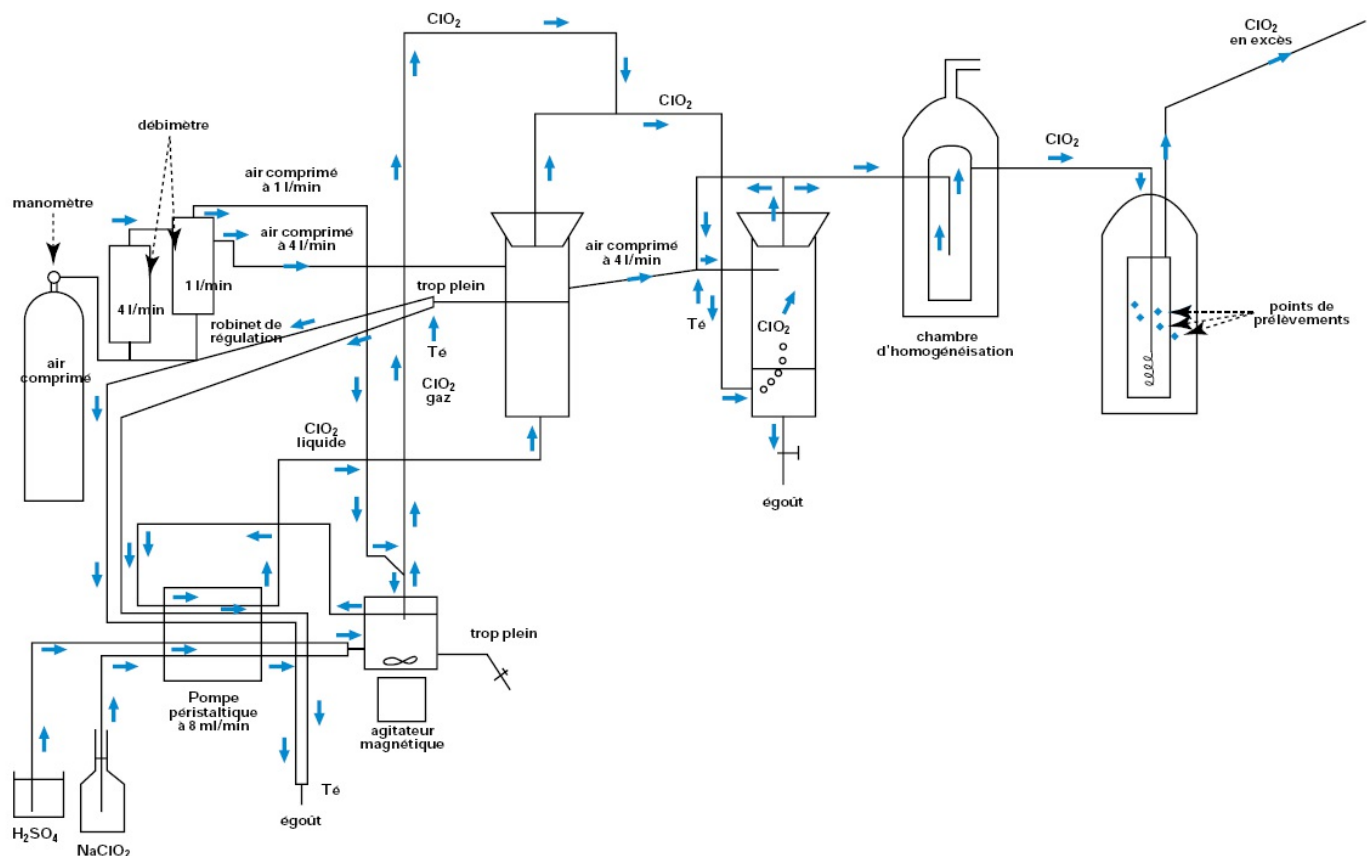
- 1- Schéma du dispositif de génération contrôlée pour la validation de la méthode.
- 2- données de validation.
- 3- Prélèvement de dioxyde de chlore en présence d'autres dérivés chlorés.

1- Schéma du dispositif de génération contrôlée pour la validation de la méthode.

Le dioxyde de chlore peut-être libérer par acidification d'un chlorite selon la réaction :



Le bac de génération ci dessous décrit le montage utilisé pour générer des quantités contrôlées de ClO₂.



L'acide utilisé est l'acide sulfurique.

2- Données de validation

Ces essais ont été réalisés sur le banc décrit ci dessus.

2.1-essais de conservation

Les générations ont été effectuées à partir d'une solution de ClO₂ à 0.2 g/L avec H₂SO₄ concentré à 0.4 mL/L.

Conservation des filtres à température ambiante

Nombre de jours	Quantité sur support (µg)				
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5
J	3,75	4,425	5,175	5,4	5,7
J+3	3,3	4,35	4,275	4,275	4,8
J+10	1,65	3,6	2,85	4,5	5,1
J+25	0	0	0	0	0

Conservation des solutions de désorption à température ambiante

Nombre de jours	Quantité sur support (µg)					
	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Essai 6
J	5,85	5,175	5,775	5,475	5,925	6,3
J+3	5,325	5,55	5,925	5,625	5,7	6,3
J+10	5,175	5,55	5,85	5,1	5,175	5,625
J+25	6,225	5,55	5,625	5,475	6	6,825

Conclusion

Il est donc impératif de désorber les filtres immédiatement après les prélèvements. Les solutions de désorption pourront être conservées pendant 3 à 4 semaines.

2.2- essais de saturation :

Les générations ont été effectuées à partir d'une solution de ClO₂ à 2 g/L avec H₂SO₄ concentré à 3 mL/L.

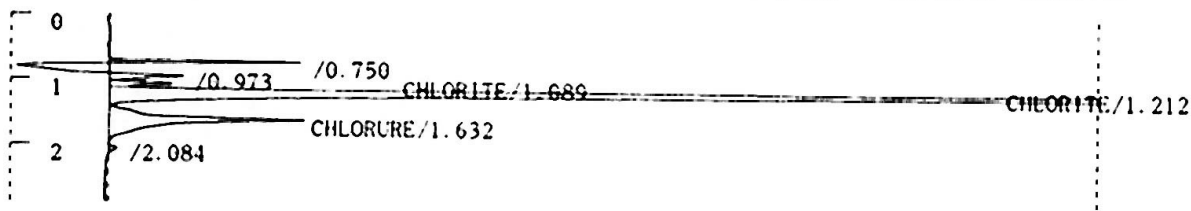
Des essais de saturation ont été réalisés par association de trois filtres imprégnés montés en série avec des prélèvements de 6 heures à 1 L/min. Les trois filtres ont été ensuite analysés. une quantité de l'ordre de 3,5 mg de dioxyde de chlore (ClO₂) a été retenue sur le filtre placé en amont du montage sans le saturer. Ceci correspond à une concentration de l'ordre de 9 mg/m³ pour 360 L prélevés.

2.3- exemple de conditions chromatographiques :

- Précolonne : AG9-SC.
- Colonne : AS9-SC.
- Colonne de suppression : ASRS-1 utilisée en mode externe.
- Éluant : 1,8 mM Na₂CO₃ + 1,7 mM NaHCO₃ à 1,5 mL/min.
- Régénérant : H₂SO₄ 0,0025 N ou 0,5 N, débit : 2 mL/min.
- Sensibilité 30µS. Gamme d'étalonnage de 0,5 à 4 mg/L de ClO₂.

Le chromatogramme ci-dessous correspond à l'analyse d'un filtre prélevé en entreprise et montre bien la séparation du dioxyde de chlore et des chlorures.

CLO2 F1 TRI 10' PENTE : 7800 uV/min BRUIT DE FOND : 1010 uV
 C-R4A CHROMATOPAC CH=1 REPORT No. =33 CHROMATOGRAM=2:CLO2.C55 95/06/01 13:10:58



Temps de rétention :

1,212 min -> Chlorite (ClO_2^-)

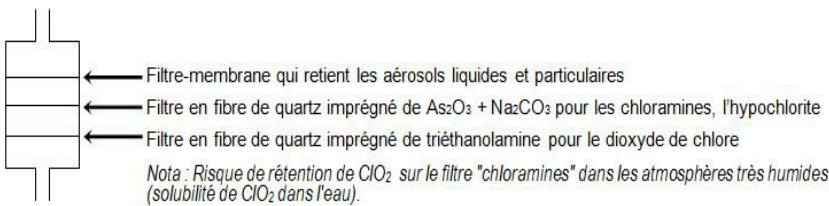
1,632 min -> Chlorure (Cl^-)

3- Prélèvement de dioxyde de chlore en présence d'autres dérivés chlorés.

Le prélèvement simultané du dioxyde de chlore et d'autres composés chlorés présents dans les ateliers est possible par association de pièges spécifiques. Deux exemples sont donnés ci-dessous.

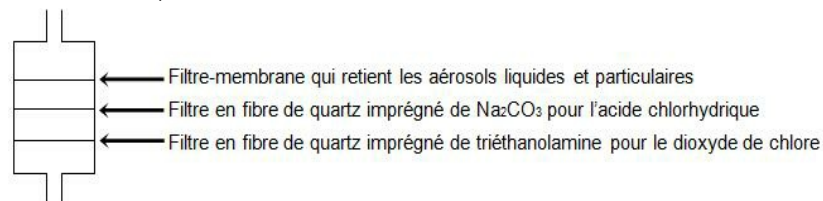
3.1- Prélèvements de dioxyde de chlore en présence de chloramines, hypochlorite

(cf. trichlorure d'azote et autres composés chlorés)



3.2- Prélèvements de dioxyde de chlore en présence d'acide chlorhydrique

(cf. anions minéraux)



Solutions écartées

1- Choix du support de prélèvement

1- Choix du support de prélèvement

De nombreux supports de prélèvement ont été testés en utilisant le système de génération décrit dans les données complémentaire en plaçant derrière chaque cassette porte-filtre un barboteur contenant une solution de KI 0.2N dans lequel le dioxyde de chlore non retenu oxyde l'iodure incolore en iode brun.

Les supports de collecte testés sont :

- filtre papier Durieux bande grise lavé et imprégné de Na_2CO_3 à 10 %
- filtre en fibre de quartz Whatman non imprégné
- filtre en fibre de quartz Whatman imprégné de soude 400 g/L
- filtre en fibre de quartz Whatman imprégné de $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{AS}_2\text{O}_3$ en présence de glycérol

Les tests ont permis de montrer qu'aucun de ces supports ne retenaient le ClO_2 , la solution du barboteur se colorant systématiquement.

Pour sa simplicité d'imprégnation, le filtre en fibre de quartz a été retenu pour la suite des essais.

Plusieurs autres solutions d'imprégnation ont été testées :

- solution d'éthylènediamine : non retenu car pic interférent lors de l'analyse.
- solution de diéthanolamine : non retenu car la diéthanolamine est solide compact peu commode d'emploi.
- imprégnation avec une solution d'iodure de potassium : non retenue car rendement moins bon qu'avec triéthanolamine.

Solutions retenues :

- imprégnation avec la triéthanolamine comme décrite dans la méthode de prélèvement.