

Anhydride sulfureux M-155

Prélèvement : Actif sur cassette avec filtres imprégnés

Analyse : électrophorèse capillaire

Données de validation _____ Validation non disponible

Numéro de la méthode _____ M-155

Ancien numéro de fiche _____ 008

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Anhydride sulfureux	FT Anhydride sulfureux

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Anhydride sulfureux	7446-09-5	SO ₂	64,06	Dioxyde de soufre

Substance
Anhydride sulfureux

Famille de substances

- ANIONS MINÉRAUX

Principe et informations

Les particules éventuellement présentes dans l'aérosol sont collectées sur un premier filtre (en général une membrane de faible porosité) et l'anhydride sulfureux gazeux est recueilli sur le second filtre imprégné d'hydroxyde de potassium. À la désorption, l'anhydride sulfureux est oxydé en sulfates qui sont alors dosés par chromatographie ionique ou électrophorèse capillaire.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement ¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ cassette avec filtres imprégnés

Technique analytique _____ ELECTROPHORESE CAPILLAIRE

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ ULTRAVIOLET (UV)

Domaine d'application

Substance
Anhydride sulfureux

Liste des réactifs

- ACIDE BORIQUE
- ACIDE TRIFLUOROACETIQUE
- CHROMATE DE SODIUM TETRAHYDRATE
- EAU OXYGENEE
- EAU
- HYDROXYDE DE POTASSIUM
- MODIFICATEUR DE FLUX ELECTROSMOTIQUE
- SOLUTION ETALON 1g/L

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

²<http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosols³

³ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette.pdf>

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

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CASSETTE 37 mm 3 pièces

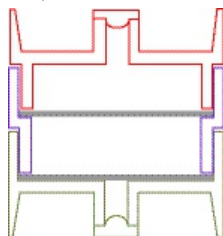
Support ou substrat de collecte _____ ■ FILTRE FIBRE DE QUARTZ IMPREGNE
■ MEMBRANE inf 1 µm
■ TAMPON EN CELLULOSE

Préparation du substrat :

Imprégner les filtres en fibre de quartz avec une solution à 9,6 g d' **Hydroxyde de potassium** pour 100 mL d'eau, soit en les trempant soit en déposant 500 µL de solution. Faire sécher à l'étuve à 50°C.

Commentaires, conseils, consignes :

Le filtre en fibre de quartz imprégné est déposé au fond de la cassette et la membrane sur la pièce intermédiaire juste au dessus du tampon de cellulose.



Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 1

15 minutes (VLEP-CT possible dans ces conditions) _____ oui

Temps de prélèvement maximum _____ 8

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 1 à 3 L/min

Compléments

Les filtres imprégnés peuvent être conservés 3 mois avant utilisation.

Si l'analyse des métaux est souhaitée conjointement avec SO₂, le filtre membrane et le tampon peut être remplacé par un filtre en fibre de quartz vierge.

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁵

⁵ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse

Nombre d'étapes de préparation _____ 3

Commentaires sur les étapes :

- La première étape décrit la désorption des supports de collecte.
 Les désorbats des filtres imprégnés nécessitent un traitement particulier.
 Deux traitements sont possible :
 - soit le traitement sur résine H⁺
 - soit l'ajout d'acide trifluoroacétique.
 La deuxième étape décrit donc le traitement des solutions de désorption sur résine H⁺.
 La troisième étape décrit le traitement à l'acide trifluoroacétique.

3 étapes de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____
 ■ EAU OXYGENEE
 ■ EAU
 ■ ELUANT

Type de préparation _____ ■ Désorption

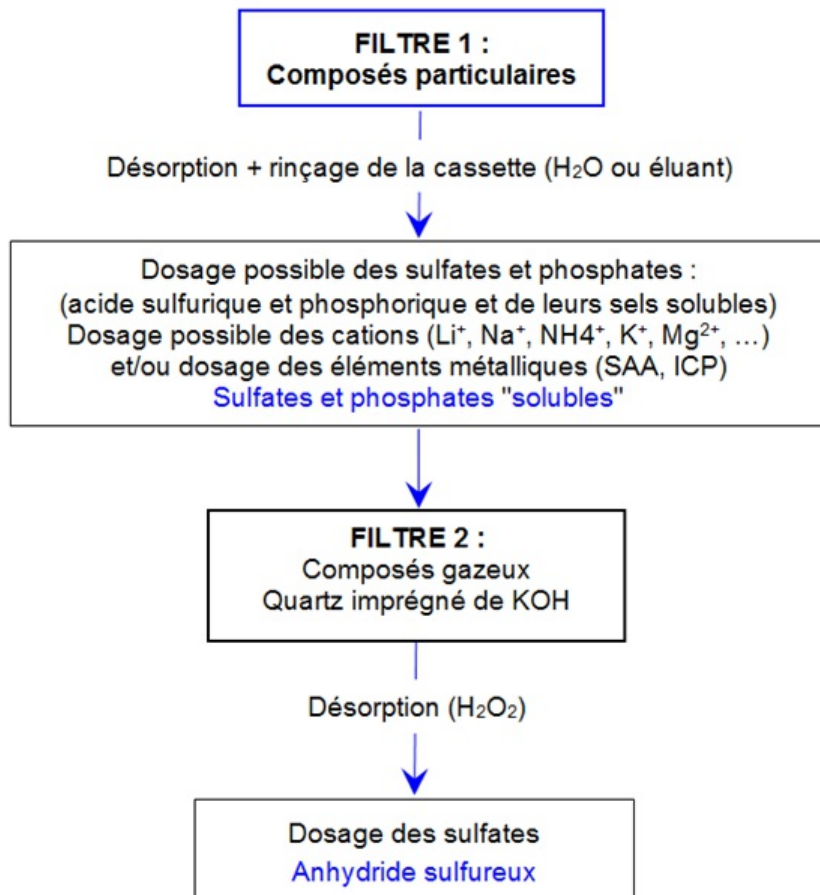
Volume _____ 10mL

Ultrasons _____ 5min

Autres conditions de préparation :

- Après ouverture de la cassette, écarter les filtres membranes et déposer les filtres imprégnés utilisés au fond de béciers ou flacons (50 mL par exemple). Recouvrir chaque filtre de 5 à 20 mL d'eau (ou de l'éluant utilisé pour l'analyse chromatographique) et 200 µL d'H₂O₂.
- Soumettre les béciers (ou flacons) à agitation mécanique pendant environ 30 minutes ou aux ultrasons pendant 5 à 10 minutes.
- Les filtres membranes peuvent être utilisés pour le prélèvement et l'analyse des acides sulfurique, phosphorique et de leurs sels (voir schéma dans la partie Commentaires ci-dessous)

Commentaires :



Etape de préparation n° 2

Solvant ou solution _____ ■ EAU

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 5mL

Autres conditions de préparation :

Traitement sur résine H⁺

Première méthode

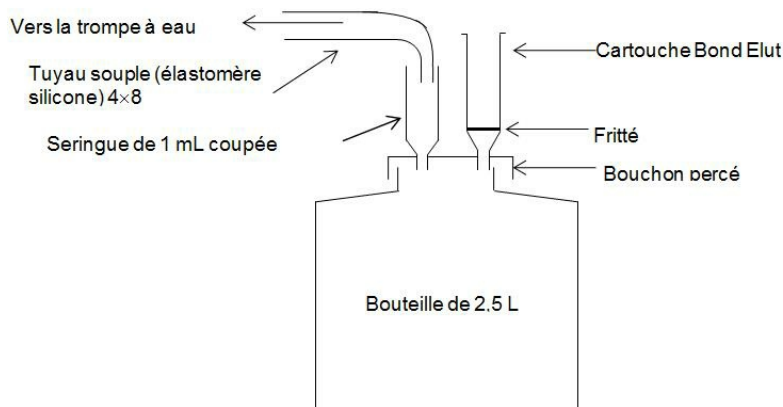
■ Préparation de la résine H⁺

Juste avant l'analyse :

- préparer le montage n° 1 ou utiliser le dispositif d'extraction liquide/solide vendu dans le commerce,
- placer une ou de(s) cartouche(s) vide(s) munie(s) d'un fritté sur le dispositif,
- relier le dispositif à la trompe à eau,
- mettre en place la trompe à eau de façon à créer un vide modéré (5 à 7 cm Hg),
- rincer chaque cartouche avec de l'eau,
- verser dans chaque cartouche, au moyen d'une pipette automatique, 1,5 mL d'une solution aqueuse de résine échangeuse de cations soit environ 500 mg de résine,
- mettre en place un fritté, préalablement rincé avec de l'eau, à la partie supérieure de la cartouche ; tasser avec un agitateur en verre,
- placer sur la cartouche un adaptateur et une cartouche vide de 15 mL,
- rincer avec un grand volume d'eau (50 mL par exemple),
- sécher la résine après le dernier rinçage en appliquant un vide plus poussé.

La cartouche est prête à l'emploi.

montage 1

Préparation de la cartouche de résine H⁺

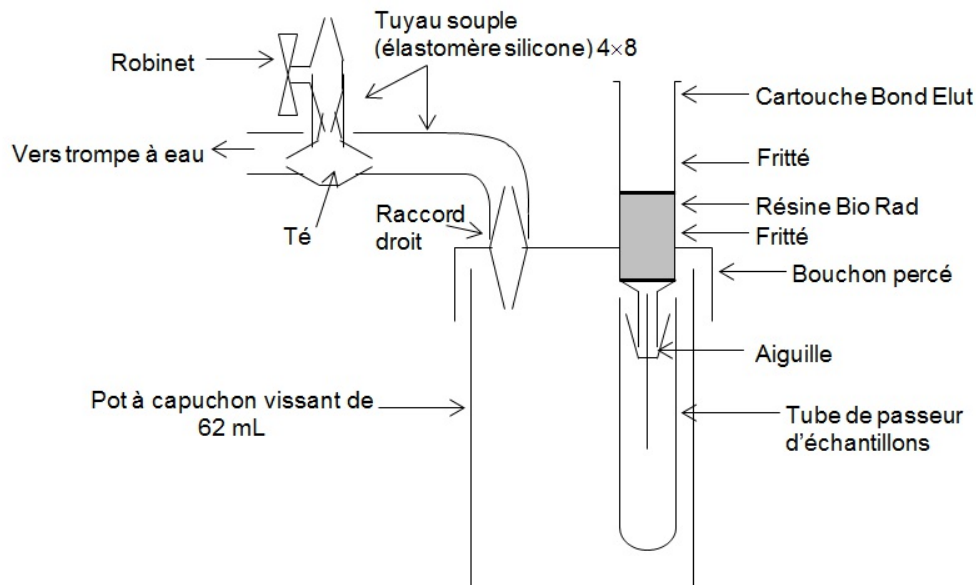
■ Traitement de l'échantillon

Juste avant l'analyse :

- préparer le montage n° 2 ou un dispositif équivalent,
- prélever 5 mL de désorbat,
- le faire passer sur la résine goutte à goutte en réglant le débit de la trompe à eau,
- recueillir la solution à analyser dans un tube du passeur d'échantillon.

montage 2

Traitement des échantillons



Deuxième méthode

■ Lavage préalable de la résine :

- faire passer 2 L d'eau sur environ 10 g de résine placés sur un système de filtration sur fritté avec filtre de cellulose,
- sécher sous vide.

■ Préparation de la suspension aqueuse de résine :

- la suspension est préparée avec un mélange 50/50 en masse d'eau et de résine fraîchement lavée,
- la suspension est maintenue en agitation par un barreau aimanté et prélevée à l'aide d'une micropipette à embout jetable.

■ Traitement des désorbats des filtres imprégnés :

- prélever 2,5 mL de désorbat (décanté 1 à 2 heures afin d'éviter l'entraînement de particules solides),
- ajouter 1 mL de suspension de résine H+ dans l'eau.

Ce traitement correspond à un ajout de 0,5 mL d'eau (dont on tiendra compte soit en appliquant dans les calculs un facteur de dilution, soit en faisant subir le même traitement aux solutions d'étalonnage).

Etape de préparation n° 3

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ ACIDE TRIFLUOROACETIQUE

Type de préparation _____ ■ Concentration

Autres conditions de préparation :

Traitement à l'acide trifluoroacétique

- Mesurer le pH de la solution de désorption des filtres servant de blancs de laboratoire à l'aide d'une électrode combinée de pH.
- Compter le nombre de gouttes d'acide trifluoroacétique nécessaires pour ramener le pH entre 7 et 8.
- Ajouter ce même nombre de gouttes d'acide aux désorbats de filtres prélevés, aux blancs de terrain et de laboratoire et aux solutions d'étalonnage.

Commentaires :

Se souvenir **qu'au contact de l'eau l'acide trifluoroacétique forme de l'acide fluorhydrique. Lors de son utilisation prendre toutes les précautions décrites pour la manipulation d'acide fluorhydrique qui présente un danger spécifique important. En particulier, s'assurer de la présence à proximité de l'opérateur de gel au gluconate de calcium.** En cas de contact accidentel, effectuer un rinçage abondant à l'eau et traiter immédiatement la peau avec du gel au gluconate de calcium avant l'apparition de la douleur.

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 _____	▪ ELECTROPHORESE CAPILLAIRE
Injecteur _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne _____	▪ SPECIFIQUE
Détecteur _____	▪ ULTRAVIOLET (UV)

Etalonnage 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 polluants⁶

⁶<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-et-alonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

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

Commentaires :

Réaliser des étalons à partir de substance de référence, commerciales ou synthétisées en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons

Préparer une gamme d'étalonnage, dans la même matrice que les échantillons (ne pas oublier le filtre imprégné),

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La concentration des échantillons est déterminée sur la courbe d'étalonnage.

La concentration du polluant dans l'atmosphère est donnée par :

$$C \text{ (mg / m}^3\text{)} = (C(\text{SO}_4^{2-}) - C_b) \times \frac{v}{V} \times \frac{\text{PM}_p}{\text{PM}_i}$$

avec

C(SO ₄ ²⁻) (mg/L)	: concentration de l'ion dans l'échantillon
C _b (mg/L)	: moyenne des concentrations dans les blancs de laboratoire
v (mL)	: volume de reprise des échantillons
PM _p (g/mol)	: masse moléculaire du polluant, ici SO ₂ (64 g/mol)
PM _i (g/mol)	: masse moléculaire de l'ion, ici SO ₄ ²⁻ (96 g/mol)
V (L)	: volume d'air prélevé

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

⁷<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

Un exemple de conditions d'analyse et d'électrophérogramme est mentionné dans les données de validation - compléments dans la fiche "Anions minéraux par électrophorèse capillaire"

Contacts

Bibliographie

- T 90-042. Septembre 1988. - Essais des eaux. Dosage d'anions (Cl⁻ ; NO₂⁻ ; NO₃⁻ ; PO₄³⁻ ; SO₄²⁻ ; F⁻ ; Br⁻) par chromatographie ionique. Paris - La Défense, AFNOR, 1988, 15 p.
- M. HÉRY, V. LAMANT, B. OURY, A. PELTIER. - Méthodes de prélèvements d'aérosols d'acides, de bases et de sels. Cahiers de notes documentaires, 1987, 129, ND 1650, pp. 553-563.
- V. LAMANT, B. OURY. 6 Méthodes de prélèvements et d'analyses des aérosols d'acides, de bases et de sels. NS 75, Paris, INRS, janvier 1990.
- B.O. HALLBERG, J. RUDLING, A. HULTMAN, M. HULTENGREN. - A filter method for the active and passive monitoring of sulfur dioxide in workplace air. Scand.J. Work Environ. Health 10, 1984, pp. 305-309.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
008	Jusqu'au 25/01/2006	Création + mises à jour	
008/V01	25/01/2006	Nouvelle présentation La procédure décrite ne comprend plus un mouillage des filtres par du glycérol Ajout d'un historique en fin de fiche	Prélèvement support de collecte Réactifs Préparation des dispositifs de prélèvement
008/V01.01	25/09/2012	Révision de la terminologie (VLEP-8h, VLCT, Dispositif de prélèvement et support de collecte, eau ultra-pure, blanc de terrain et blanc de laboratoire)	Toute la fiche
M-155/V01	Novembre 2015	Mise en ligne Prélèvement sur cassette fermée Substance unique Analyse par électrophorèse capillaire	
M-155/V01.01	Janvier 2018	Ajout schéma	Préparation de l'analyse