

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Sulfure d'hydrogène	7783-06-4

## Préparation de l'analyse

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

Tenir les échantillons à l'abri de la lumière pendant et après le prélèvement (par exemple en emballant les cassettes dans une feuille d'aluminium).

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

Durée de conservation testée et validée pour les échantillons préparés \_\_\_\_\_ 24 jour(s)

### 1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

Solvant ou solution \_\_\_\_\_

- ACIDE SULFURIQUE
- DICHLORHYDRATE DE N,N-DIMETHYL-1,4-PHENYLENEDIAMINE
- EAU

Type de préparation \_\_\_\_\_

- Percolation

Volume \_\_\_\_\_ 250 mL

Autres conditions de préparation :

### Préparation des solutions de désorption

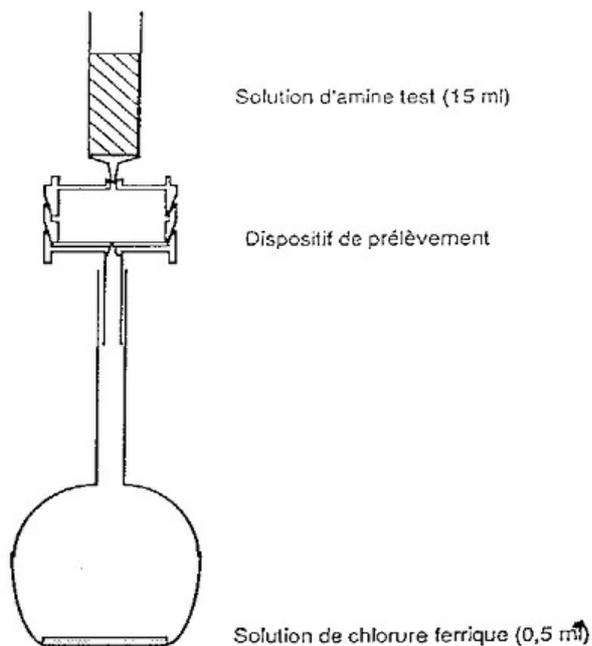
Les solutions servant à la désorption sont préparées comme suit :

- Solution d'amine test :
  - préparer d'abord une solution mère : ajouter lentement 50 mL d'acide sulfurique concentré à 30 mL d'eau ultra-pure, refroidir puis dissoudre 12 g de dichlorhydrate de N,N- diméthyl-1,4 -phénylènediamine. Cette solution conservée au réfrigérateur est stable indéfiniment.
  - Diluer 25 mL de solution mère dans 1 L d'acide sulfurique au demi.
- Solution de chlorure ferrique :
  - dissoudre 100 g de chlorure ferrique dans 60 mL d'eau ultra-pure, jauger à 100 mL.

### Désorption

montage figure 1

Figure 1



- Dans une fiole jaugée de 250 mL, on introduit 0,5 mL de solution de chlorure ferrique puis 50 mL d'eau ultra-pure.
- Le tampon de cellulose est retiré de la cassette, celle-ci est ensuite placée au-dessus de la fiole jaugée.
- On fait percoler 15 mL de solution d'amine test à travers les filtres.
- Effectuer ensuite 2 rinçages à l'eau ultra-pure. Après 20 minutes (temps nécessaire au développement de la coloration) la solution est amenée au volume avec de l'eau ultra-pure, puis analysée par spectrométrie d'absorption moléculaire dans le visible à 670 nm en cuve de 1 cm.

**Remarque**

Traiter les blancs (de terrain, de laboratoire) de la même façon.

**Condition analytique n°**

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

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

**Commentaires, conseils ou conditions particulières :**

Colorimétrie avec  $\lambda = 670$  nm

**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>1</sup>**

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

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

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

**Commentaires :**

- Préparer une solution de teneur en  $H_2S$  de l'ordre de 2 g/L, dans une fiole de 100 mL, par dissolution de 1,4 g de  $Na_2S \cdot 9H_2O$  dans de Contrôler le titre de la solution selon la procédure décrite dans les données complémentaires.
- Préparer ensuite une solution à 40 mg/L en  $H_2S$  par dilution de la solution à 2 g/L.
- La gamme d'étalons est réalisée à partir de cette solution, comme suit :
  - mettre respectivement 0 - 1 - 2 - 3 et 4 mL de la solution de  $Na_2S$  dans des fioles de 250 mL,
  - ajouter 15 mL de solution d'amine test et 50 mL d'eau ultra-pure,
  - agiter la solution,
  - ajouter ensuite 0,5 mL de chlorure ferrique et laisser la coloration se développer pendant 20 minutes,
  - enfin, jauger la fiole à 250 mL avec de l'eau ultra-pure et effectuer le dosage.

*Remarques*

- Correspondance entre quantité de  $Na_2S$  et quantité d' $H_2S$  : 1,4 g de  $Na_2S$  à 35 % contiennent 0,49 g de  $Na_2S$  pur, ce qui correspond à une masse d'environ 0,2 g de  $H_2S$ .
- Des essais réalisés en dynamique, par génération d'une atmosphère étalon à partir d' $H_2S$  gazeux, ont montré que la pente des droites d'étalonnage (densité optique = f (quantité  $H_2S$  exprimée en  $\mu g$ )), est identique à celle obtenue à partir d'une solution de sulfure de sodium.
- Analyser les solutions étalons et tracer la droite d'étalonnage (la réponse spectrophotométrique de la coloration bleue formée est linéaire à 670 nm jusqu'à une densité optique de 0,6, ce qui correspond à une teneur de 170 à 200  $\mu g$  d' $H_2S$  par échantillon).
- Analyser ensuite les solutions de désorption des échantillons ainsi que les solutions de désorption des filtres servant de blancs (de terrain et de laboratoire).

**Calcul de la concentration atmosphérique<sup>2</sup>**

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

**Compléments :**