

Anhydride sulfureux M-151

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur cassette avec filtres imprégnés et l'analyse par chromatographie ionique avec suppression de la (des) substance(s) : **Anhydride sulfureux**.

Données de validation _____ Validation non disponible

Numéro de la méthode _____ M-151

Ancien numéro de fiche _____ 008

Substances

Informations générales

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

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>

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ CONDUCTIMÉTRIE

Liste des réactifs

- ACIDE SULFURIQUE
- BICARBONATE DE SODIUM
- CARBONATE DE SODIUM ANHYDRE
- EAU OXYGÈNEE
- EAU
- HYDROXYDE DE POTASSIUM
- SOLUTION D'ÉLUTION
- SOLUTION ÉTALON 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'aérosols ³

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

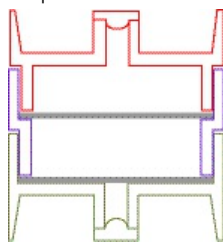
Support ou substrat de collecte _____ ■ FILTRE FIBRE DE QUARTZ IMPREGNE
 ■ MEMBRANE inf 1 µm
 ■ TAMPON EN CELLULOSE

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 en heures _____ 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<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/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 _____ 1

1 étape préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ EAU OXYGENEE
 ■ EAU
 ■ ELUANT

Type de préparation _____ ■ Désorption

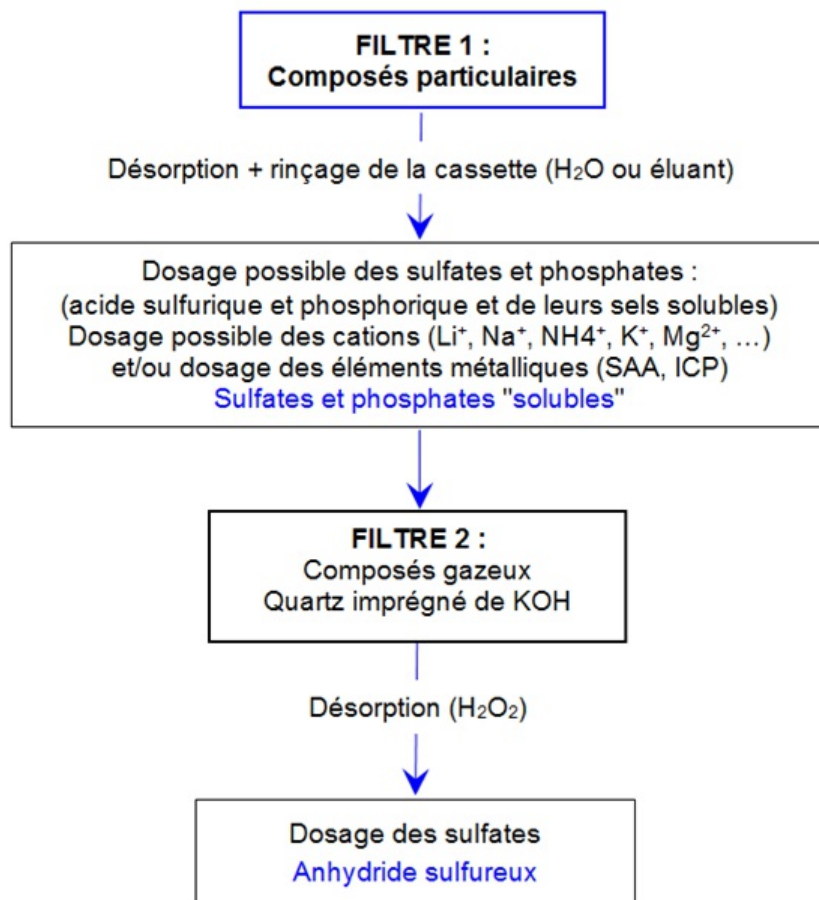
Volume _____ 10 mL

Ultrasons _____ 5 min

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 :



Commentaires, conseils ou conditions particulières
les solutions seront filtrées avant l'analyse.

1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

- | | |
|----------------------------|--|
| Technique analytique _____ | ■ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION |
| Injecteur _____ | ■ PASSEUR AUTOMATIQUE |
| Colonne _____ | ■ COLONNE A SUPPRESSION |
| | ■ ECHANGEUSE D'IONS |
| Détecteur _____ | ■ CONDUCTIMETRIE |

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-etallonage.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 :

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

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 :

Phase mobile à déterminer en fonction de la colonne utilisée. Des exemples sont donnés dans les données de validation - compléments de la fiche "Anions minéraux par chromatographie ionique avec suppression"

Auteurs

metropol@inrs.fr

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	Prélèvement

		La procédure décrite ne comprend plus un mouillage des filtres par du glycérol Ajout d'un historique en fin de fiche	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-151/V01	Novembre 2015	Mise en ligne Prélèvement sur cassette fermée Substance unique Analyse par chromatographie ionique avec suppression	
M-151/V01.01	Janvier 2018	Ajout schéma	Préparation de l'analyse