

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Anhydride sulfureux	7446-09-5

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°

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 :

**FILTRE 1 :
Composés particulaires**

Désorption + rinçage de la cassette (H₂O ou éluant)

Dosage possible des sulfates et phosphates :
(acide sulfurique et phosphorique et de leurs sels solubles)
Dosage possible des cations (Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mg²⁺, ...)
et/ou dosage des éléments métalliques (SAA, ICP)
Sulfates et phosphates "solubles"

**FILTRE 2 :
Composés gazeux
Quartz imprégné de KOH**

Désorption (H₂O₂)

Dosage des sulfates
Anhydride sulfureux

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ EAU

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 5 mL

Autres conditions de préparation :

Traitement sur résine H⁺

Première méthode

- Préparation de la résine H⁺

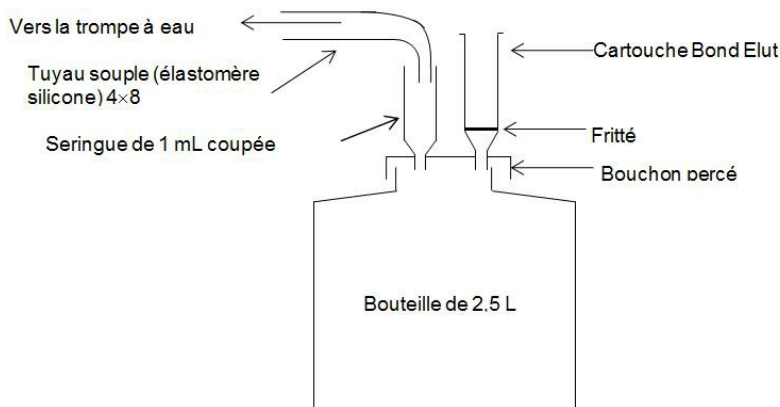
Juste avant l'analyse :

- 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⁺



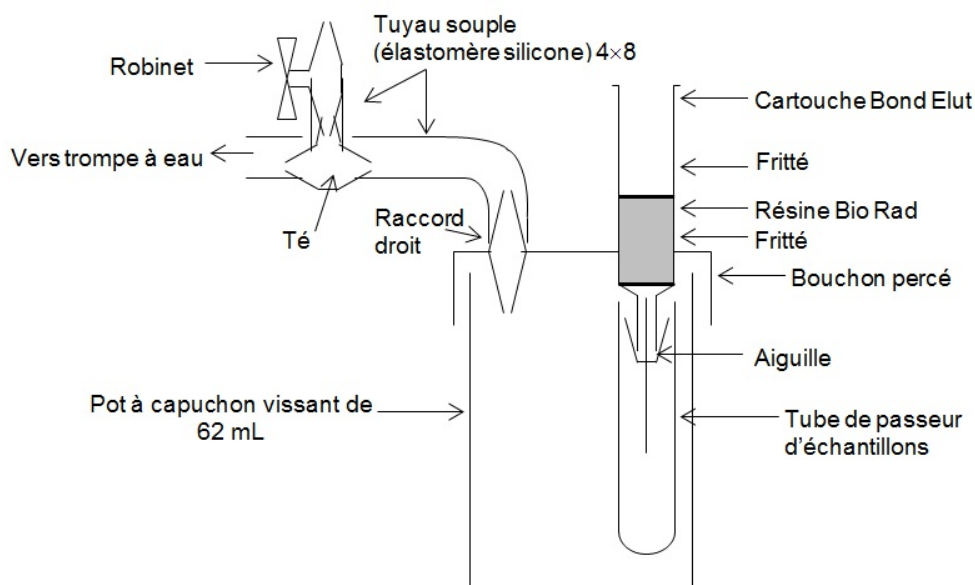
■ Traitement de l'échantillon

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).

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.

Condition analytique n°

Technique analytique _____ ■ ELECTROPHORESE CAPILLAIRE

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ SPECIFIQUE

DéTECTEUR _____ ■ ULTRAVIOLET (UV)

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 polluants¹¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage.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

$C(\text{SO}_4^{2-})$ (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 atmosphérique²

²<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"