

## Anhydride sulfureux M-151

**Prélèvement :** Actif sur cassette avec filtres imprégnés

**Analyse :** chromatographie ionique avec suppression détection conductimétrique

**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 <sub>2</sub>	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** <sup>1</sup>

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

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ cassette avec filtres imprégnés

**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** <sup>2</sup>

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

## Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosols<sup>3</sup>

<sup>3</sup><https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette/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

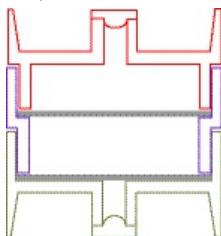
Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ■ FILTRE FIBRE DE QUARTZ IMPREGNE  
■ MEMBRANE inf 1 µm  
■ TAMPON EN CELLULOSE

### 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 SO<sub>2</sub>, 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 entreprise<sup>4</sup>

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

## Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>5</sup>

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

### Préparation de l'analyse

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

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

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

- EAU OXYGENEE
- EAU
- ELUANT

**Type de préparation** \_\_\_\_\_

- Désorption

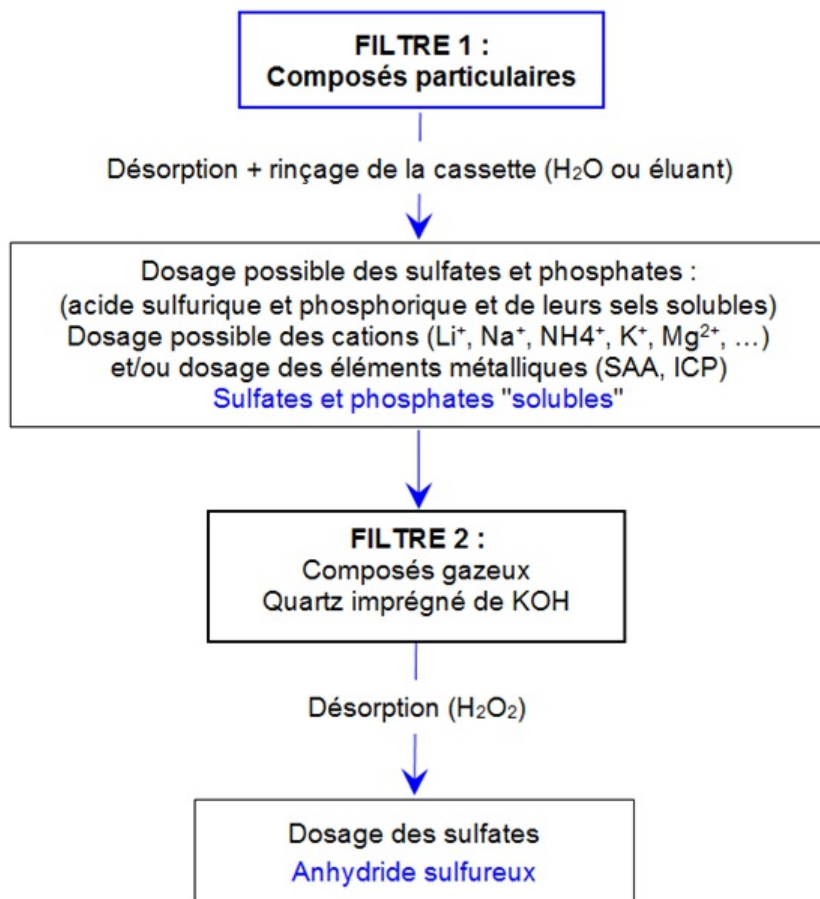
**Volume** \_\_\_\_\_ 10 mL

**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' $H_2O_2$ .
- 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

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

<b>Technique analytique</b> _____	▪ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION
<b>Injecteur</b> _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
<b>Colonne</b> _____	▪ ECHANGEUSE D'IONS ▪ SUPRESSEUR
<b>Détecteur</b> _____	▪ CONDUCTIMETRIE

## 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>6</sup>

<sup>6</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/metropol-analyse-etalonnage.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 $\text{SO}_2$ (64 g/mol)
$PM_I$ (g/mol)	: masse moléculaire de l'ion, ici $\text{SO}_4^{2-}$ (96 g/mol)
$V$ (L)	: volume d'air prélevé

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>7</sup>

<sup>7</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/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"

### Contacts

metropol@inrs.fr

### Bibliographie

- T 90-042. Septembre 1988. - Essais des eaux. Dosage d'anions ( $\text{Cl}^-$ ;  $\text{NO}_2^-$ ;  $\text{NO}_3^-$ ;  $\text{PO}_4^{3-}$ ;  $\text{SO}_4^{2-}$ ;  $\text{F}^-$ ;  $\text{Br}^-$ ) 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-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