

Sulfure d'hydrogène M-184

Prélèvement : Actif sur cassette avec filtres imprégnés

Analyse : spectrophotométrie

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-184

Ancien numéro de fiche _____ 014

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Sulfure d'hydrogène	FT Sulfure d'hydrogène

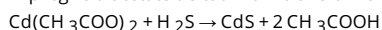
Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Sulfure d'hydrogène	7783-06-4	H ₂ S	34,08	Hydrogène sulfuré

Substance	données de validation
Sulfure d'hydrogène	Validation_164

Principe et informations

L'hydrogène sulfuré est très toxique par inhalation, dangereux pour l'environnement et extrêmement inflammable, sa manipulation doit être faite avec un maximum de précautions.

La détermination de l'hydrogène sulfuré dans les atmosphères de travail est réalisée par prélèvement sur un support de collecte imprégné d'acétate de cadmium transformant l'hydrogène sulfuré en sulfure de cadmium selon la réaction :



La désorption du support de collecte avec le dichlorhydrate de N,N-diméthyl-1,4-phénylènediamine, en milieu acide, en présence de chlorure ferrique conduit à la formation de bleu de méthylène dont l'intensité de la coloration est déterminée par spectrophotométrie.

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

Nom du dispositif _____ cassette avec filtres imprégnés

Technique analytique _____ SPECTROPHOTOMETRIE

Domaine d'application

Substance
Sulfure d'hydrogène

Liste des réactifs

- ACETATE DE CADMIUM
- ACIDE CHLORHYDRIQUE
- ACIDE SULFURIQUE
- CHLORURE FERRIQUE
- DICHLORHYDRATE DE N,N-DIMETHYL-1-4-PHENYLENEDIAMINE
- EAU
- EMPOIS D'AMIDON
- GLYCEROL
- SOLUTION d'IODE
- SOLUTION THIOSULFATE DE SODIUM
- SULFURE DE SODIUM

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 <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 4 pièces
- Support ou substrat de collecte _____
- 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES
 - TAMPON EN CELLULOSE

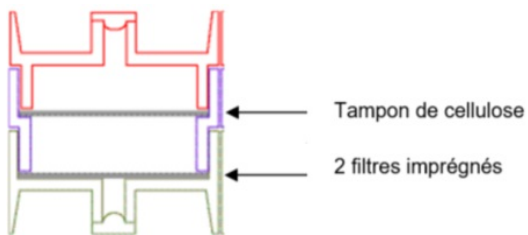
Préparation du substrat :

La solution d'imprégnation des filtres en fibres en fibre de quartz est faite à l'aide de 1 g d' **acétate de cadmium**, auquel on ajoute 5 mL de glycérol puis 100 mL d'eau. Déposer 500 µL de cette solution sur les filtres, les faire sécher à l'étuve entre 50°C et 70°C pendant 3 heures.

Commentaires, conseils, consignes :

Placer les deux filtres imprégnés au fond de la cassette puis un tampon de cellulose sur la deuxième pièce. Fermer ensuite la cassette.

Le tampon sera impérativement humidifié par 250 µL d'eau juste avant prélèvement



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 0,050

Débit maxi (L/min) _____ 1

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

Temps de prélèvement maximum _____ 8

Particularités, commentaires, conseils :

Pour la comparaison à VLEP-8h, le débit est compris entre 0,05 L/min et 0,2 L/min ; pour une comparaison à VLEP-CT le débit est compris entre 0,1 L/min et 1 L/min.

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,02 à 0,5 L/min
- Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Conditionnement particulier

Choix conditionnement particulier _____ stabilisation

Description :

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).

Compléments

Voir le tableau débits préconisés en fonction de la durée du prélèvement et des comparaisons recherchées dans les données de validation - compléments.

La capacité de piégeage des filtres imprégnés est fortement dépendante de l'hygrométrie, c'est pour cette raison que l'on ajoute un tampon de cellulose en amont des filtres imprégnés mouillé avec 250 µL d'eau ultra-pure juste avant le prélèvement.

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise ⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁵

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

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 :

Étape de préparation n° 1

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

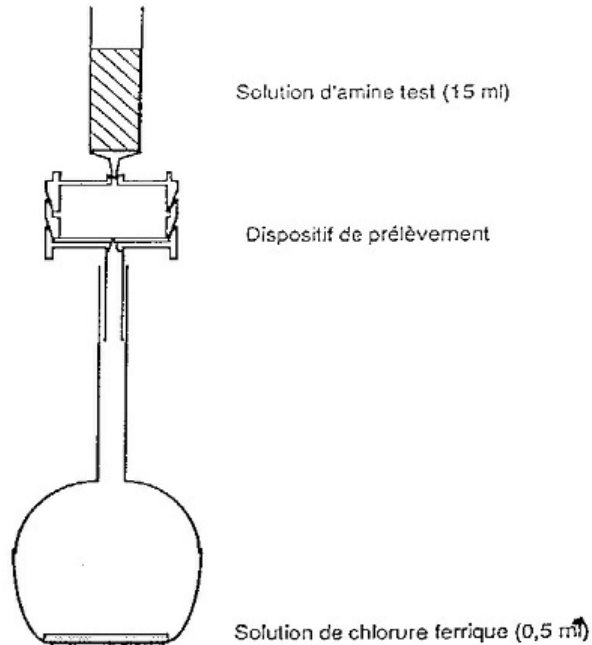
Les solutions servant à la désorption sont préparées comme suit :

- 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.

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 _____ ■ SPECTROPHOTOMETRIE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Colorimétrie avec $\lambda = 670$ nm

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<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 :

- Préparer une solution de teneur en H₂S de l'ordre de 2 g/L, dans une fiole de 100 mL, par dissolution de 1,4 g de Na₂S, 9H₂O 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 H₂S 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 Na₂S 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, jaugez la fiole à 250 mL avec de l'eau ultra-pure et effectuer le dosage.

Remarques

- Correspondance entre quantité de Na₂S et quantité d'H₂S : 1,4 g de Na₂S à 35 % contiennent 0,49 g de Na₂S pur, ce qui correspond à une masse d'environ 0,2 g de H₂S.

- Des essais réalisés en dynamique, par génération d'une atmosphère étalon à partir d'H₂S gazeux, ont montré que la pente des droites d'étalonnage (densité optique = f (quantité H₂S exprimée en µg)), 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 µg d'H₂S 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 atmosphérique⁷

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

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- R. VINCENT, J.C. LIMASSET, G. HECHT, J.M. GERBER, A. CICOLELLA. - Détermination simultanée des sulfures de carbones et d'hydrogène dans les atmosphères de travail. Analisis, 1985, V13, n° 9, pp. 415-419.
- Réactions chimiques dangereuses. Paris, INRS, ED 697, 2003, 404 p.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
014	Jusqu'au 25/09/2012	Création et mises à jour	
014/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-184	Novembre 2015	Mise en ligne Prélèvement sur cassette Analyse par spectrophotométrie	
M-184 V01	Juillet 2023	Correction erreur sur le dispositif de prélèvement	Dispositif de prélèvement