

Méthode analytique

Détermination des acides inorganiques non volatils (H_3PO_4 et H_2SO_4) par chromatographie ionique

Responsable technique de la méthode

Sébastien Gagné, M. Sc., chimiste-toxicologue

Personne ayant contribué à la présente version de cette méthode

Brigitte Blanchette, technicienne de laboratoire

MÉTHODES DE
LABORATOIRES

MA-414



Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document. En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information. Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle. Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

Cette publication est disponible en version PDF sur le site Web de l'IRSST.

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2022
ISBN : 978-2-89797-244-8

SUBSTANCE	CAS	NORME 1 (VEMP ²)	NORME 1 (VECD ³)
Acide phosphorique	7664-38-2	1 mg/m ³	3 mg/m ³
Acide sulfurique	7664-93-9	0,2 mg/m ³ (T)	---

¹ Règlement sur la santé et la sécurité du travail.

² VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée).

³ VECD (Valeur d'exposition courte durée).

T : fraction thoracique.

APPLICABILITÉ

Acides inorganiques non volatils spécifiquement l'acide phosphorique et l'acide sulfurique dans l'air. Les particules et brouillards sont collectés par un filtre non imprégné supporté soit dans une cassette fermée pour l'échantillonnage de l'acide phosphorique ou soit dans un impacteur de particule parallèle (PPI) pour l'échantillonnage de la fraction thoracique de l'acide sulfurique. L'analyse est effectuée sur l'anion correspondant à l'acide inorganique : l'ion phosphate pour l'acide phosphorique et l'ion sulfate pour l'acide sulfurique.

Domaine : Le domaine d'étalonnage analytique se situe de 5 à 50 µg d'anion/échantillon. Le domaine en fonction de la norme se situe comme suit : Phosphate : 5 à 790 µg/échantillon ; Sulfate : 5 à 165 µg/échantillon.

Remarque : Ces valeurs tiennent compte d'un volume d'échantillonnage recommandé de 420 litres et d'une mise en solution dans un volume de 10 mL.

Coefficient de détermination (r²) >0,990.

LIMITATIONS ET INTERFÉRENCES

Tous les ions phosphates et sulfates ne provenant pas de l'acide peuvent causer une interférence positive (NIOSH, 2014).

PRÉLÈVEMENT

1) Système d'échantillonnage

Support	Filtre de quartz 37 mm
Type de dispositif	H ₃ PO ₄ : Casette fermée avec un espaceur de filtre inerte.
	H ₂ SO ₄ (T) : Impacteur de particule parallèle (PPI) avec un espaceur de filtre inerte.

Consigne : Trois échantillons-témoin contenant un filtre provenant du même lot doivent être prévus.

2) Conditions de prélèvement recommandées

Débit : 2 L min⁻¹.

Temps d'échantillonnage : 210 min (VEMP) et 15 min (VECD).

Volume d'échantillonnage : 30 ou 420 litres (L) (VECD/VEMP).

3) Durée de conservation testée et validée

28 jours au frigo, sinon une semaine à température ambiante.

4) Entreposage des filtres

~5 ans depuis la date de préparation de la cassette.

5) Détails

Retirer les bouchons de la cassette et relier la partie inférieure (bouchon rouge) à l'aide d'un tube flexible à la pompe ;

Procéder à l'échantillonnage selon le débit et la durée recommandés ;

Immédiatement après l'échantillonnage, procéder à une désorption sur le terrain telle que décrite plus loin ;

Pour plus d'information sur l'échantillonnage, se référer au *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*¹.

RÉACTIFS ET ÉTALONS

- Carbonate de sodium anhydre (Na₂CO₃) ;
- Bicarbonate de sodium (NaHCO₃) ;
- Solution d'anions multiple à 1000 ppm. (Cl⁻, Br⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻) ;
- Solution d'anions multiple à 200 ppm. (Cl⁻, Br⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻) ;
- Solution d'anion à 1000 ppm PO₄³⁻ ;
- Solution d'anion à 1000 ppm SO₄²⁻ ;
- Eau type 1.

APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- Chromatographe ionique Thermo Dionex ICS-Integrion avec un détecteur à conductivité ;
- Générateur d'éluant avec cartouche de carbonate de potassium ;
- Suppresseur : ASRS-300, 4 mm de Dionex, utilisé en mode d'auto régénération ;
- Colonne chromatographique : AS22 FAST de Thermo.
- Pré-colonne : AG22 ;
- Vials Dionex de 5 mL avec bouchon ayant un filtre intégré d'une porosité de 20 µm, utilisés sur échantillonneur automatique ;
- Bain à ultrasons ;
- Filtres de quartz 37 mm ;
- Jarres de polypropylène (1 oz, 43 mm) ;
- Éprouvettes graduées 15 mL ;
- Seringues polypropylène de 20 mL ;
- Accrodisc Millex HVPVDF 0,45 µm ;
- Pipettes automatiques, volumes variés ;
- Verrerie en nalgène lavée mais non-décontaminée à l'acide.

Commentaires :

Une colonne chromatographique et un chromatographe équivalents peuvent être utilisés. Des ajustements chromatographiques peuvent être nécessaires. La jauge des éprouvettes graduées de 15 mL est contrôlée à chaque lot afin d'équivaloir à une jauge de qualité Classe A.

PRÉPARATION DE L'ANALYSE

Nombre d'étapes de préparation : 10

Étape 1	Immédiatement suivant l'échantillonnage, transférer le filtre dans une jarre de polypropylène de 30 mL contenant 5 mL de solution d'extraction 4,5 mmol/L Na ₂ CO ₃ /1,4 mmol/L NaHCO ₃ .
Étape 2	Une fois l'échantillon au laboratoire, traiter au bain à ultrasons pendant 30 minutes.
Étape 3	Verser le contenu de la jarre dans une seringue contenant un Accrodisc.
Étape 4	Retirer le filtre de la jarre et le mettre dans la seringue.
Étape 5	Rincer la jarre avec 2 mL de solution d'extraction 4,5 mmol/L Na ₂ CO ₃ /1,4 mmol/L NaHCO ₃ .
Étape 6	Rincer le couvercle de la jarre avec 2 mL de solution d'extraction 4,5 mmol/L Na ₂ CO ₃ /1,4 mmol/L NaHCO ₃ dans la jarre.
Étape 7	Transférer les solutions de rinçage de la jarre à la seringue.
Étape 8	Filter le contenu de la seringue dans une éprouvette graduée de 15 mL.
Étape 9	Jauger à 10 mL avec de la solution d'extraction 4,5 mmol/L Na ₂ CO ₃ /1,4 mmol/L NaHCO ₃ .
Étape 10	Transférer la solution filtrée dans un vial et analyser par chromatographie ionique.

Commentaires :

Tous les échantillons de contrôle de qualité (CQ) sont traités selon la même procédure que les autres échantillons. Préparer trois témoins, du même lot que ceux utilisés pour les échantillons, pour estimer le niveau de contamination lié au filtre. Les filtres témoins doivent avoir été sur le terrain avec les échantillons, mais ne doivent pas avoir servi à l'échantillonnage.

CONDITIONS ANALYTIQUES

Technique analytique :	chromatographie ionique avec détection par conductimétrie.
Colonne :	AS22 FAST de Thermo.
Suppresseur :	ASRS-300, 4 mm de Dionex, utilisé en mode d'auto régénération.
Échantillonneur :	AS-DV
Générateur d'éluant :	avec cartouche de carbonate de potassium.
Débit de l'éluant :	1,2 mL/min
Autorégénérant :	eau type 1
Conc. Carbonate/Bicarbonate :	4,5/1,4 (mM)
Courant suppresseur :	41 mA
Pression pompe :	env. 3500 psi
Volume d'injection :	50 µL
Bruit de fond :	env. 19,3 µS
Température colonne :	30 °C
Température cellule :	35 °C

ÉTALONNAGE

La concentration de l'échantillon est déterminée par une équation de type linéaire $1/A^2$.

Commentaires :

La concentration des anions déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'étalonnage de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration des anions dans l'échantillon est supérieure à la concentration la plus élevée du domaine d'étalonnage, une dilution appropriée de l'échantillon avec la solution d'extraction est effectuée, puis l'analyse est reprise de nouveau en tenant compte du facteur de dilution lors des calculs.

CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration des anions dans l'air se calcule comme suit :

$$C = ((Q \times D) - B) \times F/V$$

où

- C = concentration de l'acide dans l'air (mg/m³)
 Q = quantité de l'anion dans l'échantillon (µg)
 B = quantité de l'anion dans la moyenne de 3 blancs de filtre témoins (µg)
 F = facteur de correction pour rendre le résultat en concentration d'acide, alors que l'analyse est effectuée sur l'anion :
 H₃PO₄ : 1,0316
 H₂SO₄ : 1,0208
 D = facteur de dilution
 V = volume d'échantillonnage (L)

Commentaires :

Sans objet.

VALIDATION

Remarque : Ces données de validation représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs à jour de certaines données, consulter le site Web de l'IRSST.

Limite de détection et Limite de quantification

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	LIMITE DE DÉTECTION (µg/échantillon)	LIMITE DE QUANTIFICATION (µg/échantillon)
Acide phosphorique	0,076	0,25
Acide sulfurique	0,23	0,78

Précision (Fidélité)

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
Acide phosphorique	1,1	1,6
Acide sulfurique	1,1	1,2

Justesse

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	JUSTESSE (%)
Acide phosphorique	94
Acide sulfurique	97

Récupération

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉCUPÉRATION (%)
Acide phosphorique	91
Acide sulfurique	97

Incertitude analytique

Remarque : Ces données représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs d'incertitude analytique à jour, consulter le site Web de l'IRSST.

L'incertitude de mesure analytique (CV_a) de la méthode est déterminée à partir de résultats individuels obtenus sur des échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. Celle-ci ne tient pas compte d'un seuil de probabilité (95 %, par exemple) ni de la contribution de l'incertitude associée à l'échantillonnage.

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	CV _a (%)
Acide phosphorique	1,2
Acide sulfurique	2,5

Pour information supplémentaire sur la détermination des incertitudes, se référer au [Document explicatif pour éléments de validation de méthodes, I-G-041](#), de la Direction des Laboratoires de l'IRSST.

RÉFÉRENCES

1. Institut de recherche en santé et sécurité au travail (IRSST). « Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail », *Études et recherches*, Guide technique T-06, 8^e édition (mise à jour 8.1), 2012, 191 p.
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
2. « Règlement sur la santé et la sécurité du travail » dans *LégisQuébec. Publications Québec*, chapitre S-2.1, r. 13, à jour au 28 avril 2022, [Québec], Éditeur officiel du Québec.
<http://legisquebec.gouv.qc.ca/fr/pdf/cr/S-2.1,%20R.%2013.pdf>
3. National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH), NON-VOLATILE ACIDS (Sulfuric Acid and Phosphoric Acid)– *Method 7908*, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition, Cincinnati, OH, USA, 2014.
<https://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7908.pdf>