

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Ammoniac, anhydre	7664-41-7

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 2mois

Séparation des plages _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 3

Commentaires sur les étapes :

La première étape concerne la désorption du filtre imprégné.

La seconde étape concerne la désorption du préfiltre.

La troisième étape consiste à récupérer la substance sur les parois de la cassette.

3 étapes de préparation :

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ EAU

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 20mL

Ultrasons _____ 5min

Filtration :

Filtrer les solutions avant analyses

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ SOLUTION BLANC FILTRE

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 5mL

Ultrasons _____ 5min

Autres conditions de préparation :

Préparer un volume de blanc filtre en plaçant n filtres imprégnés vierges dans n x 20 mL d'eau.

Désorber les filtres dans la blanc préparé.

Filtration :

Filtrer les solutions avant analyses

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ SOLUTION BLANC FILTRE

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 5mL

Autres conditions de préparation :

Préparer un volume de blanc filtre en plaçant n filtres imprégnés vierges dans n x 20 mL d'eau.

Refermer la cassette et replacer le bouchon inférieur.

Introduire 5 mL de blanc filtre par l'orifice supérieur de la cassette et agiter manuellement.

Filtration :

Filtrer les solutions avant analyses

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Traiter les blancs de laboratoire et blancs de terrain de la même manière que les échantillons prélevés.

Toutes les solutions sont filtrées avant dosage chromatographique.

Condition analytique n°

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

Technique analytique _____	▪ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION
Injecteur _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne _____	▪ ECHANGEUSE D'IONS ▪ SUPRESSEUR
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 polluants¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

Étalonnage

- Préparer une gamme d'étalonnage, en général de 0,2 à 10 mg/L en NH_4^+ à partir de substances de référence, commerciales ou synthétisées en laboratoire.
- Introduire un filtre en fibre de quartz imprégné dans chaque flacon.
- Une gamme d'étalonnage comprendra un **minimum de 5 points**.
- Analyser les étalons.
- Tracer la **courbe d'étalonnage (polynôme de second degré)** - voir données de validation).

Dosage

Filtrer les solutions de désorption (filtres prélevés, blancs de laboratoire et blancs de terrain) et les injecter suivant les mêmes conditions analytiques.

Diluer si nécessaire les échantillons dans le blanc filtre de façon à rester dans la gamme d'étalonnage.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Cas des membranes ou filtres en fibre de quartz non imprégnés et parois de la cassette

La concentration des échantillons (en mg/L) est déterminée sur la courbe d'étalonnage.

Les cations NH_4^+ recueillis sur le **filtre non imprégné et les parois de la cassette sont d'origine particulaire**, le résultat est exprimé en mg/m^3 de **NH_4^+ particulaire**.

$$C (\text{mg/m}^3) = (C_x \times d - C_b) \times \frac{V}{V}$$

avec :

C_x (mg/L) : sommes des concentrations de l'ion NH_4^+ dans les échantillons (filtres non imprégnés et cassettes)

d : facteur de dilution

C_b (mg/L) : moyenne des concentrations de l'ion NH_4^+ dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de reprise des échantillons (5 mL de blanc filtre imprégné)

V (L) : volume d'air prélevé

Cas des filtres imprégnés

La concentration des échantillons est déterminée sur la courbe d'étalonnage.

La concentration du polluant P (ici **NH_3**) dans l'atmosphère est donnée par :

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

avec :

C_x (mg/L) : concentration de l'ion NH_4^+ dans l'échantillon

d : facteur de dilution

C_b (mg/L) : moyenne des concentrations de l'ion NH_4^+ dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de reprise des échantillons (20 mL d'eau)

PM_P : poids moléculaire du polluant NH_3 (17 g/mol)

PM_I : poids moléculaire de l'ion NH_4^+ (18 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 :

Phase mobile à déterminer en fonction de la colonne utilisée. Des exemples sont donnés dans les données de validation.

Interférences

Une forte concentration en sodium peut gêner les dosages de NH_4^+ . Dans ce cas et selon la colonne utilisée, il est conseillé d'utiliser un éluant qui retarde les temps de rétention des pics du sodium et de NH_4^+ , et permet une meilleure séparation de ces 2 pics (voir exemples de chromatogramme dans les données de validation - compléments).

Autres méthodes utilisables

Chromatographie ionique sans suppression, détection conductimétrique.

Electrophorèse capillaire.

Electrode spécifique NH_3 à diffusion gazeuse.