

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.

<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

**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 polluants**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> <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  $\text{NH}_4^+$  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  $\text{NH}_4^+$  recueillis sur le **filtre non imprégné et les parois de la cassette sont d'origine particulaire**, le résultat est exprimé en  $\text{mg/m}^3$  de  **$\text{NH}_4^+$  particulaire**.

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

avec :

$C_x$  (mg/L) : sommes des concentrations de l'ion  $\text{NH}_4^+$  dans les échantillons (filtres non imprégnés et cassettes)

d : facteur de dilution

$C_b$  (mg/L) : moyenne des concentrations de l'ion  $\text{NH}_4^+$  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  **$\text{NH}_3$** ) dans l'atmosphère est donnée par :

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

avec :

$C_x$  (mg/L) : concentration de l'ion  $\text{NH}_4^+$  dans l'échantillon

d : facteur de dilution

$C_b$  (mg/L) : moyenne des concentrations de l'ion  $\text{NH}_4^+$  dans les blancs de laboratoire

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

$PM_P$  : poids moléculaire du polluant  $\text{NH}_3$  (17 g/mol)

$PM_I$  : poids moléculaire de l'ion  $\text{NH}_4^+$  (18 g/mol)

V (L) : volume d'air prélevé

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>2</sup>

<sup>2</sup><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  $\text{NH}_4^+$ . 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  $\text{NH}_4^+$ , 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  $\text{NH}_3$  à diffusion gazeuse.