

Ammoniac et sels d'ammonium M-13

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur cassette avec filtres imprégnés et l'analyse par chromatographie ionique avec suppression de la détection conductimétrique de la (des) substance(s) : **Ammoniac et sels d'ammonium**

Données de validation Validation complète

Numéro de la méthode M-13

Ancien numéro de fiche 013

Substances

Informations générales

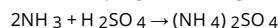
Nom	Fiche Toxicologique
Ammoniac, anhydre	FT Ammoniac

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm ³)	Synonymes
Ammoniac, anhydre	7664-41-7	NH ₃	17,04	0,59	NH ₃

Substance	données de validation
Ammoniac, anhydre	Validation_22

Principe et informations

L'acide sulfurique, choisi comme solution d'imprégnation, réagit avec le gaz ammoniac selon l'équation :



pour former un sel d'ammonium stable et soluble dans l'eau (760 g/L à 20°C) qui peut être dosé par chromatographie ionique.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement ¹

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

Technique analytique CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

Injecteur PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur CONDUCTIMETRIE

Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif	Concentration minimum	Concentration maximum	Volume prélevé
Ammoniac, anhydre	3,36 µg	7,46 mg	0,112 mg/m ³	249 mg/m ³	480 L

Liste des réactifs

- ACIDE SULFURIQUE
- EAU
- SOLUTION ETALON 1g/L

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'aérosols³

³ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/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

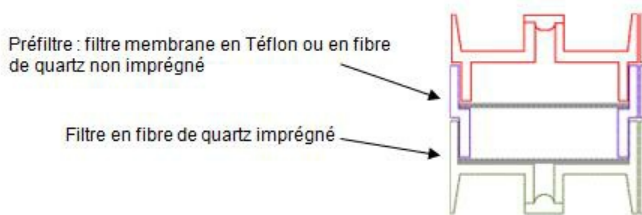
Préparation du substrat :

Filtres imprégnés : Déposer sur les filtres en fibres de quartz 500 µL d'une solution d'acide sulfurique à 1,5 M. Faire sécher à l'étuve à 50°C pendant 3 heures.

Bien respecter les conditions d'imprégnation pour éviter un colmatage rapide du filtre.

Commentaires, conseils, consignes :

Déposer au fond de la cassette un filtre imprégné et sur la pièce intermédiaire une membrane de porosité inférieure à 1 µm (fibre de quartz ou membrane Teflon) non imprégné avec une pince puis refermer la cassette.



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 1

Débit maxi (L/min) _____ 2

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

Temps de prélèvement maximum en heures _____ 8

Particularités, commentaires, conseils :

Les prélèvements peuvent être réalisés à 1 L/min pendant 8 h ou 2 L/min pendant maximum 4 h.

Pour les fortes expositions, il est recommandé de réaliser les prélèvements à 1 L/min. (voir données de validation - essai de claquage)

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 1 à 3 L/min

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁵

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

Préparation de l'analyse

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

Séparation des plagues _____ 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° 1

Solvant ou solution _____ ■ EAU

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 20mL

Ultrasons _____ 5min

Filtration :

Filtrer les solutions avant analyses

Etape de préparation n° 2

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° 3

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.

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 _____	▪ 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 polluants⁶

⁶ <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**.

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

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 :

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

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 atmosphérique⁷

⁷ <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.

Auteurs

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- NF EN 1076 – Exposition sur les lieux de travail. Procédures pour le mesurage des gaz et vapeurs à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage. Paris, Association française de normalisation (AFNOR), 2010, 36 p.
- NF EN 482 – Exposition sur les lieux de travail. Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques. La Plaine Saint Denis, Association française de normalisation (AFNOR), 2012, 18 p.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
013/V01		Création et mises à jour
013/V01	31/03/2008	Nouvelle présentation. Imprégnation du filtre de quartz (pour l'ammoniac) dans la cassette de prélèvement. Création de l'historique.
013/V02	15/12/2014	Corrections dans la fiche suite à nouvelle mise au point et ajout des données de validation Annexe 2 Corrections glossaire
M-13/V01	Novembre 2015	Mise en ligne Prélèvement sur cassette fermée Substances : ammoniac et sels d'ammonium Analyse par chromatographie ionique
M-13/V02	Octobre 2020	Correction temps de prélèvement 4 h à 2 L/min 8 h à 1 L/min Ajout données de validation - essai de claquage à 1 L/min