

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom

Anions minéraux

Préparation de l'analyse

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Les espèces prélevées et celles formées sur le filtre imprégné sont stables indéfiniment.

Remarque : En cas de prélèvement de brouillards il est prudent d'attendre quelques jours pour que la totalité des gaz dissous soit transférée vers les filtres imprégnés. Cette précaution peut s'avérer utile également si des gaz sont adsorbés sur des particules avec lesquelles ils ne réagissent pas.

Séparation des plages _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

La première étape décrit la désorption des supports de collecte.

La deuxième étape décrit la filtration des solutions de désorption sur résine.

Rappel : Le préfiltre et les filtres imprégnés sont désorbés et dosés séparément

2 étapes de préparation :

Etape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ EAU
■ ELUANT

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 10mL

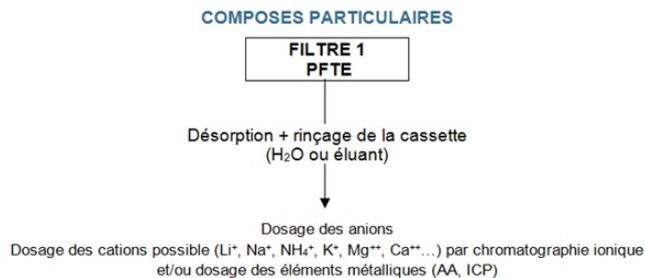
Ultrasons _____ 5min

Autres conditions de préparation :

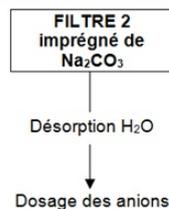
- Ouvrir la cassette en veillant à ne pas perdre de particules éventuellement déposées sur parois qui précèdent le préfiltre et à ne pas polluer les filtres imprégnés
- Déposer séparément chaque filtre utilisé pour le prélèvement, les blancs de laboratoire et de terrain sur le fond de béchers ou de flacons (voir schéma dans la partie Commentaires ci dessous).
- Introduire 5 à 20 mL de solution adaptée (eau ou éluant) sur chaque filtre.
- Lors de l'analyse de la fraction particulaire effectuer un rinçage de la partie supérieure de la cassette avec un volume connu du solvant de désorption (en général 5 à 10 mL) pour récupérer les particules éventuellement présentes sur les parois.
- Soumettre les flacons aux ultrasons pendant 5 à 10 minutes (ou agitation mécanique pendant 30 minutes).

Remarque : Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Commentaires :



COMPOSES GAZEUX



Remarque : La méthode ne permet pas de distinguer les acides sulfurique et phosphorique de leurs sels.

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ EAU

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 5mL

Autres conditions de préparation :

Traitement sur résine H⁺

Première méthode

- Préparation de la résine H⁺

Juste avant l'analyse :

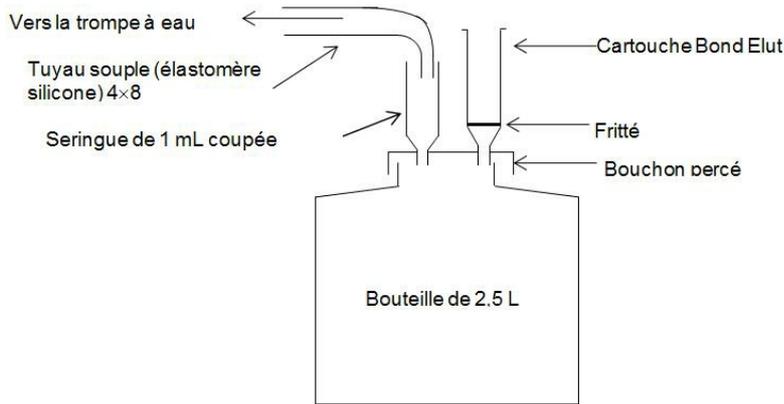
- préparer le montage n° 1 ou utiliser le dispositif d'extraction liquide/solide vendu dans le commerce,
- placer une ou de(s) cartouche(s) vide(s) munie(s) d'un fritté sur le dispositif,
- relier le dispositif à la trompe à eau,
- mettre en place la trompe à eau de façon à créer un vide modéré (5 à 7 cm Hg),
- rincer chaque cartouche avec de l'eau,
- verser dans chaque cartouche, au moyen d'une pipette automatique, 1,5 mL d'une solution aqueuse de résine échangeuse de cations soit environ 500 mg de résine,
- mettre en place un fritté, préalablement rincé avec de l'eau, à la partie supérieure de la cartouche ; tasser avec un agitateur en verre,

- placer sur la cartouche un adaptateur et une cartouche vide de 15 mL,
- rincer avec un grand volume d'eau (50 mL par exemple),
- sécher la résine après le dernier rinçage en appliquant un vide plus poussé.

La cartouche est prête à l'emploi.

montage 1

Préparation de la cartouche de résine H⁺



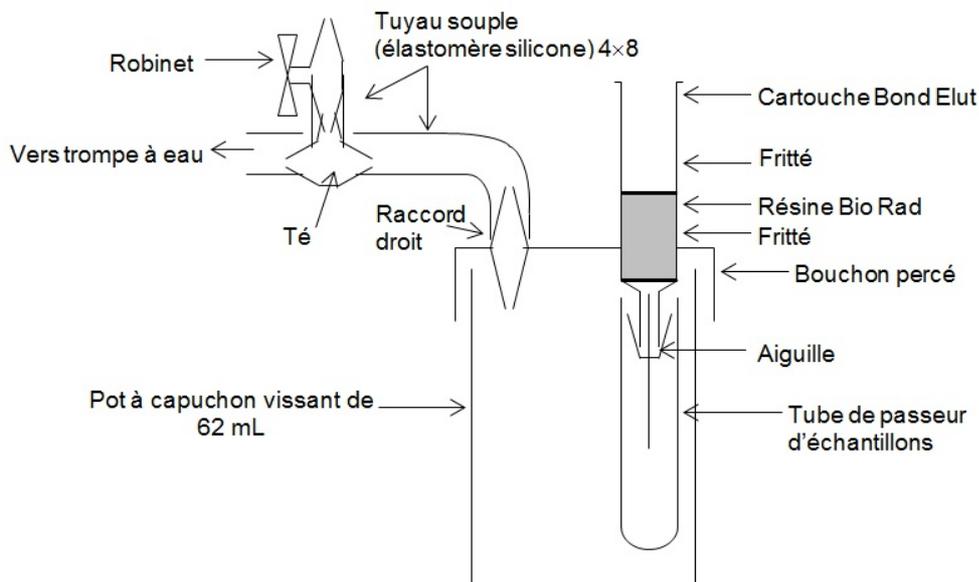
■ Traitement de l'échantillon

Juste avant l'analyse :

- préparer le montage n° 2 ou un dispositif équivalent,
- prélever 5 mL de désorbat,
- le faire passer sur la résine goutte à goutte en réglant le débit de la trompe à eau,
- recueillir la solution à analyser dans un tube du passeur d'échantillon.

montage 2

Traitement des échantillons



Deuxième méthode

■ Lavage préalable de la résine :

- faire passer 2 L d'eau sur environ 10 g de résine placés sur un système de filtration sur fritté avec filtre de cellulose,
- sécher sous vide.

■ Préparation de la suspension aqueuse de résine :

- la suspension est préparée avec un mélange 50/50 en masse d'eau et de résine fraîchement lavée,
- la suspension est maintenue en agitation par un barreau aimanté et prélevée à l'aide d'une micropipette à embout jetable.

■ Traitement des désorbats des filtres imprégnés :

- prélever 2,5 mL de désorbat (décanté 1 à 2 heures afin d'éviter l'entraînement de particules solides),
- ajouter 1 mL de suspension de résine H+ dans l'eau.

Ce traitement correspond à un ajout de 0,5 mL d'eau (dont on tiendra compte soit en appliquant dans les calculs un facteur de dilution, soit en faisant subir le même traitement aux solutions d'étalonnage).

Condition analytique n°

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

Technique analytique _____	▪ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE SANS MEMBRANE DE SUPPRESSION
Injecteur _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne _____	▪ ECHANGEUSE D'IONS
Détecteur _____	▪ CONDUCTIMETRIE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Des exemples de conditions d'analyse en fonction des colonnes sont données dans les "données de validation - compléments".

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 ¹

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 :

Réaliser des étalons à partir de substances de référence, commerciales ou synthétisées en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons.

Préparer une gamme d'étalonnage, dans la même matrice que les échantillons (ne pas oublier le filtre imprégné)

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La concentration réelle C (en mg/m³) dans l'air est donnée par :

$$C = (C_x \times d - C_b) \times \frac{V}{V}$$

avec :

C_x (mg/L) : concentration de la substance dans l'échantillon

d : facteur de dilution

C_b (mg/L) : concentration moyenne de la substance dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de jaugeage

V (L) : volume d'air prélevé

Calcul de la concentration atmosphérique ²

² <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

Remarque

Les courbes d'étalonnage peuvent être tracées en fonction de la hauteur ou de la surface des pics suivant le matériel utilisé, **sauf pour les fluorures** pour lesquels la mesure de la hauteur est seule permise (risque d'erreur sur la surface lié aux pics interférents, dus à l'imprégnation des filtres).

Les quantités obtenues sont données en anions.

Note : La concentration dans l'air de l'acide correspondant à l'anion analysé est obtenue en multipliant la concentration en anion par un facteur (f) approprié.

Rappel :

- Les composés particuliers (sels et brouillards d'acide non volatils) sont dosés sur le préfiltre.
- Les brouillards des acides volatils (phase gazeuse et particulaire) sont dosés sur les filtres imprégnés.

Anion	Acide	Facteur de conversion (f)
F ⁻	HF	1,053
Cl ⁻	HCl	1,028
Br ⁻	HBr	1,013
NO ₂ ⁻	HNO ₂	1,022
NO ₃ ⁻	HNO ₃	1,016
SO ₄ ²⁻	H ₂ SO ₄	1,021
PO ₄ ³⁻	H ₃ PO ₄	1,032