

Anhydrides phtalique M-217

Cette méthode décrit le prélèvement Actif sur cassette avec filtres imprégnés et l'analyse par HPLC détection UV de la (des) substance(s) :

Anhydrides phtalique

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-217

Ancien numéro de fiche _____ 015

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Anhydride phtalique	FT Anhydride phtalique

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire
Anhydride phtalique	85-44-9	C ₈ H ₄ O ₃	148,12

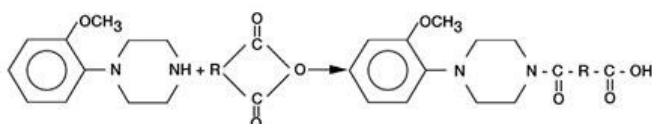
Substance	données de validation
Anhydride phtalique	Validation_7

Famille de substances

- ANHYDRIDES

Principe et informations

Les anhydrides réagissent avec la 1-(2-méthoxyphényl) pipérazine présente sur le support de collecte pour former des amides selon le schéma suivant :



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 EN PHASE LIQUIDE

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ ULTRAVIOLET (UV)

Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
Anhydride phtalique	12 µg	309,8 µg

Liste des réactifs

- 1-3-MÉTHOXYPHÉNYL-PIPERAZINE

- ACETONITRILE
- ANHYDRIDE ACETIQUE
- EAU
- ETHER ETHYLIQUE
- HYDROGENOPHOSPHATE DE POTASSIUM
- n-HEXANE
- TETRAHYDROFURANE

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'aérosol ³

³ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette.pdf>

Dispositif de prélèvement

- Type de dispositif _____
- CASSETTE 37 mm 2 pièces
- Support ou substrat de collecte _____
- 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES
 - TAMPON EN CELLULOSE

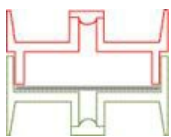
Préparation du substrat :

PRÉPARATION DES échantillonneurs

Les filtres en fibre de quartz sont imprégnés d'une solution de MPP à 3g/L dans l'hexane. L'imprégnation est réalisée par simple trempage des filtres dans la solution. Le solvant est ensuite évaporé sous faible courant d'azote.

Commentaires, conseils, consignes :

Placer au fond de la cassette le tampon en acétate de cellulose puis deux filtres imprégnés juste au-dessus



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) ____ 0,200

Débit maxi (L/min) ____ 2

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

Particularités, commentaires, conseils :

15 minutes maximum de prélèvement

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Compléments

Pour prévenir un "claquage" éventuel, deux filtres sont superposés lors du prélèvement.

Les filtres imprégnés (ainsi que les dérivés des anhydrides synthétisés au laboratoire) sont stables un mois à température ambiante et à l'abri de la lumière.

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise ⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁵

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

Préparation de l'analyse

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ THF

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 5mL

Temps d'agitation _____ 15min

Filtration :

Filtration sur 0,45 µm

Dérivation

Moment de la dérivation _____ lors de la préparation de l'échantillon

Réactif _____ ■ 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE

Temps de dérivation _____ 30mn

Commentaires :

- Ajouter 5 mL d'une solution d'amine (MPP) à 1 mol/L. Le mélange est ensuite agité pendant 30 minutes puis laissé au repos pendant une heure.
- Le précipité obtenu est filtré, lavé plusieurs fois avec de l'éther afin d'éliminer l'excès d'anhydride et de réactif.
- L'identification des dérivés est assurée par spectrophotométrie infrarouge et spectrométrie de masse.

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 EN PHASE LIQUIDE

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ PHASE NORMALE CN-NH₂

Détecteur _____ ■ ULTRAVIOLET (UV)

Phase mobile _____ ■ ACETONITRILE
■ EAU

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 :

L'étalonnage peut être réalisé :

Soit à partir de solutions du dérivé commercial ou synthétisé au laboratoire (voir information complémentaire).

Soit à partir de solutions préparées avec la substance elle-même dérivée directement en solution de réactif ou sur support de collecte imprégné de réactif.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Le dosage est effectué avec le dérivé, la conversion en concentration de **substance** dans l'air est donc indispensable. Les données nécessaires se trouvent dans les validations complémentaires.

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

⁷<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

$$C_{masse} = \frac{(C - C_{blanc}) * V_{sol} * M_{substance}}{Q_{prél} * t_{prél} * M_{dosée}}$$

Auteurs

Bibliographie

Maleic anhydride. Method n°25, 1985, 19 P.
In OSHA Analytical methods manual.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
015	Jusqu'au 25/09/2012	Création et mises à jour
015/V01.01	25/09/2012	Révision de la terminologie (VLEP-8h, VLCT, Dispositif de prélèvement et support de collecte, eau ultra-pure, blanc de terrain et blanc de laboratoire)
M-217/V01	Novembre 2015	Mise en ligne