

Mélange d'anhydrides HHPA et MHPA M-419

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur cassette et l'analyse par HPLC détection UV de la (des) substance(s) : **MHPA ; HHPA**.

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-419

1. Substances

1.1. Informations générales

Nom
MHPA
HHPA

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
MHPA	25550-51-0	C ₉ H ₁₂ O ₃	168,2	Anhydride méthylhexahydroptalique, Anhydride hexahydrométhylptalique
HHPA	85-42-7	C ₈ H ₁₀ O ₃	154,17	Anhydride hexahydroptalique, Anhydride cyclohexane-1,2-dicarboxylique, Anhydride cyclohexane-1,2-dicarboxylique

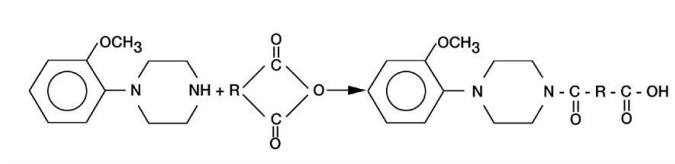
Substance	données de validation
MHPA	Validation_310
HHPA	Validation_310

1.2. Famille de substances

- ANHYDRIDES

1.3. Principe et informations

La détermination des concentrations en anhydrides d'acide dans les atmosphères de travail est réalisée par prélèvement de l'air à l'aide d'une cassette porte-filtre fermée, en polypropylène opaque (ou polypropylène blanc, résistant aux solvants), contenant un filtre-ou membrane- tampon puis un filtre en fibre de quartz de diamètre 37 mm, imprégné d'un réactif de dérivation. Ce réactif, la 1-(2-méthoxyphényl) pipérazine, réagit avec les anhydrides présents sur le support de collecte pour former des amides selon le schéma suivant :



Les dérivés retenus sur le dispositif sont ensuite désorbés par l'acétonitrile et analysés par chromatographie en phase liquide avec détection UV.

2. Principe de prélèvement et d'analyse

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

Type de prélèvements _____ Actif

En savoir plus sur ce type de prélèvement

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ ULTRAVIOLET (UV)

3. Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
MHHPA	20 µg	400 µg
HHPA	20 µg	400 µg

4. Liste des réactifs

- 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE
- ACETONITRILE
- EAU
- HYDROGENOPHOSPHATE DE POTASSIUM
- TETRAHYDROFURANE

consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire

5. Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosols

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 1

5.1 Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ CASSETTE POLYPROPYLENE 37 mm 2 pièces

Support ou substrat de collecte _____ FILTRE FIBRE DE QUARTZ IMPREGNE

Préparation du substrat :

Préparation de la solution d'imprégnation (réactif de dérivation) :

Préparer une solution à 3 g/L de méthoxyphényl pipérazine dans le tétrahydrofurane (THF).

Imprégnation des filtres :

Imprégner les filtres par trempage et agitation du filtre dans une quantité suffisante (pour les recouvrir) de solution réactive de mpp/THF. Les laisser sécher à l'air libre jusqu'à évaporation totale du solvant.

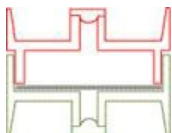
Conservation des filtres imprégnés :

Utiliser les filtres dans les 3 semaines qui suivent leur imprégnation.

Commentaires, conseils, consignes :

Cassette porte-filtre fermée, **en polypropylène opaque ou propylène blanc** (résistant aux solvants) contenant un filtre en fibre de quartz de diamètre 37 mm imprégné, posé au-dessus d'un filtre-tampon.

Tester l'étanchéité du dispositif de prélèvement.



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

La pureté du réactif (mpp) et la conservation dans le temps de la solution d'imprégnation peuvent influencer sur la qualité des blancs-filtres et sur la limite de quantification LQa.

5.2. Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 1

Temps de prélèvement maximum en heures _____ 8

5.3. Pompe de prélèvement

Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

5.4. Conditionnement particulier

Description :

Refermer hermétiquement les cassettes et **les placer, dans les 24 heures, à -20°C.**

5.5. Compléments

Un blanc de terrain au moins est réalisé pour chaque série de prélèvements, la cassette étant alors ouverte sur le lieu de prélèvement au début de la série et refermée immédiatement avec le même type de bouchons que les cassettes de prélèvement.

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

6. Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire

6.1 Préparation de l'analyse

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Commentaires sur les étapes :

Le protocole d'analyse décrit ci-après permet de prendre en compte un éventuel dépôt de la (des) substance(s) sur les parois de la cassette.

La désorption du (des) dérivé(s) retenu(s) sur le dispositif est effectuée à l'aide des ultra-sons.

Durée de conservation testée et validée pour les échantillons préparés _____ 8 jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Effectuer l'analyse des échantillons désorbés (échantillons prélevés et étalons) dans les 8 jours.

1 technique de préparation d'analyse :

Technique de préparation d'analyse N° 1

Solvant ou solution _____ ACETONITRILE

Type de préparation _____ Désorption

Volume _____ 6 mL

Ultrasons _____ 15 min

Filtration :

Sur filtre 0,45 µm, 25 mm, en polyamide.

Commentaires :

Placer le filtre dans un flacon à vis étanche et désorber par 5 mL d'acétonitrile. Rincer les parois de la cassette avec 1 mL à rajouter dans le flacon contenant le filtre imprégné.

Passage aux ultra-sons pendant 15 min puis filtration sur filtre 0,45 µm lors du transfert dans le vial d'injection.

6.2 Conditions analytiques

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ PHASE INVERSE C18

Détecteur _____ ULTRAVIOLET (UV)

Phase mobile _____
▪ ACETONITRILE
▪ EAU

6.3 Etalonnage et expression des résultats

La technique d'étalonnage utilisée lors du développement de la méthode **revêt un caractère obligatoire** pour atteindre le niveau de performances indiqué (sensibilité, rendements, précision).

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ACETONITRILE

Commentaires:

L'étalonnage est réalisé par reconstitution de matrice.

Le conditionnement des dispositifs à prévoir pour la préparation des étalons, doit être identique à celui des dispositifs utilisés pour les prélèvements (intégrant la conservation entre prélèvement et analyses).

Les étalons sont :

- préparés à partir de la (des) substance(s) de référence (par exemple, mélange d'isomères disponible commercialement), la préparation comprenant la mise en solution, le dépôt et la dérivation sur les filtres imprégnés préalablement conditionnés - voir ci-dessus-
- désorbés selon le même protocole que les échantillons prélevés.

La droite d'étalonnage est établie à partir de **l'aire totale des pics repérés pour l'anhydride dosé**.

Des données complémentaires sont fournies dans le document Données de validation.

Calcul de la concentration atmosphérique

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif:

Reporter sur la droite d'étalonnage **l'aire totale des pics repérés pour l'anhydride dosé**.

L'aire moyenne obtenue pour les blancs-filtres peut être systématiquement soustraite de l'aire des pics étalons et échantillons.

En déduire la concentration en anhydride dans les désorbats (C_i en $\mu\text{g/mL}$).

Quantité d'anhydride (Mp) sur le dispositif de prélèvement = $M_p (\mu\text{g}) = (C_i \times V_i)$

$C_i (\mu\text{g/mL})$ = concentration en anhydride dans le désorbat

$V_i (\text{mL})$ = volume du solvant de désorption.

7. Auteurs

metropol@inrs.fr

8. Bibliographie

9. Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-419/V01	03/2017	Création