

Anhydride Maléique M-6

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

Anhydride Maléique

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-6

Ancien numéro de fiche _____ 015

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Anhydride maléique	FT Anhydride maléique

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire
Anhydride maléique	108-31-6	C ₄ H ₂ O ₃	98,06

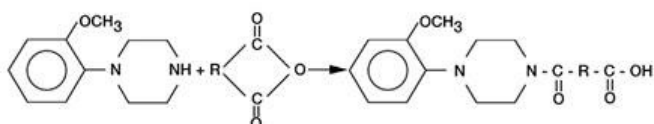
Substance	données de validation
Anhydride maléique	Validation_5

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 maléique	1,2 µg	15,8 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

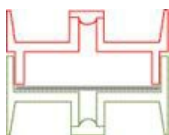
Préparation du substrat :

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>

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

Compléments :

Auteurs

metropol@inrs.fr

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	Paragraphes concernés
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)	Toute la fiche
M-6/V01	dec 2015	Mise en ligne	