

NPip M-318

Prélèvement : Actif sur cartouche d'acide sulfamique ; cartouche de florisil®

Analyse : CPG détection TEA

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-318

Ancien numéro de fiche _____ 031

Substances

Informations générales

Nom
N-nitrosopipéridine

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
N-nitrosopipéridine	100-75-4	C ₅ H ₁₀ N ₂ O	114,17	N-NITROSOPIPERIDINE, NPip, 1-nitrosopipéridine

Substance	données de validation
N-nitrosopipéridine	Validation_227

Famille de substances

- N-NITROSAMINES VOLATILES

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

En savoir plus sur ce type de prélèvement ¹

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

Nom du dispositif _____ cartouche d'acide sulfamique ; cartouche de florisil®

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Injecteur _____ SPLIT/SPLITLESS

Détecteur _____ TEA (THERMO ENERGY ANALYSER)

Domaine d'application

Substance
N-nitrosopipéridine

Liste des réactifs

- ACETONE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

² <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Les dispositifs de prélèvements actifs pour les gaz et vapeurs ³

³ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 2

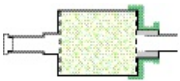
Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CARTOUCHE
 Support ou substrat de collecte _____ ■ ACIDE SULFAMIQUE
 Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 500

Préparation du substrat :

L'acide sulfamique est maintenu par une grille métallique à l'entrée de la cartouche et un tampon de mousse polyuréthane à la sortie de la cartouche.

Commentaires, conseils, consignes :



Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CARTOUCHE
 Support ou substrat de collecte _____ ■ ACIDE SULFAMIQUE
 ■ SILICATE DE MAGNESIUM (FLORISIL®)
 Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 500

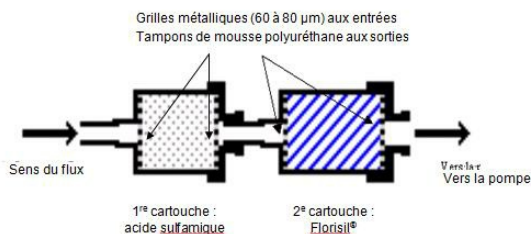
Préparation du substrat :

Un mélange de 500mg de Florisil® / acide sulfamique (95/5) est introduit dans la cartouche et maintenu entre une grille métallique à l'entrée et un tampon de mousse polyuréthane à la sortie.

Commentaires, conseils, consignes :



Schéma du dispositif en série



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 1
 Débit maxi (L/min) _____ 2

Particularités, commentaires, conseils :

Le volume de prélèvement recommandé est de 250 à 300 L. Un prélèvement à 3 ou 4 L/min est possible pendant 20 à 60 minutes.

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 1 à 3 L/min
- Pompe à débit de 3 à 10 L/min

Compléments

La nitrosamine est retenue sur le Florisil ®. La cartouche d'acide sulfamique placée avant permet de retenir les éventuelles amines présentes dans l'atmosphère et d'inhiber leur nitrosation.

Préparation des dispositifs de prélèvement 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

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Les prélèvements doivent être conservés à au moins -10°C dès leur arrivée au laboratoire d'analyse.

Séparation des dispositifs _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Commentaires sur les étapes :

Seule la deuxième cartouche contenant le Florisil ® est traitée.

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Les solutions de désorption sont conservées à au moins -10°C.

1 étape de préparation :

Étape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ ACETONE

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 2 mL

Temps de passage (percolation) _____ 1 min

Commentaires :

La désorption est réalisée par percolation du solvant à contre courant par rapport au sens de circulation de l'air lors du prélèvement et à débit d'environ 2 mL/min. Environ 1,5 mL de solvant sont récoltés et sont déterminés précisément par gravimétrie.

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 GAZEUSE

Injecteur _____ ■ SPLIT/SPLITLESS

Colonne _____ ■ POLAIRE

Détecteur _____ ■ TEA (THERMO ENERGY ANALYSER)

Étalonnage 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<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage/metropol-analyse-etalonage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

Réaliser la courbe d'étalonnage en préparant des solutions à partir de standards purs commercialisés.

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

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

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- [1] Nitrosamines. Method 2522, issue 2, 15 August 1994, 4 p .in NIOSH manual of analytical methods.
- [2] OSHA – Analytical methods manual. Method n° 27 OSHA - Analytical methods manual, 1985.
- [3] N-Nitrosamine-4-GC-ZH 1/120.23. September 1992.- Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften. Alte Heerstrasse 111, 5205, Sankt Augustin 2.
- [4] B. OURY, J.C. LIMASSET, J.C. PROTOIS - Assessment of exposure to carcinogenic N-nitrosamines in the rubber industry. International Archives of Occupational and Environmental Health, 1997, 70, pp. 261-271.
- [5] Technische Regeln für Gefahrstoffe. TRGS 552 : N-Nitrosamine. Ausschuss für Gefahrstoffe (AGS) Bundesministerium für Arbeit und Soziales (BMAS), 2007.
- [6] P. DUCOS, J.C. LIMASSET, C. MAIRE, M. LAFONTAINE, S. TRUY, A. HESBERT, M. LEMONIER et C. CAVELIER - N-Nitrosodiéthanolamine dans les fluides de coupe synthétiques. Évaluation du risque. Mesure envisageable. Cahiers de notes documentaires, 1979, 95, ND 1180, pp. 249-257.
- [7] P. DUCOS, C. MAIRE, J.C. LIMASSET - N-Nitrosodiéthanolamine in anti-freeze. Environmental Research, 1983, 31, pp. 95-99.
- [8] P. DUCOS - Nitrosamines et exposition professionnelle. Cahiers de notes documentaires, 1983, 111, ND 1418, pp. 177-181.
- [9] P. DUCOS, R. GAUDIN, C. MAIRE, T. MAVELLE, B. BOUCHIKHI et G. DEBRY. Occupational exposure to volatile Nitrosamines in foundry using the Ashland core-making process. Environmental Research, 1988, 47, pp. 72-78.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
031	Jusqu'au 17/10/2007	Création + mises à jour
031/V01	17/10/2007	Référence aux TRK allemandes Nouvelle présentation Création de l'historique
031/V02.01	31/05/2013	Détails relatifs au dispositif de prélèvement à 2 cartouches Numérotation des annexes Révision de la terminologie
031/V03.01	15/12/2014	Valeurs limites de référence Document de référence [5]
M-318/V01	Janvier 2016	Mise en ligne, séparation des substances.