

## Morpholine M-204

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur tube de Chromosorb® imprégné et l'analyse par CPG détection thermoionique de la (des) substance(s) : **Morpholine**.

Données de validation \_\_\_\_\_ Validation partielle

Numéro de la méthode \_\_\_\_\_ M-204

Ancien numéro de fiche \_\_\_\_\_ 025

### 1. Substances

#### 1.1. Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Morpholine	<b>FT Morpholine</b>

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm <sup>3</sup> )
Morpholine	110-91-8	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> NO	87,14	1

Substance	données de validation
Morpholine	Validation_167

#### 1.2. Famille de substances

- AMINES ALIPHATIQUES

#### 1.3. Principe et informations

Cette méthode s'applique à la majorité des amines non aromatiques. Toutefois, certaines amines répondent mieux en HPLC.

Le support de collecte Chromosorb®P a été retiré de la vente. En l'absence d'un fournisseur connu, les méthodes sur gel de silice (**M-368**<sup>1</sup>) peuvent être mises en œuvre pour la plupart des amines aliphatiques, sous réserve de validation par l'utilisateur du respect des exigences de la norme X-43-267.

<sup>1</sup> [http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL\\_368](http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_368)

### 2. Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique \_\_\_\_\_ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements \_\_\_\_\_ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement

Technique analytique \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Injecteur \_\_\_\_\_ SPLIT/SPLITLESS

Détecteur \_\_\_\_\_ DETECTION THERMOIONIQUE

### 3. Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif	Volume prélevé
Morpholine	0,21 mg	4,2 mg	30 Litres

### 4. Liste des réactifs

- HYDROXYDE D'AMMONIUM
- METHANOL

## Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire

## 5. Méthode de prélèvement

## Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs

## 5.1 Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ TUBE 150 mm diam 8 mm

Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ CHROMOSORB P IMPREGNE

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) \_\_\_\_\_ 1300

## Préparation du substrat :

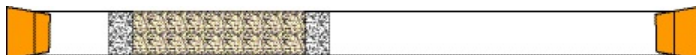
Imprégner 100 g de CHROMOSORB P avec 80 mL d'acide sulfurique à 0,5 M et une quantité d'eau suffisante pour mouiller le support. L'eau est ensuite évacuée sous vide à 40°C pendant environ 2 heures. Le support imprégné est étuvé une nuit à 40°C pour séchage puis tamisé.

La quantité d'amine piégeable est proportionnelle à la quantité d'acide sulfurique, ce qui correspond pour un prélèvement de 30 L et un tube de 1,3 g à une concentration de l'ordre de 800 ppm pour la diéthylamine.

Il est donc recommandé de vérifier après traitement le pourcentage exact d'acide sur le support (méthode titrimétrique).

## Commentaires, conseils, consignes :

Entre deux tampons de laine de verre on introduit 1,3 g de Chromosorb P imprégné.



## 5.2. Conditions de prélèvement

## 5.2.1. Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,200

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 1

## 5.3. Pompe de prélèvement

Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

## 5.4. Compléments

L'amine est transformée en sulfate pendant l'échantillonnage et est régénérée par neutralisation (pH basique) avant l'analyse en CPG

**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

## 1 technique de préparation d'analyse :

## Technique de préparation d'analyse N° 1

Solvant ou solution \_\_\_\_\_

- METHANOL
- SOUDE

Type de préparation \_\_\_\_\_ Désorption

Volume \_\_\_\_\_ 10 mL

Temps d'agitation \_\_\_\_\_ 15 min

**Autres conditions de préparation :**

Boucher rapidement avant agitation. Laisser reposer les solutions au moins 30 minutes avant de procéder à l'analyse.

**6.1.2. Description****Réalisation de la solution de désorption :**

Réaliser une solution méthanolique de soude en dissolvant 1,25 g de soude en pastille pour 125 mL de méthanol.

**6.2 Conditions analytiques**

**Technique analytique** \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

**Injecteur** \_\_\_\_\_ SPLIT/SPLITLESS

**Colonne** \_\_\_\_\_ APOLAIRE

**Détecteur** \_\_\_\_\_ DETECTION THERMOIONIQUE

**6.3 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**

**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

**Calcul de la concentration atmosphérique****Compléments :**

Il est également possible de réaliser l'analyse avec un détecteur par ionisation de flamme mais le détecteur thermoionique est plus sensible

**7. Auteurs**

metropol@inrs.fr

**8. Bibliographie****9. Historique**

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-204/V01	Novembre 2015	Mise en ligne, création de l'historique, séparation des substances de la fiche 025
M-204/V01.1	Septembre 2016	info Chromosorb P