

Morpholine M-368

Prélèvement : Actif sur tube de gel de silice

Analyse : HPLC phase inverse détection UV

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-368

Ancien numéro de fiche _____ 026

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Morpholine	FT-Morpholine

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

Substance	données de validation
Morpholine	Validation_275

Famille de substances

- AMINES ALIPHATIQUES

Principe et informations

L'amine est prélevée au travers d'un tube rempli de gel de silice, puis désorbée par l'acétonitrile en présence d'un réactif de dérivation : le chlorure de toluyle. L'échantillon dérivé est alors analysé par chromatographie en phase liquide avec détection UV.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général du prélèvement. ¹

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

Nom du dispositif _____ tube de gel de silice

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
Morpholine	350 µg	3,5 mg

Liste des réactifs

- ACETONITRILE
- ACIDE CHLORHYDRIQUE
- CHLORURE DE m-TOLUOYLE
- DICHLOROMETHANE
- EAU ULTRAPURE
- HYDROXYDE D'AMMONIUM
- HYDROXYDE DE POTASSIUM
- HYDROXYDE DE SODIUM
- SULFATE DE MAGNESIUM ANHYDRE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

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

Méthode de prélèvement

Dispositif de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeur ³

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

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

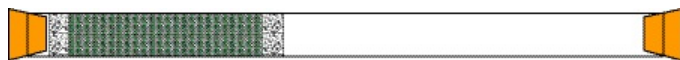
Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ▪ TUBE 50 mm diam 6 mm

Support ou substrat de collecte _____ ▪ GEL DE SILICE 35-70 Mesh

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 350

Commentaires, conseils, consignes :



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 0,500

Débit maxi (L/min) _____ 1

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

Temps de prélèvement maximum _____ 2

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Préparation des dispositifs de prélèvement ⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/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

Commentaires sur les étapes :

Désorption et dérivation.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ REACTIF
Type de préparation _____ ■ Désorption

Commentaires :

Verser le contenu du tube dans un flacon de 15 mL.
 Effectuer l'étape de dérivation.

Dérivation

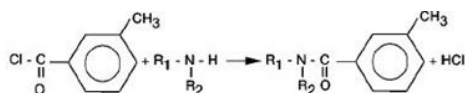
Moment de la dérivation _____ lors de la préparation de l'échantillon

Réactif _____ ■ CHLORURE DE TOLUOYLE

Temps de dérivation _____ 10 min

Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

Les amines aliphatiques se dosent dérivées avec le chlorure de toluoyle, selon la réaction suivante :



Commentaires :

Ajouter 5 à 10 mL du réactif de dérivation : acétonitrile contenant du chlorure de m-toluoyle (4.10^{-2} M) et 0,2 mL de NaOH ou KOH 5 M.
 Agiter mécaniquement pendant 10 minutes.
 Ajouter ensuite 0,2 mL de NH_4OH pour détruire l'excès de réactif.
 Agiter à nouveau 10 minutes.
 Doser l'échantillon.

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 INVERSE C18
Détecteur _____ ■ ULTRAVIOLET (UV)
Phase mobile _____ ■ ACETONITRILE
 ■ EAU TAMPONNEE

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:

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

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

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

P. SIMON et C. LEMACON - Determination of aliphatic primary and secondary amines and polyamines in air by high performance liquid chromatography. Analytical chemistry, 1987, 59, pp. 480-484.

Historique

VERSION	DATE	MODIFICATION(S) FAISANT OBJET DE LA NOUVELLE VERSION
026/V01.01	2013	Création
M-368/V01	Mai 2016	Mise en ligne dans la nouvelle version, séparation des substances.