

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Conditions analytiques

Substance _____ Acroléine
Existe-t-il une VLEP-CT ? _____ oui
VLEP-CT _____ 0,25 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document

Outil65 ¹

¹ <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil65>

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,5 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

VANNE BOUCLE 20 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE C18

Granulométrie _____ 5µm

Longueur _____ 25cm

Diamètre _____ 4,6mm

Commentaires _____ La granulométrie de la colonne doit être de 3 à 5 µm.

1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 370

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Commentaires / Débit
METHANOL	60	non	1 mL/min
EAU	40	non	

Informations complémentaires

Fabrication du dérivé

DISSOLUTION DE LA DINITRO-2,4-PHÉNYLHYDRAZINE (DNPH)

- Dans un erlenmeyer de 500 mL, peser 1 g de DNPH 70 % (35.10⁻⁴ mole). Ajouter 250 mL d'acide chlorhydrique 2 N et chauffer à 80°C jusqu'à dissolution totale de la DNPH.
- Filtrer, si nécessaire, pour obtenir une solution parfaitement limpide : solution A.

PRÉPARATION DU DÉRIVÉ ACROLÉINE

- Introduire dans la solution A maintenue sous agitation : 80 µL d'acroléine.

- L'hydrazone forme un précipité jaune.
- Chauffer à ébullition.
- Laisser refroidir.
- Filtrer sur fritté n° 4.
- Laver avec 20 mL de méthanol.
- Sécher à 70°C.
-
- Recristallisation
- Introduire 118 mg de précipité sec dans une fiole adaptée.
- Ajouter 5 mL d'éthanol absolu puis 2 mL de toluène.
- Amener à ébullition jusqu'à dissolution complète.
- Laisser au repos pendant une nuit.
- Filtrer sur fritté n° 4 et laver avec 20 mL d'un mélange éthanol - eau (50/50).
- Sécher à 70°C.
- Poids sec : 85 mg (rendement = 72 %).
- Point de fusion : 164-165°C.