

## Acétaldéhyde M-66

**Prélèvement :** Actif sur cartouche de silice imprégnée

**Analyse :** HPLC phase inverse détection UV

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

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-66

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 001

### Substances

#### Informations générales

Nom
Acétaldéhyde

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Acétaldéhyde	75-07-0	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O	44,06	Aldéhyde acétique

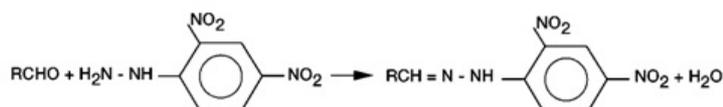
Substance	données de validation
Acétaldéhyde	Validation_15

#### Famille de substances

- ALDEHYDES

#### Principe et informations

L'acétaldéhyde est piégé et dérivé directement sur le dispositif de prélèvement imprégné de 2-4 Dinitrophénylhydrazine (DNPH) selon la réaction ci-dessous. C'est l'hydrazone qui est ensuite analysée.



#### Principe de prélèvement et d'analyse

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

**Type de prélèvements** \_\_\_\_\_ Actif

**En savoir plus sur ce type de prélèvement** <sup>1</sup>

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

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ cartouche de silice imprégnée

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

**Injecteur** \_\_\_\_\_ PASSEUR AUTOMATIQUE

**Détecteur** \_\_\_\_\_ ULTRAVIOLET (UV)

#### Domaine d'application

Substance
Acétaldéhyde

## Liste des réactifs

- 2-4 DINITROPHENYLHYDRAZINE
- ACETONITRILE
- ACIDE PHOSPHORIQUE
- DICHLOROMETHANE
- METHANOL

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire <sup>2</sup>

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

## Méthode de prélèvement

Les dispositifs de prélèvements actifs pour les gaz et vapeurs<sup>3</sup>

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

### Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ ■ CARTOUCHE en VERRE 4 mL

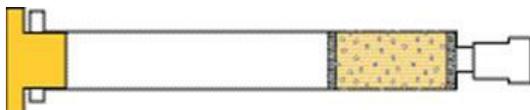
Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ■ GEL DE SILICE IMPREGNE

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) \_\_\_\_\_ 500

#### Préparation du substrat :

La silice est imprégnée avec 1 % de **DNPH** (2-4 Dinitrophényl hydrazine) et elle est maintenue par des pastilles en teflon.

#### Commentaires, conseils, consignes :



##### ■ Préparation du gel de silice imprégné

Introduire, dans le ballon de 500 mL, 50 g de gel de silice.

Ajouter une solution constituée de 0,7 g de DNPH à 70 % dans 200 mL d'acétonitrile préalablement acidifié avec 2 mL d'H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ou 0,5 ml HCl.

Évaporer l'acétonitrile sous vide à 40°C maximum (évaporateur rotatif).

Stocker le gel de silice imprégné à 4°C, à l'abri de la lumière, dans un flacon bouché hermétiquement.

##### ■ Préparation des cartouches

Les cartouches sont ensuite remplies d'une plage de gel de silice imprégné maintenue par des frittés en teflon.

La capacité de piégeage d'un tube contenant 500 mg de gel de silice est de  $2,5 \cdot 10^{-5}$  mole d'aldéhyde monofonctionnel.

##### ■ Précautions

La préparation des tubes et du gel de silice doit être effectuée dans un milieu exempt d'acétone.

##### ■ Autres dispositifs

L'utilisation de dispositifs commerciaux est tout à fait possible. Dans ce cas, il est impératif de suivre les recommandations du fabricant pour le prélèvement et l'analyse.

## Conditions de prélèvement

### Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,200

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 1

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

Temps de prélèvement maximum \_\_\_\_\_ 8

### Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

## Compléments

Si les prélèvements sont effectués à température et humidité relativement élevées, il y a risque de saturation du support imprégné.

Lors de travaux souterrains, la présence d'oxyde d'azote (par exemple NO<sub>2</sub>) à très forte concentration peut provoquer la formation de 2,4-dinitrophényl-azide et la destruction des dérivés déjà formés, particulièrement avec les aldéhydes insaturés.

En savoir plus sur ce dispositif<sup>4</sup>

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

## Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>5</sup>

<sup>5</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

## Préparation de l'analyse

**Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements** \_\_\_\_\_ 8 jours

**Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :**

Au réfrigérateur

**Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :**

Eviter un délai trop long entre la désorption et l'analyse.

### 1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

**Solvant ou solution** \_\_\_\_\_ ■ ACETONITRILE

**Type de préparation** \_\_\_\_\_ ■ Percolation

**Volume** \_\_\_\_\_ 5 mL

**Commentaires :**

Percolation goutte à goutte. Le volume d'acétonitrile peut aller de 5 à 10 mL. Il sera déterminé précisément par pesée.

### Dérivation

**Moment de la dérivation** \_\_\_\_\_ lors du prélèvement

**Réactif** \_\_\_\_\_ ■ 2,4-DINITROPHENYLHYDRAZINE

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

Les dérivés sont appelés hydrazone.

	M1 Aldéhyde	M2 Hydrazone	n°CAS Hydrazone
Acétaldéhyde	44	224	1019-57-4
Formaldéhyde	30	210	1081-15-8
Glutaral	100	460	
Glyoxal	58	428	
Furfuraldehyde	96	276	
Acroléine	56	236	
Valéraldéhyde(iso et n)	86	266	2256-01-1 ;2057-84-3

### 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 polluants<sup>6</sup>

<sup>6</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/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 atmosphérique<sup>7</sup>

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

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

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

NF X 43-264. Air des lieux de travail - Prélèvement et dosage d'aldéhydes. Paris, AFNOR, Février 2002.

J.P. GUÉNIER, P. SIMON, J. DELCOURT, M.F. DIDIERJEAN, C. LEFEVRE, J. MÜLLER -

Sampling of aldehydes. Application to chromatographic determination of formaldehyde and acetaldehyde. Chromatographia, V. 18, n° 3, mars 1984, pp.134-144.

J. LANGE, S. ECKHOFF - Determination of carbonyl compounds in exhaust gas by using a modified DNPH-method. Fresenius J. Anal. Chem., 1993, 356, pp. 385-389.

U. KARST, N. BINDING, K. CAMMANN, U. WITTING - Interferences of nitrogen dioxide in determination of aldehydes and ketones by sampling on 2,4-dinitrophenylhydrazine-coats solid sorbent. Fresenius J. Anal. Chem., 1993, 345, pp. 48-52.

## Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
001	Jusqu'au 23/09/2004	Création et mises à jour
001/V01	15/09/2005	Nouvelle présentation et nouvelle numérotation  Introduction des cartouches et des supports prêts à l'emploi comme supports de prélèvement.  Historique
001/V1.01	17/10/2007	Conditions chromatographiques (longueur d'onde d'absorption maximale) pour l'analyse du glyoxal  Recristallisation des dérivés d'aldéhydes
M-66	novembre 2015	Mise en ligne avec la nouvelle base de données. Séparation des aldéhydes
M-66/V02	février 2016	Ajout d'une information sur l'utilisation des dispositifs commerciaux. Correction du type de pompe.