

## Morpholine M-204

**Prélèvement** : Actif sur tube de Chromosorb® imprégné

**Analyse** : CPG détection thermoionique

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

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-204

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 025

### Substances

#### 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

#### Famille de substances

- AMINES ALIPHATIQUES

#### 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)

#### Principe de prélèvement et d'analyse

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

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

**Principe général et mise en oeuvre pratique du prélèvement**<sup>2</sup>

<sup>2</sup> <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe.pdf>

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ tube de Chromosorb® imprégné

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

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

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

#### 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

## Liste des réactifs

- HYDROXYDE D'AMMONIUM
- METHANOL

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire <sup>3</sup>

<sup>3</sup><http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

## Méthode de prélèvement

Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs <sup>4</sup>

<sup>4</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

### 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 :

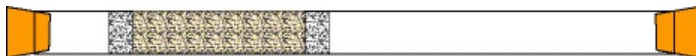
Imprégner 100 g de CHROMOSORB P avec 80 mL d' **acide sulfurique** à 0,5 M et une quantité d'eau suffisante pour mouiller le support. L'eau est ensuite évacuée sous vide à 40°C pendant environ 2 heures. Le support imprégné est étuvé une nuit à 40°C pour séchage puis tamisé.

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.



### Conditions de prélèvement

#### Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,200

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 1

#### Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

### 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 <sup>5</sup>

<sup>5</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>6</sup>

<sup>6</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/pdf/metropol-analyse-principe.pdf>

## Préparation de l'analyse

Nombre d'étapes de préparation \_\_\_\_\_ 1

### 1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution \_\_\_\_\_ ■ METHANOL  
■ SOUDE

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

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

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

#### Autres conditions de préparation :

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

## 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.

### 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 \_\_\_\_\_ ■ APOLAIRE

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

## 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<sup>7</sup>

<sup>7</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 :

Réaliser des étalons à partir d'une (de) substance(s) de référence, commerciale(s) ou synthétisée(s) en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons.

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>8</sup>

<sup>8</sup><https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

#### Compléments :

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

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

## 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