

## Diéthylamine M-350

**Prélèvement** : Actif sur tube de gel de silice

**Analyse** : HPLC phase inverse détection UV

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

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-350

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 026

### Substances

#### Informations générales

| Nom          | Fiche Toxicologique |
|--------------|---------------------|
| Diéthylamine | FT-Diéthylamine     |

| Nom          | Numéro CAS | Formule Chimique                 | Masse molaire | densité (g/cm <sup>3</sup> ) | Synonymes |
|--------------|------------|----------------------------------|---------------|------------------------------|-----------|
| Diéthylamine | 109-89-7   | C <sub>4</sub> H <sub>11</sub> N | 73,16         | 0,71                         | DEA       |

| Substance    | données de validation |
|--------------|-----------------------|
| Diéthylamine | Validation_259        |

#### 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.** <sup>1</sup>

<sup>1</sup> <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 |
|--------------|------------------------------------|------------------------------------|
| Diéthylamine | 141 µg                             | 1,81 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 <sup>2</sup>

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

## Méthode de prélèvement

### Dispositif de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeur <sup>3</sup>

<sup>3</sup> <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 <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> <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

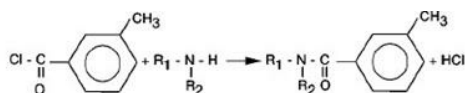
**Moment de la dérivation** \_\_\_\_\_ lors de la préparation de l'échantillon

**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  $\text{NH}_4\text{OH}$  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 polluants**<sup>6</sup>

<sup>6</sup> <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 atmosphérique<sup>7</sup>**

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

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

## 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-350/V01  | Mai 2016 | Mise en ligne dans la nouvelle version. Séparation des substances |