

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_369	N,N-Diméthyl-1-3-propanediamine M-369

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ 3-aminopropyldiméthylamine

Choix du domaine de validation :

Cette méthode s'applique à la majorité des amines non aromatiques primaires et secondaires mais, **pour cette amine**, elle n'a été validée que pour une quantité d'environ 1 mg sur le dispositif de prélèvement.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 1 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 10 µL

Programme de température _____ non

Commentaires :

10 à 20 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE

Nature phase _____ ■ C18

Granulométrie _____ 5 µm

Longueur _____ 25 cm

Diamètre _____ 4,6 mm

1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 250

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Commentaires / Débit
ACETONITRILE	55	non	Mélange acétonitrile/eau à moduler en fonction de l'amine à doser
EAU	45		
TRIETHYLAMINE	1	non	

Recommandations particulières :

Débit de l'éluant : 1 mL/min

1 % de triéthylamine est ajouté à l'éluant pour désorber le composé de la colonne.

Informations complémentaires

PRÉPARATION DES ÉTALONS

Préparation du dérivé :

Formation du dérivé

Diluer 0,75 g de chlorure de toluoyle dans 30 mL d'acétonitrile.

Ajouter un excès d'amine ($0,6 \cdot 10^{-2}$ mol), 5 mL de NaOH 20 % et agiter le mélange pendant 20 minutes.

Évaporer l'acétonitrile à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide à 45-50°C.

Récupération, lavage et séchage

Reprendre l'échantillon avec 20 mL de chlorure de méthylène.

Verser dans une ampoule à décanter et ajouter 30 mL d'une solution HCl 1 N. Faire l'extraction en éliminant la phase aqueuse.

Refaire une extraction en ajoutant de l'eau à la phase organique. Éliminer l'eau.

Récupérer la phase organique, la sécher par percolation sur $MgSO_4$ (2 passages successifs dans une cartouche remplie de $MgSO_4$).

Évaporer le solvant avec un évaporateur rotatif sous vide, à froid (ou à pression atmosphérique, à 40° C) pour récupérer l'extrait sec. Placer l'extrait au dessiccateur sous vide 24 heures.

La pureté du produit dérivé est vérifiée par une analyse en spectrométrie infrarouge ou spectrométrie de masse.

Préparation de la gamme d'étalons

Peser 10 mg de dérivé étalon, les dissoudre dans 10 mL d'acétonitrile. Si tout n'est pas soluble, ajouter une quantité connue de tétrahydrofurane.

Diluer ensuite cette solution mère pour obtenir la gamme d'étalonnage souhaitée.

ÉTALONNAGE

Injecter dans la colonne chromatographique une quantité aliquote de chaque solution étalon préparée. Trois solutions couvrant la plage des concentrations escomptées sont analysées.

Tracer une courbe d'étalonnage.

DOSAGE

Injecter les solutions de désorption (dispositifs utilisés, blancs de terrain, blancs de laboratoire) dans les mêmes conditions analytiques.

Diluer les échantillons trop concentrés jusqu'à une teneur correspondant à la gamme d'étalonnage.

La 3-(diméthylamino)propylamine n'est pas éluee dans ces conditions expérimentales. Ajouter 1 % de triéthylamine à l'éluant pour désorber le composé de la colonne.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration des échantillons est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage.

La concentration en amine dans l'atmosphère est donnée par :

$$C \text{ (mg / m}^3\text{)} = (C_x - C_b) \times \frac{v}{V} \times \frac{M_1}{M_2}$$

avec : C_x (mg/L) : concentration de dérivé dans la solution analysée

C_b (mg/L) : moyenne des concentrations de dérivé dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de la solution analysée

V (L) : volume d'air prélevé

M_1 (g/mol) : masse moléculaire de l'amine (cf. tableau ci-dessous)

M_2 (g/mol) : masse moléculaire de son dérivé (cf. tableau ci-dessous) % de récupération obtenue sur 4 essais de dopage avec 10 μ L de solution standard.

Masse moléculaire des amines et de leurs dérivés	M1	M2
N,N-diméthyl-1-3-propanediamine	102	220

% de récupération obtenu avec 10 μ L de solution standard.

Solution standard N,N-diméthyl-1-3-propanediamine (g/L)	% récupération
81,20	97