

N,N-Diméthyl-1-3-propanediamine M-369

Prélèvement : Actif sur tube de gel de silice

Analyse : HPLC détection UV

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-369

Ancien numéro de fiche _____ 026

Substances

Informations générales

Nom
3-aminopropyldiméthylamine

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm ³)	Synonymes
3-aminopropyldiméthylamine	109-55-7	C ₅ H ₁₄ N ₂	102,21	0,82	N,N-DIMETHYL-1-3-PROPANEDIAMINE, N,N-DIMETHYLTRIMETHYLENEDIAMINE

Substance	données de validation
3-aminopropyldiméthylamine	Validation_276

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 toluoyle. 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. ¹

¹ <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 maximum sur le dispositif
3-aminopropyldiméthylamine	812 µg

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 ²

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

Méthode de prélèvement

Dispositif de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeur ³

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

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 1

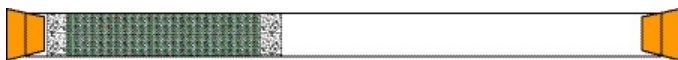
Dispositif de prélèvement

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 ⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁵

⁵ <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

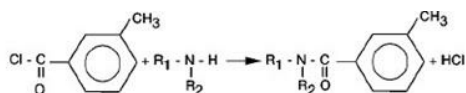
Moment de la dérivation _____ lors de la préparation de l'échantillon

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 NH_4OH 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
■ TRIETHYLAMINE

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 polluants⁶

⁶ <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 atmosphérique⁷

⁷<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-369/V01	Mai 2016	Mise en ligne dans la nouvelle version, séparation des substances.