

iso et n Valéraldéhyde M-71

Prélèvement : Actif sur cartouche de silice imprégnée

Analyse : HPLC phase inverse détection UV

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-71

Ancien numéro de fiche _____ 001

Substances

Informations générales

Nom
Aldehyde valérique
Aldéhyde isovalérique

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Aldehyde valérique	110-62-3	C ₅ H ₁₀ O	86,1	n-Valéraldéhyde
Aldéhyde isovalérique	590-86-3	C ₅ H ₁₀ O	86,1	Iso valéraldéhyde

Substance	données de validation
Aldehyde valérique	Validation_13
Aldéhyde isovalérique	Validation_13

Famille de substances

- ALDEHYDES

Principe et informations

La 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH), présente sur le support du dispositif de prélèvement, réagit avec le valéraldéhyde sous ses deux formes isomères pour former les 'hydrazones correspondantes, qui seront analysées en chromatographie liquide haute performance.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

En savoir plus sur ce type de prélèvement ¹

¹ <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
Aldehyde valérique
Aldéhyde isovalérique

Liste des réactifs

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

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

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

Méthode de prélèvement

Les dispositifs de prélèvements actifs pour les gaz et vapeurs ³

³ <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_3PO_4 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 NO₂) 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 dispositif⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁵

⁵<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 :

Étape 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 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>

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

■

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 dispositifs prêts à l'emploi comme dispositifs de prélèvement. Historique
001/V01.01	17/10/2007	Conditions chromatographiques (longueur d'onde d'absorption maximale) pour l'analyse du glyoxal Recristallisation des dérivés d'aldéhydes
001/V01.02	25/09/2012	Révision de la terminologie
M-71/V01	nov 2015	Mise en ligne et séparation des substances
M-71/V02	Février 2016	Ajout d'une information sur l'utilisation des dispositifs commerciaux. Correction du type de pompe.