

Hydrazines M-12

Prélèvement : Actif sur tube de Chromosorb® imprégné

Analyse : HPLC détection UV

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-12

Ancien numéro de fiche _____ 063

Substances

Informations générales

Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
N,N-Diméthylhydrazine	C1B	CMR-INRS	
Hydrazine monohydratée		CMR-INRS	FT Hydrazine
Hydrazine	C1B	CMR-INRS	FT Hydrazine

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm ³)	Synonymes
N,N-Diméthylhydrazine	57-14-7	C ₂ H ₈ N ₂	60,10	0,786	UDMH, Unsymétrical diméthyl hydrazine
Hydrazine monohydratée	7803-57-8	N ₂ H ₄ H ₂ O	50,06	1,032	
Hydrazine	302-01-2	H ₄ N ₂	32,06	1,03	

Substance	données de validation
N,N-Diméthylhydrazine	Validation_20
Hydrazine monohydratée	Validation_21
Hydrazine	

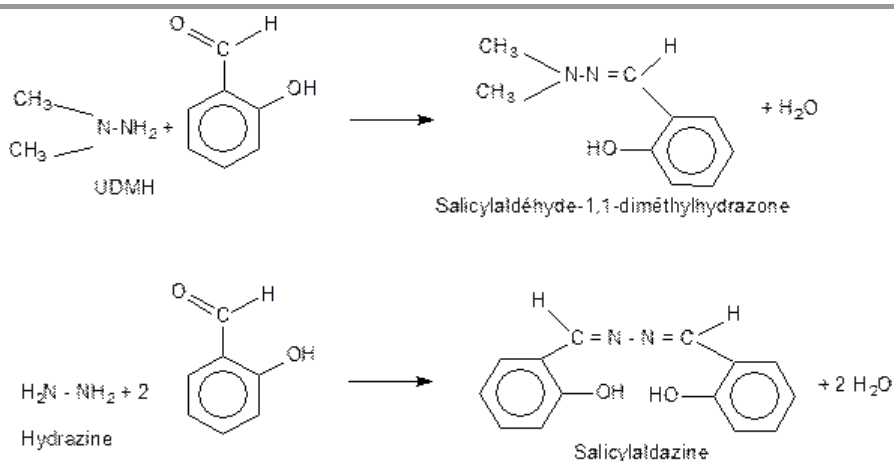
Famille de substances

- HYDRAZINES

Principe et informations

Cette méthode s'applique à l'UDMH qui, associée (dans un rapport 75/25) à l'hydrate d'hydrazine, constitue l'Ergol UH 25, agent de propulsion de nombreux lanceurs spatiaux (exemple : Ariane 4). Lorsque l'**hydrazine** est seule présente dans l'atmosphère, une autre méthode peut être utilisée.

L'UDMH et l'hydrate d'hydrazine sont piégés sur un support inerte imprégné d'acide sulfurique et analysés par chromatographie en phase liquide après dérivation par l'aldéhyde salicylique.



Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement ¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ tube de Chromosorb® imprégné

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
N,N-Diméthylhydrazine	1,2 µg	60 µg
Hydrazine monohydratée	0,6 µg	30 µg
Hydrazine		

Liste des réactifs

- ACETONITRILE
- ACIDE SULFURIQUE
- ALDEHYDE SALICYLIQUE
- BORATE DE SODIUM
- EAU
- METHANOL

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 vapeur³

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

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

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ TUBE 70 mm diam 6 mm

Support ou substrat de collecte _____ ■ CHROMOSORB P IMPREGNE

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 250

Préparation du substrat :

Support inerte du type "terre de diatomées" comme le chromosorb P NAW.

Laver plusieurs fois le support à l'eau déionisée et le mettre à sécher à l'étuve à 110°C pendant une nuit. Laisser refroidir.

Diluer une quantité d' **acide sulfurique** concentré, égale à 20 % du poids du support à imprégner, dans un volume de méthanol suffisant pour recouvrir tout le support. Evaporer ensuite le méthanol à l'aide d'un évaporateur rotatif à 30°C sous vide.

Commentaires, conseils, consignes :

Le support est maintenu dans le tube par des tampons de laine de verre.



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 0,500

Débit maxi (L/min) _____ 1

Temps de prélèvement maximum _____ 8

Particularités, commentaires, conseils :

Volume recommandé 30 à 120 L

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise⁴

⁴ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/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 _____ 14 jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Conservation testée sur 3 jours et 14 jours

Séparation des plages _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

1^{ère} étape extraction suivie d'une deuxième étape de dérivation

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Séparation des plages _____ oui
Solvant ou solution _____ ■ EAU
Type de préparation _____ ■ Désorption
Volume _____ 5 mL
Temps de centrifugation et vitesse _____ 10 min
Vitesse _____ 4000 tours par minute

Commentaires :

prélever 2 mL et passer à la dérivation

Dérivation

Moment de la dérivation _____ lors de la préparation de l'échantillon
Réactif _____ ■ ALDHEYDE SALICYLIQUE
Temps de dérivation _____ 15 mn

Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

Nom du dérivé UDMH : Salicyaldéhyde-1,1-diméthylhydrazone
 Nom du dérivé Hydrazine : Salicylaldazine

Commentaires :

- Transférer, en flacons de 5 mL, des aliquotes de 2 mL des solutions de centrifugation. Ajouter 25 µL d'une solution d'aldéhyde salicylique à 2 % dans l'acétonitrile et agiter quelques minutes.
 - Laisser reposer 15 minutes à l'**obscurité**.
 - Tamponner à pH 7 - 8 par addition d'1 mL d'une solution de borate de sodium (0,3 N). Chauffer au bain-marie ou à l'étuve à 70°C pendant 30 minutes au minimum.
 - Laisser refroidir à température ambiante.
- Faire l'analyse

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Une filtration sur membrane (0,45µm) est à proscrire car entraînant des pertes importantes.

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
 ■ ACIDE SULFURIQUE.
 ■ EAU

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

L'éluant est à optimiser en fonction du type de colonne choisie.

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-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

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

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
063	Jusqu'au 16/11/2006	Création et mises à jour
063/V01.01	17/11/2006	Granulométrie du support contenu dans le dispositif de prélèvement Création de l'historique
063/V01.02	15/07/2013	Révision de la terminologie
M-12/V01	Novembre 2015	Mise en ligne