

Amitrole M-337

Prélèvement : Actif sur cassette

Analyse : CPG détection thermo-ionique

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-337

Ancien numéro de fiche _____ 062

Substances

Informations générales

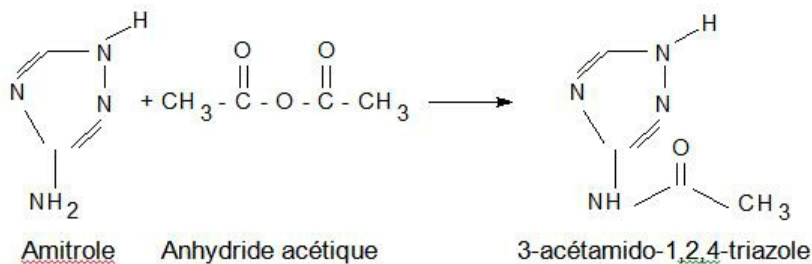
Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
Amitrole	R2	CMR-INRS	FT Amitrole

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Amitrole	61-82-5	C ₂ H ₄ N ₄	84,1	3-AMINO-1,2,4-TRIAZOLE

Substance	données de validation
Amitrole	Validation_243

Principe et informations

La détermination de la concentration en amitrole dans les atmosphères de travail est réalisée par prélèvement de l'air sur un filtre en fibre de quartz, suivi d'une désorption à l'acétone et dérivation à l'aide d'anhydride acétique. Le 3-acétamido-1,2,4-triazole formé est ensuite analysé par chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur thermoionique.



Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement ¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf>

Nom du dispositif _____ cassette

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Injecteur _____ SPLIT/SPLITLESS

Détecteur _____ DETECTION THERMOIONIQUE

Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
Amitrole	2 µg	40 µg

Liste des réactifs

- ACETONE
- ANHYDRIDE ACETIQUE
- TOLUENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

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

Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosol ³

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

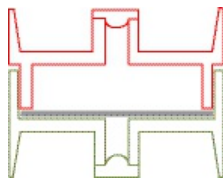
Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 1

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ▪ CASSETTE 25 mm 2 pièces

Support ou substrat de collecte _____ ▪ FILTRE FIBRE DE QUARTZ

Commentaires, conseils, consignes :



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit maxi (L/min) _____ 2

Particularités, commentaires, conseils :

Maximum 100 L d'air prélevés

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 1 à 3 L/min

En savoir plus sur ce dispositif ⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁵

⁵<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

L'amitrole piégé sur filtre se dégrade rapidement au cours du temps. Il est donc nécessaire de désorber et dériver l'amitrole **le jour-même**.

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

Désorption et dérivation

Durée de conservation testée et validée pour les

échantillons préparés _____ 12jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Le dérivé en solution est stable pendant 12 jours à température ambiante.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ ACETONE

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 2mL

Autres conditions de préparation :

A effectuer le jour-même du prélèvement : Le filtre est placé dans un flacon à vis étanche et désorbé par 2 mL d'acétone anhydre.
Dérivation réalisée dans le même temps par ajout de 15 µL d'anhydride acétique.
Agiter manuellement pendant 4 min environ.

Commentaires :

Préparation de l'acétone anhydre :
Acétone séchée sur tamis moléculaire 5 Å (conditionné pendant 12 heures à 250°C).

Dérivation

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

Réactif _____ ■ ANHYDRIDE ACETIQUE

Temps de dérivation _____ 1h

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

Dérivé formé : 3-acétamido-1,2,4-triazole

Commentaires :

La dérivation est réalisée par ajout de 15 µL d'anhydride acétique aux 2 mL du solvant de désorption (acétone anhydre).
Dérivation réalisée à température ambiante.

Description**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 GAZEUSE

Injecteur _____ ■ SPLIT/SPLITLESS

Colonne _____ ■ APOLAIRE

Détecteur _____ ■ DETECTION THERMOIONIQUE

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<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ ACETONE

Commentaires :

L'étalonnage externe est réalisé
soit avec le dérivé d' amitrole, isolé et purifié,
soit par dérivation directe de l' amitrole (dans les mêmes conditions que les échantillons).

Solutions étalons préparées à partir du dérivé d' amitrole isolé et purifié :

La dérivation de l' amitrole est réalisée de la façon suivante :

- mélanger 210 mg d' amitrole à 20 mL d' acétone sèche et 300 µL d' anhydride acétique.
- laisser le mélange sous agitation mécanique pendant une nuit.

Le dérivé obtenu est ensuite purifié :

- évaporer l' acétone à l' évaporateur rotatif,
- ajouter 20 mL de toluène et évaporer à l' évaporateur rotatif (le toluène entraîne l' acide acétique formé lors de la dérivation),
- ajouter 10 mL d' acétone et évaporer à l' évaporateur rotatif,
- ajouter 20 mL de toluène et évaporer à l' évaporateur rotatif.

Le dérivé isolé et purifié est conservé en flacon hermétiquement bouché, à température ambiante.

Sa pureté est contrôlée par chromatographie en phase gazeuse (présence d' un seul pic chromatographique).

Solutions étalons :

Le 3-acétamido-1,2,4-triazole est solubilisé dans l' acétone (7,5 mg de dérivé dans 5 mL d' acétone) puis des quantités aliquotes de cette solution-mère sont diluées dans l' acétone de façon à couvrir une gamme de concentrations allant de 1 à 20 µg/mL.

Solutions étalons préparées par dérivation directe de l' amitrole :

Peser 10 mg d' amitrole (quantité exactement connue) dans 10 mL d' acétone.

En prélever des aliquotes de 20 et 40 µL, ajouter 2 mL d' acétone anhydre et 15 µL anhydride acétique : on obtient des solutions étalons à 15 et 30 µg/mL de dérivé.

Diluer au 1/10 la solution-mère d' amitrole.

Prélever des aliquotes de 20 et 100 µL de cette solution diluée, ajouter 2 mL d' acétone anhydre et 15 µL anhydride acétique : on obtient des solutions étalons à 7,5 et 1,5 µg/mL de dérivé.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Calcul de la quantité d' amitrole sur le dispositif de prélèvement :

La quantité M_p (µg) d' amitrole sur le dispositif de prélèvement est donnée par :

$$M_p = C_x \times v \times \frac{84,08}{126}$$

avec: C_x (µg/mL) : concentration de dérivé dans le désorbat

v (mL) : volume du solvant de désorption des échantillons

84,08 : masse moléculaire de l' amitrole

126 : masse moléculaire de son dérivé (3-acétamido-1,2,4-triazole)

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

⁷<http://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
062	jusqu'au 28/06/2013	Création et mises à jour
062/V01.01	15/07/2013	Nouvelle présentation Révision de la terminologie
M-337/V01	mars 2016	Mise en ligne