

2018-01-01

## Développement d'une méthode d'extraction et de dosage du 4,4-méthylènedianiline dans les sols par CLUHP-MS-MS

Camille Brunet

Université du Québec à Montréal, Camille.Brunet@irsst.qc.ca

Simon Aubin

IRSST, aubin.simon@irsst.qc.ca

Sébastien Gagné

IRSST, sebastien.gagne@irsst.qc.ca

Robert West

Mark Spence

Suivez ce contenu et d'autres travaux à l'adresse suivante: <https://pharesst.irsst.qc.ca/affiches>

---

### Citation recommandée

Brunet, C., Aubin, S., Gagné, S., West, R., Spence, M. et Lesage, J. (2018, 7-11 mai). *Développement d'une méthode d'extraction et de dosage du 4,4-méthylènedianiline dans les sols par CLUHP-MS-MS* [Affiche]. 86e Congrès de l'ACFAS : perspective interdisciplinaire sur les inégalités sociales et de genre en santé au travail : constats et défis pour l'action, Saguenay, QC.

# Développement d'une méthode d'extraction et de dosage du 4,4-méthylènedianiline dans les sols par CLUHP-MS-MS

Camille Brunet<sup>1,2</sup>, Simon Aubin<sup>2</sup>, Sébastien Gagné<sup>2</sup>, Robert West<sup>3</sup>, Mark Spence<sup>3</sup>, Jacques Lesage<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Département de chimie, Université du Québec à Montréal, Montréal, Qc, Canada

<sup>2</sup>Institut de recherche Robert-Sauvé en Santé et en sécurité du travail, Montréal, Qc, Canada

<sup>3</sup>International Isocyanate Institute, Inc, Boonton, NJ, États-Unis

## Introduction

- Voie de contamination du 4,4-méthylènedianiline (MDA) dans le sol

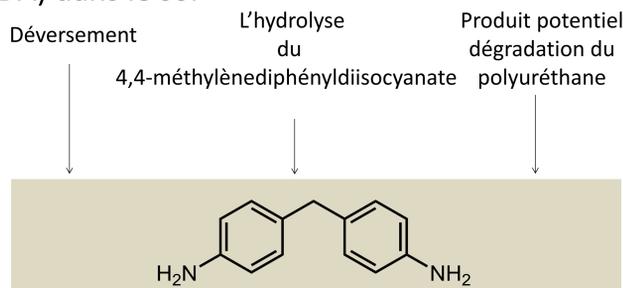


Fig.1: Contamination du MDA dans le sol

### Caractéristiques du MDA

- Voie d'absorption: peau, respiratoire, ingestion<sup>1</sup>
- Classé dans le groupe: cancérigène possible pour l'humain par le CIRC<sup>2</sup>
- Cancérigène chez le rat<sup>2</sup>

## Matériels et méthode

- UPLC- MS/MS Acquity H-Class Xevo TQD de Waters
- Colonne: Acquity UPLC BEH C18 1,7µm, 2,1mm x 50 mm de Waters
- Phase mobile: Eau (éluant A), 1% acide acétique (éluant C), MeOH (éluant D)
- Gradient: 20% d'éluant C est maintenu tout au long du gradient. 20% d'éluant D se maintient pendant 0,4 min., après l'éluant D monte à 80% jusqu'à 4 min. Le gradient est maintenu pendant 3 min. À 7,1 min le gradient se rééquilibre pendant 1,1 min.
- Débit 0,5 mL/min & température de la colonne: 50°C
- Paramètres MS/MS
  - Source ionisation : ESI +
  - Transition MRM
    - MDA: 199,1 > 106,0 (quantification)  
199,1 > 165,0 (confirmation)
    - MDA-d<sub>4</sub>: 203,2 > 108,1 (standard interne)

## Méthode d'extraction

Extraction Sol

- Dans un vial de 20 mL
- 1g de sol
- 10 mL de sln ext (0,5% NH<sub>4</sub>OH dans MeOH) +SI
- Agiter pendant 1h

Filtration

- Filtrer les 10 mL de la solution sur un acrodisc 10 µm
- Ajouter 100 µL d'acide formique

SPE

- Passer 1 mL de la solution sur la SPE MCX
- Laver avec 2 x 1mL d'une solution 2% acide formique
- Laver avec 2 x 1mL de MeOH
- Éluer avec 2 x 500 µL de 5% NH<sub>4</sub>OH dans MeOH
- Filtrer l'échantillon sur du 0,22 µm

## Références

- 1-Lauwerys, R.R. (2007). *Toxicologie industrielle et intoxications professionnelles (5<sup>e</sup> éd.)*, Issy-les-Moulineaux, France: Elsevier Masson
- 2-IARC, *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risk of the chemicals to human, Some Chemicals Used in Plastics and Elastomers*, International Agency for Research on Cancer (IARC), Lyon, 1986.

## Résultats

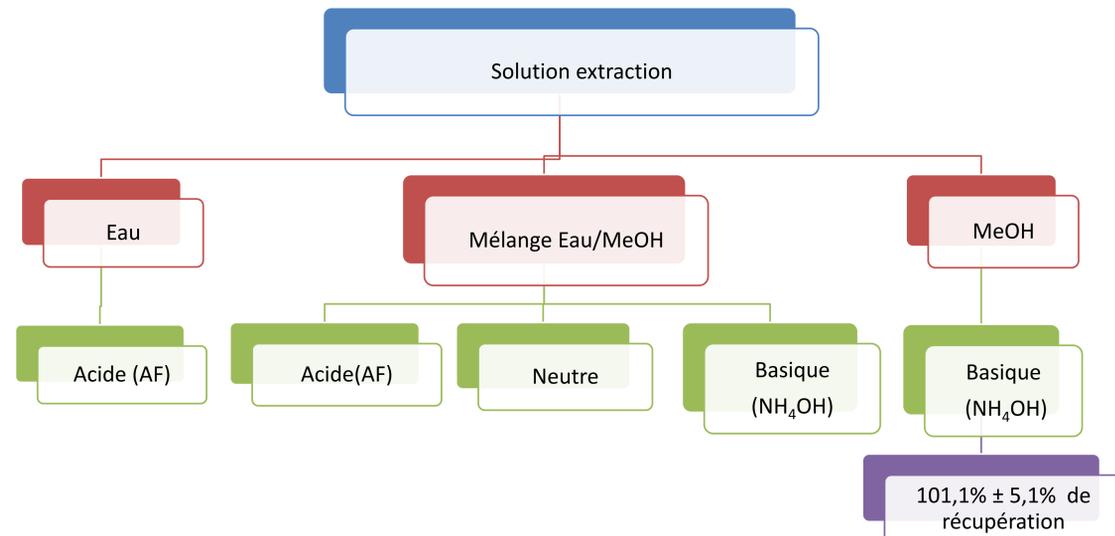


Fig. 2: Solutions d'extraction optimisées

Différentes solutions d'extraction du MDA ont été testées. La solution d'extraction avec du méthanol basique a le meilleur pourcentage de récupération.

Tableau 2: Paramètres analytiques de la validation

Paramètres analytiques	
LDM (n=10) (ng/mL)	0,073
LQM (n=10) (ng/mL)	0,244
Domaine	0,5 ng/mL à 25 ng/mL
R <sup>2</sup>	> 0,99
Répliquabilité (%) (n = 24)	8,56
Répétabilité (%) (n = 24)	7,21
Récupération (effet de matrice) (%) (n = 60)	101,11 ± 5,1
Exactitude (%) (n = 8)	86,9 ± 5,6
Incertitude analytique (%) (inclue le biais)	8,6

Les performances analytiques rencontrent les attentes.

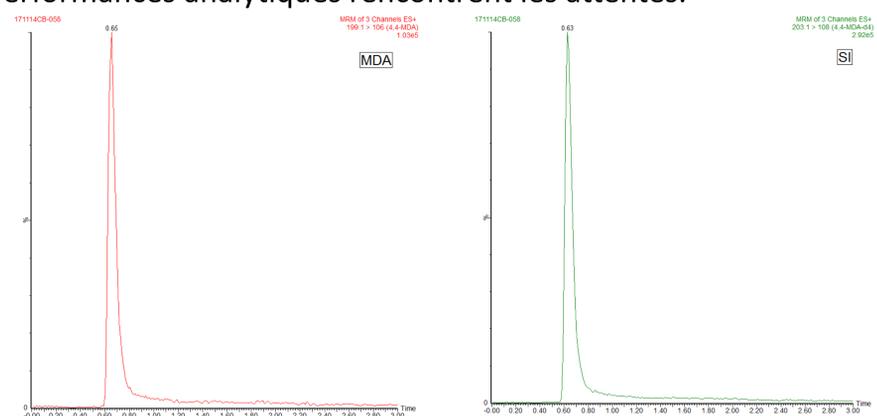


Fig. 3: Chromatogrammes d'un échantillon (conc. 4,266 ng/mL) en présence du sol

## Conclusion

Méthode d'extraction SPE

- Diminue l'effet de matrice
- Accroît la sensibilité

Méthode de dosage

- Spécifique
- Sensible

## Remerciements

Financement:



Instrumentation:

