

/////

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ TDI 2-4
 Existe-t-il une VLEP ? _____ oui
 VLEP 8h _____ 0,08 mg/m³
 Existe-t-il une VLEP-CT ? _____ oui
 VLEP-CT _____ 0,16 mg/m³

Choix du domaine de validation :

Il s'agit d'une VLEP CT sur 5 minutes.

Le domaine de validation a été choisi en fonction de valeurs limites en vigueur à la date des essais. Afin de connaître les valeurs VLEP actuelles, se reporter au document **Outil65** ^{1 1 1}

¹<https://www.inrs.fr/media.htm?refINRS=outil65>

L'ensemble de ces données est valable pour le 2,6-TDI

Dispositif de prélèvement :

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 5 µL
 Programme de température _____ non

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE NORMALE CN-NH2
 Nature phase _____ ■ PARTISIL
 Granulométrie _____ 5 µm
 Longueur _____ 250 mm
 Diamètre _____ 4,6 mm
 Programme de température _____ non
 Commentaires _____ phase normale

1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 254

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Commentaires / Débit
ISOCTANE	70	non	1 mL/min
DICHLOROMETHANE	23	non	
METHANOL	7	non	

Validation Méthode Analytique

Stratégie d'extraction et désorption pour les mélanges :

Gamme de concentration de 0,05 à 5 µg/mL

Informations complémentaires

PREPARATION DES SOLUTIONS ETALONS

L'étalonnage externe est pratiqué avec les dérivés des isocyanates, isolés et purifiés.

La dérivation est réalisée conformément à la méthode de Purnell et coll.

- 10^{-3} mole d'isocyanate monomère est dissoute dans 20 mL de toluène ou de n-hexane (pour le TDI et le HDI) anhydre,
- on ajoute 5 mL d'une solution de 1-(2-méthoxyphényl) pipérazine à 1 mol/L.

Le mélange est ensuite agité et chauffé (à 60 °C environ) pendant 30 minutes puis laissé au repos une heure.

Le dérivé précipite sous forme de cristaux blancs recueillis sur fritté, lavés plusieurs fois avec du toluène ou du n-hexane afin d'éliminer l'excès de réactif.

La pureté du dérivé peut être contrôlée :

- par la détermination de sa température de fusion.

Dérivé	Point de fusion (°C)
2,4-TDI	212-213
2,6-TDI	227-228
HDI	199-200
MDI	209-210
NDI	273-274
IPDI	111-112

- par son spectre d'absorption infrarouge et son spectre de masse.

- par son injection en chromatographie liquide. En effet, la réaction se faisant à 100 %, le dérivé fabriqué est mis en solution dans le solvant approprié, puis comparé à une quantité connue de diisocyanate monomère placée dans une solution de MPP préparée dans le tétrahydrofurane (THF) et diluée avec le même solvant.

- les dérivés uréides sont solubles dans le THF ou le méthanol.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration des échantillons est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage.

La concentration en isocyanates monomères dans l'atmosphère est donnée par :

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = (C_x - C_b) \times (v/V) \times (M_1/M_2)$$

avec: C_x (mg/L) : concentration de dérivé MPP dans la solution analysée

C_b (mg/L) : moyenne des concentrations de dérivé MPP dans les blancs de laboratoire correspondants

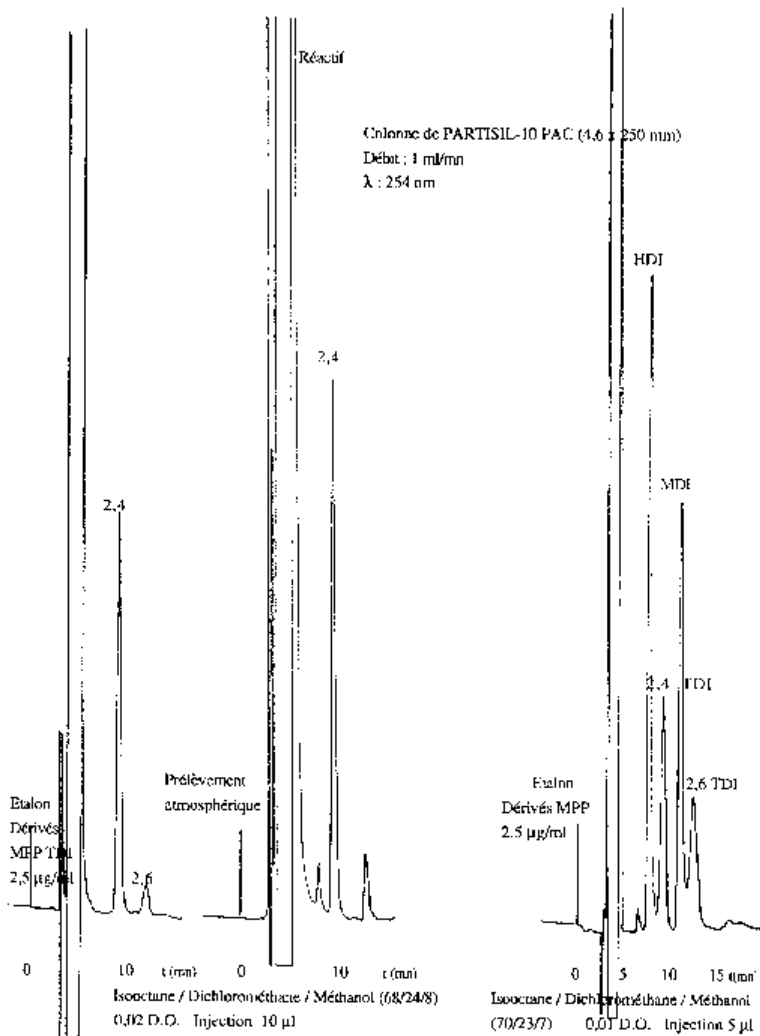
v (mL) : volume de solution analysée

V (L) : volume d'air prélevé

M_1 (g/mol) : masse moléculaire du monomère isocyanate

M_2 (g/mol) : masse moléculaire de son dérivé

EXEMPLE DE CHROMATOGRAMME OBTENU



Exemples de chromatogrammes de dérivés MPP
obtenus en HPLC en phase normale et détection U.V.

REMARQUE :

Il est possible de recourir successivement à deux modes analytiques (phase normale puis phase inverse) pour le même échantillon.

- Pour une série de prélèvements effectués dans des conditions similaires, ainsi que pour quelques blancs de laboratoire et blancs de terrain, on aura recours éventuellement à deux conditions différentes de séparation pour vérifier l'absence d'interférence.