

/ / / / /

## Données de validation

| Numéro de fiche | Titre         |
|-----------------|---------------|
| METROPOL_244    | TDI 2,4 M-244 |
| METROPOL_246    | TDI 2,4 M-246 |
| METROPOL_248    | TDI 2,6 M-248 |
| METROPOL_250    | TDI 2,6 M-250 |

## Données de validation principales

### Généralités

Ces données de validation concernent le TDI 2,4 ET le TDI 2,6

**Substance** \_\_\_\_\_ TDI 2-4  
**Existe-t-il une VLEP ?** \_\_\_\_\_ oui  
**VLEP 8h** \_\_\_\_\_ 0,08 mg/m<sup>3</sup>  
**Existe-t-il une VLEP-CT ?** \_\_\_\_\_ oui  
**VLEP-CT** \_\_\_\_\_ 0,16 mg/m<sup>3</sup>

### Choix du domaine de validation :

Il s'agit d'une VLEP CT sur 5 minutes qui ne peut être mesurée avec cette méthode.

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** <sup>1 1 1</sup>

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/media.html?reflNRS=outil65>

## Conditions analytiques

### 1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté \_\_\_\_\_ 10 µL

Programme de température \_\_\_\_\_ non

### 1 colonne :

Colonne \_\_\_\_\_ ■ PHASE INVERSE

Nature phase \_\_\_\_\_ ■ C18

Granulométrie \_\_\_\_\_ 5 µm

Longueur \_\_\_\_\_ 25 cm

Diamètre \_\_\_\_\_ 4,6 mm

Programme de température \_\_\_\_\_ non

Commentaires \_\_\_\_\_ phase inverse

### 1 détecteur :

ULTRA VIOLET(UV)

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm \_\_\_\_\_ 242

| Phase mobile | Pourcentage | Présence d'un tampon | Nature tampon                                  | Commentaires / Débit |
|--------------|-------------|----------------------|--|----------------------|
| ACETONITRILE | 55          | non                  | --, Acétate d'ammonium 2 g/L et pH:3,5 (H2SO4) | 1 mL/min             |
| EAU          | 45          | oui                  |  |                      |

## Validation Méthode Analytique

### Réponse analytique - linéarité :

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<sup>-3</sup> 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

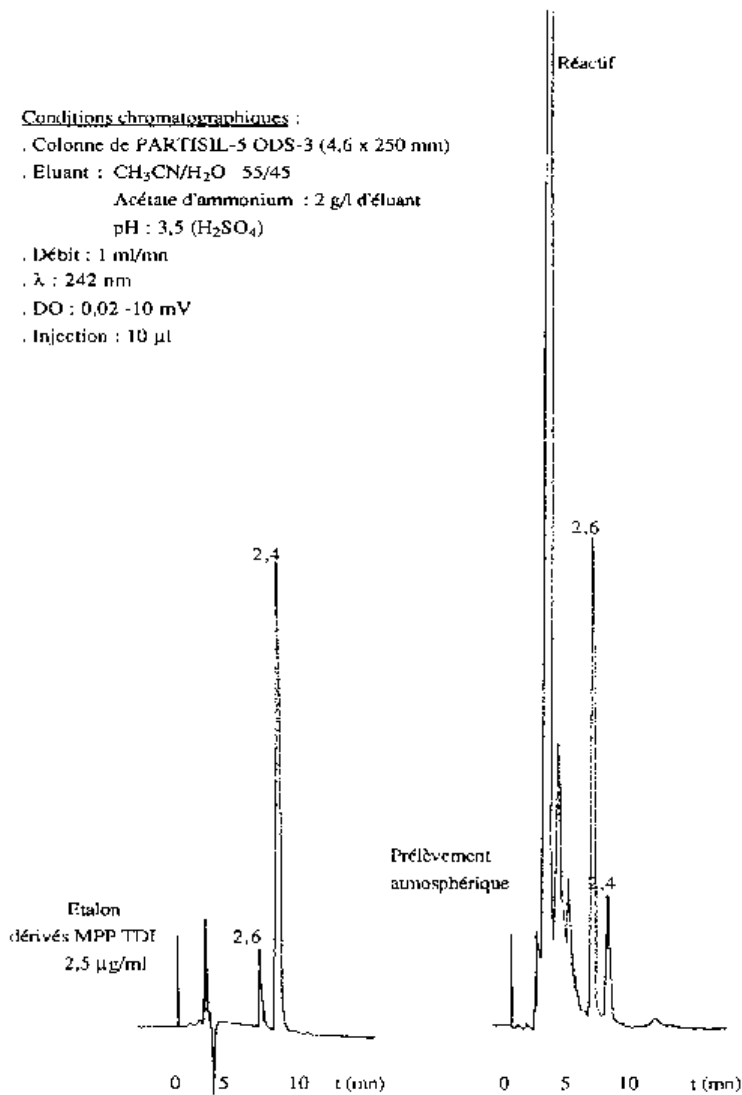
$v$  (mL) : volume de solution analysée

$V$  (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



**Exemple de chromatogrammes de dérivés MPP  
obtenus en HPLC en phase inverse et détection U.V.**

**REMARQUE :**

Il est possible de recourir successivement à deux modes analytiques (phase normale puis phase inverse) pour le même échantillon en détuisant au préalable l'excès de réactif comme suit :

- à 0,5 ou 1 mL de l'échantillon, ajouter 5 µL d'anhydride acétique, puis 5 à 10 minutes après, ajouter 20 µL de méthanol pour éliminer l'anhydride acétique résiduel,
- . injecter.
- 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