

;;

## Données de validation

### Données de validation principales

#### Généralités

Substance \_\_\_\_\_ NDI  
 Existe-t-il une VLEP ? \_\_\_\_\_ oui  
 VLEP 8h \_\_\_\_\_ 0,095 mg/m<sup>3</sup>  
 Existe-t-il une VLEP-CT ? \_\_\_\_\_ oui  
 VLEP-CT \_\_\_\_\_ 0,19 mg/m<sup>3</sup>

#### Choix du domaine de validation :

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

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

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

#### Dispositif de prélèvement :

#### 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  
 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			1 mL/min
EAU	45	oui	Acétate d'ammonium 2 g/L et pH:3,5 (H2SO4)	

### 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

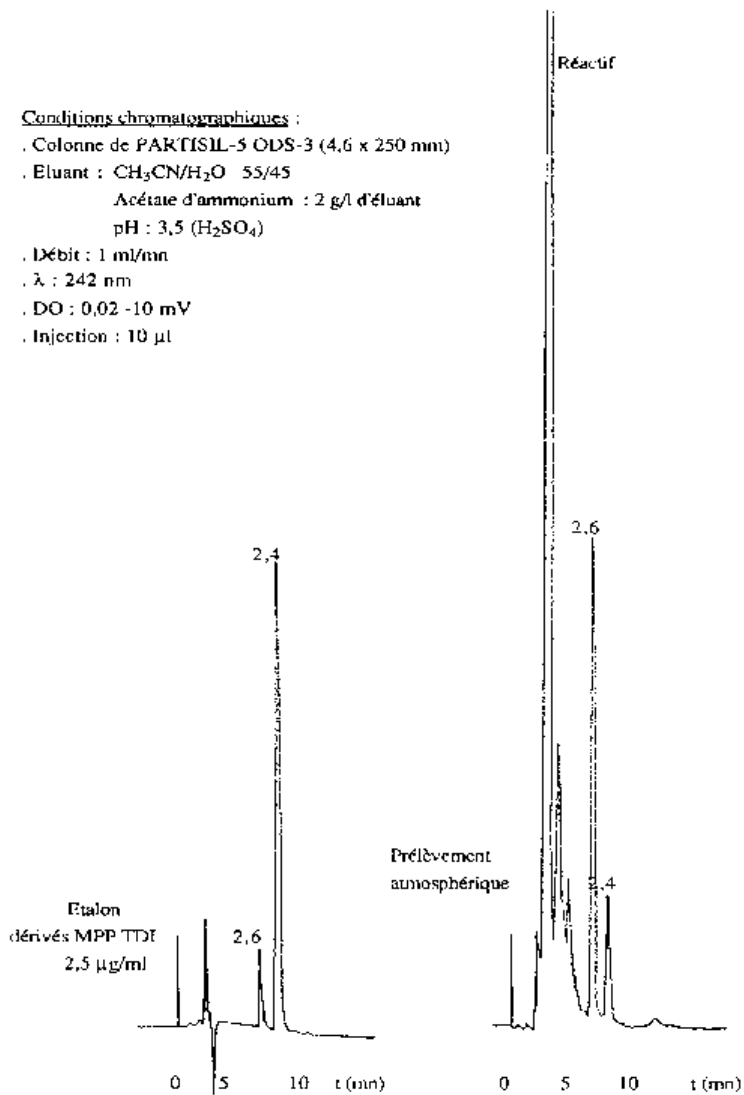
$v$  (mL) : volume de solution analysée

$V$  (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



**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