

## MDI M-235

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur barboteur et l'analyse par HPLC phase inverse détection UV de la (des) substance(s) :

**MDI**

Données de validation \_\_\_\_\_ Validation partielle

Numéro de la méthode \_\_\_\_\_ M-235

Ancien numéro de fiche \_\_\_\_\_ 004

### Substances

#### Informations générales

Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
MDI	C2	CMR-INRS	FT MDI

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
MDI	101-68-8	C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	250,27	4,4'-diisocyanate de diphénylméthane

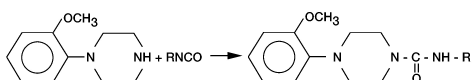
Substance	données de validation
MDI	Validation_191

#### Famille de substances

- ISOCYANATES MONOMÈRES

#### Principe et informations

Les isocyanates monomères réagissent avec la 1-(2-méthoxyphényl)pipérazine présente dans le média ou sur le support de collecte, pour former les dérivés uréides correspondants. Ces dérivés sont ensuite séparés et quantifiés par chromatographie liquide, soit de polarité de phase inversée, soit de partage classique.



#### 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 <sup>1</sup>

<sup>1</sup> <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe.pdf>

Technique analytique \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

Injecteur \_\_\_\_\_ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur \_\_\_\_\_ ULTRAVIOLET (UV)

#### Domaine d'application

Substance
MDI

## Liste des réactifs

- 1-3-METHOXYPHENYL-PIPERAZINE
- ACETATE D'AMMONIUM
- ACETONITRILE
- ACIDE SULFURIQUE
- ANHYDRIDE ACETIQUE
- DICHLOROMETHANE
- EAU
- ISOCTANE
- m-XYLENE
- METHANOL
- n-HEXANE
- TETRAHYDROFURANE
- TOLUENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire<sup>2</sup>

<sup>2</sup><http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

## Méthode de prélèvement

### Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs<sup>3</sup>

<sup>3</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

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

### Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ ■ BARBOTEUR

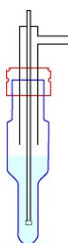
Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ■ SOLUTION 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE (MPP)

#### Préparation du substrat :

Préparer une solution de 1-(2-méthoxyphényl)pipérazine à 0,2 mM dans le xylène

#### Commentaires, conseils, consignes :

5 à 10 mL sont versés dans le mini barboteur à raccords vissés sans fritté.



## Conditions de prélèvement

### Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,200

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 0,500

#### Particularités, commentaires, conseils :

Comparaison à la VLEP (8H) : volume recommandé : de 20 à 200 L.

Comparaison à la VLEP-CT impossible.

### Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 0,02 à 0,5 L/min

### Compléments

L'utilisation de barboteur nécessite la protection de la pompe à l'aide d'un tube de charbon actif.

#### Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise<sup>4</sup>

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

## Méthode d'analyse

### Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>5</sup>

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

### Préparation de l'analyse

**Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements** \_\_\_\_\_ 3semaine(s)

**Nombre d'étapes de préparation** \_\_\_\_\_ 2

**Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :**

Après destruction de l'excès de réactif (en cas d'analyse par chromatographie en phase normale), les solutions doivent être analysées immédiatement.

**1 étape de préparation :**

Etape de préparation n° 1

**Solvant ou solution** \_\_\_\_\_ ■ ACETONITRILE  
 ■ THF

**Type de préparation** \_\_\_\_\_ ■ Concentration

**Volume** \_\_\_\_\_ 2mL

**Evaporations** \_\_\_\_\_ Gaz d'évaporation Azote

**Autres conditions de préparation :**

Les résidus obtenus sont ensuite repris par 2 mL d'acétonitrile (ou de THF).

L'emploi de la méthode en phase normale nécessite d'améliorer la résolution chromatographique en détruisant 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.

**Commentaires :**

Les solutions de barbotage sont évaporées au moyen d'un évaporateur rotatif ou sous courant d'air ou d'azote, afin d'éliminer le xylène.

**Dérivation**

**Moment de la dérivation** \_\_\_\_\_ lors du prélèvement

**Réactif** \_\_\_\_\_ ■ 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE

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

Masses moléculaires de l'isocyanate ( M1 ) et du dérivé correspondant ( M2 ).

Les dérivés sont appelés Ureides.

	M1	M2
HDI	168	552
TDI	174	558
MDI	250	634
IPDI	222	606
NDI	210	594

**Commentaires :**

**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 LIQUIDE
Injecteur _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne _____	▪ PHASE INVERSE C18
Détecteur _____	▪ ULTRAVIOLET (UV)
Phase mobile _____	▪ ACETONITRILE ▪ EAU

## 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 polluants<sup>6</sup>**

<sup>6</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

Solvant de l'étalon \_\_\_\_\_ ▪ Même solvant que celui des échantillons

### Commentaires :

L'étalonnage peut être réalisé :

Soit à partir de solutions du dérivé commercial ou synthétisé au laboratoire (voir information complémentaire).

Soit à partir de solutions préparées avec la substance elle-même dérivée directement en solution de réactif ou sur support de collecte imprégné de réactif.

### Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Le dosage est effectué avec le dérivé, la conversion en concentration de **substance** dans l'air est donc indispensable. Les données nécessaires se trouvent dans les validations complémentaires.

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>7</sup>

<sup>7</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

$$C_{masse} = \frac{(C - C_{blanc}) \cdot V_{sol} \cdot M_{substance}}{Q_{prél} \cdot t_{prél} \cdot M_{dosée}}$$

▪

### Compléments :

En phase inverse, les probabilités d'interférences avec certains solvants sont plus importantes.

## Auteurs

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

## Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
004	Jusqu'au 25/09/2012	Création et mises à jour
004/V01.01	25/09/2012	Révision de la terminologie
M-235/V01	Novembre 2015	Mise en ligne