

NDI M-254

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur cassette avec filtres imprégnés et l'analyse par HPLC phase inverse détection UV de la (des) substance(s) : **NDI**

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-254

Ancien numéro de fiche _____ 004

Substances

Informations générales

Nom
NDI

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
NDI	3173-72-6	C ₁₂ H ₆ N ₂ O ₂	210.2	(1,5-DIISOCYANATE DE NAPHTYLENE);Diisocyanate de 1,5-naphtylène

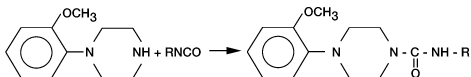
Substance	données de validation
NDI	Validation_196

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 ¹

¹ <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
NDI

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 laboratoire²

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

Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosol ³

³ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette.pdf>

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

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CASSETTE 37 mm 2 pièces

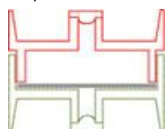
Support ou substrat de collecte _____ ■ 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES

Préparation du substrat :

Les filtres sont imprégnés d'une solution de **methoxy phényl pipérazine** à 3g/L dans un mélange de dichlorométhane/n-hexane (20/80 en volume).

Commentaires, conseils, consignes :

Déposer les deux filtres au fond de la cassette à l'aide d'une pince



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 0,200

Débit maxi (L/min) _____ 2

15 minutes (VLEP-CT possible dans ces conditions) _____ oui

Particularités, commentaires, conseils :

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

Comparaison à la VLCT : 5 min, avec un volume minimal de 10 L.

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise ⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁵

⁵ <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

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 5mL

Ultrasons _____ 5min

Filtration :

Les échantillons préparés sont filtrés sur une membrane de 0,45 µm avant injection.

Commentaires :

Les deux filtres sont analysés séparément.

L'acétonitrile peut être remplacé par du THF.

Une agitation mécanique de 15 minutes peut remplacer les ultra-sons.

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

Étalonnage 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 polluants⁶

⁶ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage.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 atmosphérique⁷

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

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

Auteurs

metropol@inrs.fr

Bibliographie

[1] D.A. Bagon, C.T. Warwick, R.H. Brown.

Evaluation of total isocyanate in air. Method using 1-(2-méthoxyphényl) piperazine and HPLC. Ind. Hyg. Assoc. J., 1984, 45(1), pp. 39-43.

[2] C.J. Warwick, D.A. Bagon, C.J. Purnell.

Application of electrochemical detection to the measurement of free monomeric aromatic and aliphatic isocyanates in air by high-performance liquid chromatography. Analyst, 1981, vol. 106, June, pp. 676-685.

[3] P. Simon, O. Moulut.

Separation of the urea piperazine derivatives of polyisocyanate monomers and prepolymers by normal phase chromatography. Journal of Liquid Chromatography, 1988, 11 (9-10), pp. 2071-2089.

[4] A. Robert, P. Simon.

A solvent-free sampling method for airborne toluene diisocyanate. Chromatographia, 1987, vol. 23, n° 7, July, pp. 507-511.

[5] X 43-263. Octobre 1991. Air des lieux de travail. Prélèvement et dosage des isocyanates monomères. Paris-La Défense, AFNOR, 1991, 17 p.

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-254/V01	Novembre 2015	Mise en ligne
M-254/V02	Mars 2017	Correction méthode de désorption