

Isothiazolones M-148

Cette méthode décrit le prélèvement Actif sur cartouche de résine XAD7® et l'analyse par HPLC phase inverse détection UV de la (des) substance(s) : **Isothiazolones**

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-148

Ancien numéro de fiche _____ 104

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Methylisothiazolone	FT Méthylisothiazolone
Chlorure de Methylisothiazolone	FT Chlorure de méthylisothiazolone
CMIT/MIT	

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Methylisothiazolone	2682-20-4	C ₄ H ₅ NOS	115	MIT
Chlorure de Methylisothiazolone	26172-55-4	C ₄ H ₄ CINOS	149,6	CMIT;5-chloro-2-méthyl-2H-isothiazole-3-one
CMIT/MIT				

Substance	données de validation
Methylisothiazolone	Validation_136
Chlorure de Methylisothiazolone	Validation_136

Famille de substances

- ISOTHIAZOLONES

Principe et informations

Le mélange de chlorométhyl- et méthylisothiazolone (CMIT/MIT, toujours dans un rapport 75/25) est un conservateur biocide à très faible concentration, largement utilisé en cosmétologie et dans les fluides aqueux. Les deux composés sont prélevés dans l'air simultanément et la méthode a été validée pour la mesure du mélange CMIT/MIT mais également pour chaque substance individuelle.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

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	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
Methylisothiazolone	0,5 µg	5 µg
Chlorure de Methylisothiazolone	1,5 µg	16 µg
CMIT/MIT	1,84 µg	21 µg

Liste des réactifs

- ACETONITRILE
- METHANOL
- PHOSPHATE DE SODIUM DIHYDROGENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire²

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

Méthode de prélèvement

Dispositif de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeur³

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

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ▪ CARTOUCHE

Support ou substrat de collecte _____ ▪ RESINE XAD7®

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 500

Préparation du substrat :

La résine Amberlite ® XAD 7 ® est lavée plusieurs fois au méthanol et séchée à l'étuve à 100°C.

Commentaires, conseils, consignes :

Dans chaque cartouche vide, déposer un fritté en téflon, verser les 500 mg de résine ajouter un second fritté en téflon puis tasser.



Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 1

Temps de prélèvement maximum en heures _____ 8

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 entreprise⁴

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

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁵

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 _____ 8 jours

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

A température ambiante maximum 8 jours

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Commentaires sur les étapes :

L' étape consiste à percoler les cartouches avec 20 mL de solvant eau/méthanol (80/20)

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ EAU
■ METHANOL

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 20mL

Commentaires :

La percolation s'effectue sur un système de filtration sous vide mais **il est impératif que la percolation, après avoir été amorcée sous vide, se fasse très lentement par simple gravité (moins de 2 mL/min).**

A l'aide d'une seringue, faire percoler 15 mL d'un mélange eau/méthanol au travers des cartouches et laisser le solvant traverser la cartouche par simple gravité. Rincer la cartouche par 5 mL de solvant.

Récupérer le désorbat (et le solvant de rinçage) dans un flacon de verre préalablement taré.

Fermer hermétiquement et repeser le flacon plein pour en déduire le volume exact de solvant de désorption.

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. Pour évaluer la concentration globale en CMIT/MIT, les surfaces des deux pics chromatographiques peuvent être additionnées, les quantités respectives de CMIT et de MIT dans les solutions étalons également.

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants⁶

⁶<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

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

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

Auteurs

metropol@inrs.fr

Bibliographie

Historique

104/V01	19/02/2009	Création.
M-148/V01	Novembre 2015	Mise en ligne
M-148/V02	Février 2021	Informations analytiques complémentaires et domaine d'application