

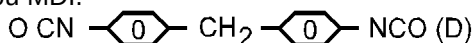
ATMOSPHERES D'ATELIER **DOSAGE DU DIISOCYANATE 4,4 DE DIPHENYLMETHANE** **(DESMODUR 44 OU MDI)**

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

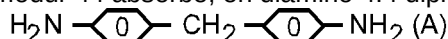
La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant de doser le diisocyanate 4.4 de diphenylméthane, ou Desmodur 44, ou MDI.



produit toxique utilisé dans la fabrication de certains polyuréthannes, dans l'atmosphère des ateliers où ces produits sont utilisés.

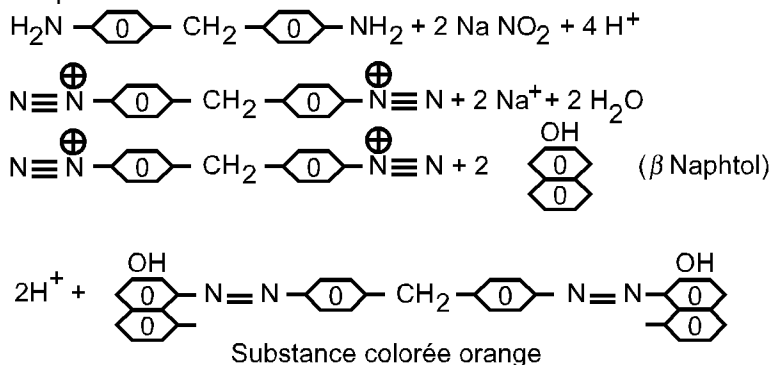
2.PRINCIPE

On fait barboter une quantité d'air déterminée dans de "l'absorber" (solution de sulfate de diméthylformamide) ; on hydrolyse ensuite par de l'eau, le Desmodur 44 absorbé, en diamino 4.4 diphenylméthane.



Cette amine est ensuite diazotée par une solution d'acide nitreux, puis copulée avec le β naphthol en une substance colorée orange.

Le mécanisme des réactions peut être le suivant :



Cette substance colorée est extraite de la phase aqueuse par du pentanol ; on procède à un dosage colorimétrique de ces solutions colorées de pentanol.

Une courbe d'étalonnage doit être tracée, suivant le même procédé, mais en utilisant comme produit de départ non plus le Desmodur 44 mais directement l'amine A.

3.APPAREILLAGE

3.1.POUR LE PRELEVEMENT

- 2 tubes absorbeurs à robinet et bouchon rodé (voir annexe 1).
- Un compteur à gaz : Gallus 6/20 portatif.
- Un robinet à pointeau.
- Une pompe réciproque à membrane A/S.

3.2.POUR L'ETALONNAGE ET LA FORMATION DU COMPLEXE COLORE

- Ampoules à décanter de 150 ml.
- 2 pipettes de 2 ml, 1 pipette de 5 ml, 1 pipette de 10 ml.
- 4 fioles jaugées de 100 ml, 2 fioles jaugées de 100 ml.
- 1 burette de précision de 10 ml, 1 burette de précision de 25 ml.
- Fioles rodées de 25 ml.
- 1 petit appareil à distiller (bouilleur, réfrigérant récepteur).
- 2 éprouvettes de 100 ml.

3.3.POUR LE DOSAGE COLORIMETRIQUE

- Un spectrophotomètre visible avec enregistreur, nous avons opéré nos essais sur le spectrophotomètre UV - visible Beckmann DB - GT.
- 2 cuves pour le spectrophotomètre de 1 cm d'épaisseur.

4.PRODUITS UTILISES

- Diamino 4.4 diphénylméthane.
- Nitrite de sodium.
- Diméthylformamide (DMF).
- Acide sulfurique ($d = 1,83$).
- Sulfamate d'ammonium.
- Soude N.
- Carbonate acide de sodium.
- Naphtol.
- Pentanol n.
- Glace pilée.

5.SOLUTIONS UTILISEES

5.1.ABSORBER

Dans un ballon jaugé de 100 ml on verse environ 50 ml de DMF fraîchement distillé et séché, on ajoute sous refroidissement (glace) 5 ml d'acide sulfurique ($d = 1,83$) puis on complète à 100 avec du DMF.

5.2.SOLUTION DE NITRITE DE SODIUM

10 g de nitrite de Na sont dissous dans 100 ml d'eau.

5.3.SOLUTION DE SULFAMATE D'AMMONIUM

10 g de sulfamate d'ammonium sont dissous dans 100 ml d'eau.

5.3.1.SOLUTION DE COPULATION

1 g de naphtol est dissous dans un ballon jaugé de 100 ml avec 10 ml de NaOHN, puis on complète à 100 avec de l'eau.

5.3.2.SOLUTION DE CARBONATE

84,01 g de carbonate acide de Na sont dissous dans 1000 ml d'eau.

5.3.3.PENTANOL N

Il doit être fraîchement distillé et conservé anhydre sur du sulfate de sodium anhydre.

5.3.4.SOLUTION D'AMINE A

Peser exactement 0,792 g d'amine A, dissoudre dans 5 ml d'absorber dans une fiole de 100 ml, compléter à 100 avec de l'eau distillée. Prélever 10 ml, diluer à 100, on a la solution A1. Prélever 10 ml de A1, diluer à 100, on a la solution A2. Dans cette solution A2, 1 ml correspond à 10 mg de D.

5.4.CONSERVATION DES SOLUTIONS

Le DMF, l'absorber, les solutions d'amine A, la solution de naphtol et le prélèvement d'isocyanate D ne peuvent être gardés que 24 heures et doivent donc être préparés journalièrement. Les solutions colorées de pentanol sont stables une semaine, les autres réactifs peuvent être gardés plusieurs mois.

6.PRELEVEMENT

Faire le montage suivant : en série, 1er tube absorbeur, 2ème tube absorbeur, robinet à pointeau, compteur à gaz, pompe à membrane (voir annexe 1).

- Introduire 5 ml "d'absorber" dans chacun des deux tubes absorbeurs.
- Faire passer l'air à analyser au travers "l'absorber" pendant 4 heures avec un débit de 100 l/h (entrée en a).

7.ANALYSE

7.1.TRANSFORMATION EN AMINE A

Débrancher les deux tubes absorbeurs, le 1er servira au dosage, le 2ème ne servira qu'à vérifier que tout l'isocyanate a été piégé dans le 1er tube.

Verser quantitativement le contenu du tube à doser dans une ampoule à décanter de 150 ml, rincer à l'eau distillée, ajouter 50 ml d'eau et laisser reposer 30 minutes après avoir agité.

7.2.FORMATION DU COMPLEXE COLORE

Après les 30 minutes de repos, agiter et ajouter successivement toutes les 5 minutes, 2 ml de solution de NaNO_2 , 5 ml de sulfamate, 2 ml de solution de naphtol, et 30 ml de NaHCO_3 en agitant à chaque fois (attention production de mousse).

Laisser reposer 15 minutes à l'abri du soleil. Puis ajouter 25 ml de pentanol, agiter vigoureusement, laisser les deux phases se séparer ; cela demande environ 5 minutes. Récupérer la phase alcoolique rose, centrifuger 10 minutes à 3000 tr/min, séparer le pentanol. S'il reste encore des gouttelettes d'eau, ajouter 1 pointe de spatule de sulfate de sodium anhydre, puis recentrifuger et reséparer.