

ATMOSPHERES DES CABINES DE PEINTURE PRELEVEMENT ET ANALYSE QUANTITA.DES ISOCYANATES (CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE)

Page 1/12

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet le prélèvement et l'analyse quantitative des isocyanates aliphatiques et aromatiques contenus dans l'atmosphère des cabines lors du pistelage de peintures, vernis ou produits de protection à base de polyuréthane.

Le domaine d'application est égal ou inférieur aux taux limites admissibles.

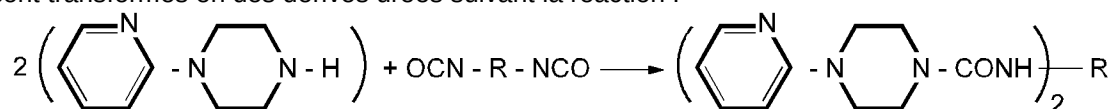
La limite de détection est voisine de 10 µg/m³ d'air.

Elle s'applique en particulier au dosage des :

- toluène di-isocyanate 2,4 et 2,6 (TDI 2,4 et TDI 2,6) : PM = 174 ; TLV (Valeur limite tolérée) = 0,14 mg/m³,
- diphenylméthane di-isocyanate 4,4' (MDI 4,4') : PM = 250 ; TLV = 0,20 mg/m³,
- hexaméthylène di-isocyanate 1,6 (HDI 1,6) : PM = 168 ; TLV = 0,14 mg/m³,
- isophorone di-isocyanate (IPDI) : PM = 222 ; TLV = 0,18 mg/m³.

2.PRINCIPE

L'air prélevé est piégé dans une solution de toluène contenant du 1-(2-pyridyl)-piperazine. Les isocyanates présents sont transformés en des dérivés urées suivant la réaction :



(R aliphatique ou aromatique).

Ces urées sont stables et après dissolution dans le méthanol, elles peuvent être dosées par chromatographie liquide haute performance en polarité de phases inversée à l'aide d'un standard interne (benzène).

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE (HPLC)

3.2.COLONNE MICRO BONDAPAK C18

Longueur : 10 cm ; diamètre intérieur : 8 mm ; dimension des particules : 5 μ m.

3.3.SYSTEME A COMPRESSION RADIALE

(par exemple type RCM 100 de WATERS).

3.4.DETECTEUR UV

réglé à 254 nm.

3.5.VANNE A BOUCLE

de 20 μ l.

3.6.VAISSELLE COURANTE DE LABORATOIRE

3.7.DISPOSITIF DE PIEGEAGE

(voir annexe 1).

3.8.POMPE

Débit maximal à vide : 55 l/min (par exemple KNF type VDE 0530).

3.9.COMPTEUR A GAZ

Débit maximal : 6 m³/h ; débit minimal : 0,025 m³/h.

3.10.ETUVE A VIDE THERMOSTATEE

à 35 °C.

3.11.KIT DE MICROFILTRATION

3.12.INTEGRATEUR SUIVI EVENTUELLEMENT D'UN CALCULATEUR

3.13.ENREGISTREUR

3.14.AGITATEUR MAGNETIQUE

4. REACTIFS

4.1. TOLUENE

qualité pour analyse.

4.2. 1-(2-PYRIDYL)-PIPERAZINE

4.3. TOLUENE DI-ISOCYANATE 2,4 (TDI 2,4)

qualité pour analyse.

4.4. DIPHENYLMETHANE DI-ISOCYANATE 4,4' (MDI 4,4')

qualité pour analyse.

4.5. HEXAMETHYLENE DI-ISOCYANATE 1,6 (HDI 1,6)

qualité pour analyse.

4.6. ISOPHORONE DI-ISOCYANATE (IPDI)

qualité pour analyse.

4.7. EAU DISTILLEE

4.8. METHANOL

qualité pour analyse.

4.9. DIMETHYLSULFOXYDE (DMSO)

qualité pour analyse.

4.10. DIMETHYLFORMAMIDE (DMF)

qualité pour analyse.

4.11. BENZENE

qualité pour analyse.

4.12. ACETATE D'AMMONIUM

qualité pour analyse.

4.13. ACIDE ACETIQUE

5. PREPARATION DES REACTIFS

5.1. NITROREACTIF, SOLUTION D'ABSORPTION

- Placer 326 mg (320 µl) de 1-(2-pyridyl)-piperazine (4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à 100 ml à l'aide de toluène (4.1).
- Prélever 5 ml de cette solution et compléter à 500 ml à l'aide de toluène afin d'obtenir une solution de $2 \cdot 10^{-4}$ M.

Cette solution est prête à l'emploi pour piéger les isocyanates.

Elle est stable pendant plusieurs mois à condition d'être stockée dans un flacon en verre teintée (anti UV) hermétiquement fermé et conservé au frais et à l'abri de la lumière.

5.2. PREPARATION DES UREES POUR L'ETALONNAGE

- Dissoudre environ 300 mg de di-isocyanate dans un bécher A de 50 ml à l'aide de 20 ml de toluène anhydre.
- Dans un bécher B de 250 ml, placer environ 100 ml de nitroréactif $1 \cdot 10^{-2}$ M [326 mg de 1-(2-pyridyl)-piperazine dans 200 ml] et verser sous agitation le bécher A dans le bécher B. Filtrer, laver au toluène et sécher le précipité en étuve à vide (3.10) à 35 °C.
- Dissoudre le précipité dans du méthanol (4.8), filtrer. Evaporer le filtrat pour obtenir le résidu monomère.

5.3. STANDARD INTERNE

- Dans une fiole jaugée de 250 ml, placer 500 µl de benzène (4.11) et ajuster à 250 ml à l'aide du méthanol (4.8).