

ATMOSPHERES DES CABINES DE PEINTURE PRELEVEMENT ET DOSAGE DES ISOCYANATES AROMAT. (PAR CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE)

Page 1/9

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet le prélèvement et le dosage concernant exclusivement les isocyanates aromatiques, le 2,4-toluène-di-isocyanate (TDI) et le 4,4-di-isocyanate de diphénylméthane (MDI), dans les atmosphères des cabines de peinture. Dans le cas des isocyanates aliphatiques, se référer à la méthode d'essai D70 5163.

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

TDI : 0,02 ppm ou 0,14 mg/m³ CH₃ (C₆H₃) (NCO)₂ PM = 174,

MDI : 0,02 ppm ou 0,20 mg/m³ CH₂ (C₆H₄NCO)₂ PM = 250.

2.PRINCIPE

Les isocyanates libres prélevés dans l'atmosphère sont piégés dans de l'éthanol puis transformés par simple chauffage à ébullition de l'alcool, en leur dérive éthyluréthane stable.

Ils sont ensuite dosés par chromatographie liquide haute performance en polarité de phases inversées :

Pour TDI CH₃C₆H₃ (NCO)₂ + 2C₂H₅OH --> CH₃C₆H₃ (NHCOOC₂H₅)₂ PM = 266,

Pour MDI CH₂ (C₆H₄NCO)₂ + 2C₂H₅OH --> CH₂ (C₆H₄NHCOOC₂H₅)₂ PM = 342.

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE (HPLC)

3.2.COLONNE MICRO BONDAPAK C18

Longueur : 30 cm ; diamètre intérieur : 3,9 mm ; dimension des particules : 10 µm.

3.3.DETECTEUR UV

réglé à 254 nm.

3.4.ENREGISTREUR

3.5.INTEGRATEUR NUMERIQUE SUIVI EVENTUELLEMENT D'UN CALCULATEUR

3.6.DISPOSITIF DE PIEGEAGE DE L'ATMOSPHERE

(voir annexe 1).

3.7.POMPE

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

3.8.COMPTEUR A GAZ

Débit maximal : 6 m³/h ; débit minimal : 0,025 m³/h ; pression : 0,2 bar.

3.9.ETUVE A VIDE

thermostatée à 35 °C.

3.10.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

3.11.SERINGUE

de 5 µl.

3.12.KIT DE FILTRATION

4.REACTIFS

4.1.ETHANOL

qualité pour analyse.

4.2. 2,4-TOLUENE-DI-ISOCYANATE (TDI)

4.3. 4,4-DI-ISOCYANATE DE DIPHENYLMETHANE (MDI)

4.4.EAU DISTILLEE

4.5.ACETONITRILE POUR CHROMATOGRAPHIE

4.6.PYRENE EN SOLUTION DANS DE L'ACETONITRILE

à raison de 5 mg de pyrène pour 100 ml d'acétonitrile.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PRELEVEMENT ET ECHANTILLONNAGE

5.1.1.DISPOSITIF

(voir annexes 1 et 2)

Il est constitué de deux tubes à barbotage en verre, montés en série, d'un compteur à gaz et d'une pompe d'aspiration dont le débit maximal, à vide, est d'environ 55 l/min.

Une pince de Mohr, placée sur le tuyau en caoutchouc reliant le compteur et la pompe, permet de régler le débit d'aspiration.

5.1.2.PRELEVEMENT

- Placer 30 ml d'éthanol (4.1) dans chaque tube à barbotage de façon à ce que le tube plongeur soit immergé de plusieurs centimètres. L'entrée du premier tube doit être libre de tout piège (fritté, filtre) de manière à récupérer toutes les matières contenues dans l'atmosphère.
- Régler la pince de Mohr de façon à obtenir un débit voisin de 4 l/min et prélever au minimum 100 l d'air.
- En cours de manipulation, il est toujours possible d'interrompre le prélèvement pour ajouter de l'alcool dans les deux tubes si le niveau de celui-ci baisse sensiblement (ce qui est fonction du débit, de la durée de prélèvement et de la température ambiante).

5.1.3.ECHANTILLONNAGE

- Recueillir l'alcool des deux tubes à barbotage dans un ballon de 250 ml, y joindre les fractions de lavage puis chauffer sous reflux à température d'ébullition de l'éthanol durant une demi-heure pour parfaire la réaction.
- Transvaser le contenu du ballon dans un bécher de 150 ml à forme basse et évaporer l'éthanol sous vide à 35 °C.
- Dissoudre le résidu à l'aide de 10 ml de la solution de standard interne (4.6) (avec une pipette de précision) puis filtrer dans un erlenmeyer de 10 ml et réduire le volume en évaporant le maximum d'acétonitrile dans l'étuve à vide thermostatée à 35 °C jusqu'à l'obtention d'un volume voisin de 0,5 ml.

La solution étalon est ainsi prête à être injectée.