

HDI M-451

Prélèvement : Actif sur CIP10-I

Analyse : HPLC phase inverse détection UV

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-451

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
HDI	FT-164

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
HDI	822-06-0	C ₈ H ₁₂ N ₂ O ₂	168,22	Diisocyanate d'hexaméthylène

Substance	données de validation
HDI	Validation_356

Famille de substances

- ISOCYANATES MONOMERES

Principe et informations

Cette méthode décrit le prélèvement du HDI sur le dispositif de prélèvement CIP 10, équipé de la tête de prélèvement de la fraction inhalable. Le support de prélèvement utilisé est une mousse classique pour CIP 10 (disponible commercialement) imprégnée d'un agent dérivant avant le prélèvement.

Cette méthode a été validée sur des particules de HDI de diamètre médian en masse (MMAD) de 3,8 µm, représentatives des particules prélevées en entreprises, dont la granulométrie a été caractérisée en amont.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général du prélèvement atmosphérique¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ CIP10-I

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
HDI	34 µg	435 µg

Liste des réactifs

- 1-2 METHOXYPHENYL-PIPERAZINE
- ACETATE D'AMMONIUM
- ACETONITRILE
- ACIDE SULFURIQUE
- EAU ULTRAPURE
- METHANOL
- SAVON
- TOLUENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

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

Méthode de prélèvement

En savoir plus sur les prélèvements sur CIP10 ³

³ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cip10/metropol-prelevement-cip10.pdf>

Dispositif de prélèvement

- Type de dispositif _____
- CIP10-Inhalable
- Support ou substrat de collecte _____
- Mousse polyuréthane imprégnée

Préparation du substrat :

Laver les mousses avec de l'eau ultrapure savonneuse, rincer à l'eau ultrapure puis laver avec un mélange méthanol/acétonitrile 50/50 vol. Les mousses sont ensuite séchées une nuit.

L'imprégnation est effectuée avec une solution de MPP (1-2 méthoxyphényl) pipérazine à 3 g/L dans le toluène. Cette solution peut être conservée au maximum 15 jours à 4 °C. Les mousses sont trempées dans la solution d'un côté puis de l'autre, elles sont ensuite égouttées sur une grille puis séchées une nuit complète sous sorbonne loin de toute source de pollution. Elles peuvent alors être déposées dans les coupelles des CIP 10. Les mousses imprégnées peuvent être conservées à 4 °C pendant 15 jours.

Des mousses ainsi préparées seront utilisées lors des analyses pour servir de témoins.

Commentaires, conseils, consignes :

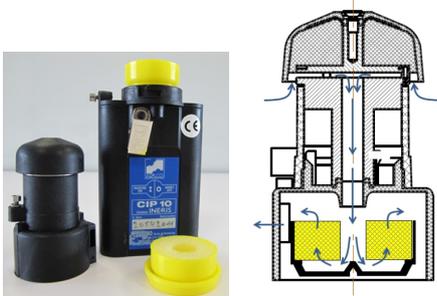


Photo d'un ensemble CIP10-I et représentation **schématique** du sélecteur de la fraction inhalable avec la coupelle rotative en place.

Conditions de prélèvement

- Débit (L/min) _____ 10
- Temps de prélèvement maximum _____ 4 heures

Conditionnement particulier

Description :

Les mousses doivent être conservées à 4 ± 2 °C dès la fin du prélèvement.

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 28 jours

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Conservation à $4 \pm 2^\circ\text{C}$

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

Première étape : extraction de la mousse.

Deuxième étape : rinçage de la coupelle.

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

28 jours à 4°C .

2 étapes de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ ACETONITRILE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Volume _____ 5 mL

Ultrasons _____ 30 min

Commentaires :

La mousse est retirée de la coupelle et déposée dans un flacon pour l'extraction.

Etape de préparation n° 2

Solvant ou solution _____ ■ Solution MPP dans acétonitrile

Type de préparation _____ ■ Rinçage

Volume _____ 1 mL

Autres conditions de préparation :

1 mL d'une solution de MPP à 3 g/L dans l'acétonitrile est déposé dans la coupelle après retrait de la mousse, la coupelle est rincée et la solution est récupérée dans sa totalité à l'aide d'une pipette puis ajoutée à la solution d'extraction de la mousse, avant filtration.

Filtration :

La solution finale est filtrée avec des filtres PTFE petits volumes de $0,2 \mu\text{m}$ 13 mm.

Dérivation

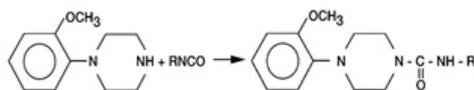
Moment de la dérivation _____ au prélèvement

Réactif _____ ■ 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE

Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

Le dérivé formé est un uréide.

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 TAMPONNEE

Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement.

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants⁵

⁵<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Commentaires :

L'étalonnage est réalisé par dopage de mousses imprégnées.

Les solutions mères et les solutions diluées de dopage des mousses sont préparées dans le toluène. 20 µL de chacune des solutions diluées sont déposés sur les mousses imprégnées. Les mousses ainsi dopées sont ensuite extraites comme les échantillons dans l'acétonitrile.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La quantité de dérivé dosée est multipliée par 0,3043 pour obtenir la quantité de HDI (Masse molaire HDI/ masse molaire dérivé)

$$m_{HDI} (\mu g) = 0,3043 * m_{HDI\text{dérivé}} (\mu g)$$

La quantité de HDI est ensuite ramenée au volume prélevé sur le support pour déterminer la concentration de HDI dans l'air

$$C^{\circ}HDI (\mu g/m^3) = \frac{m_{HDI} (\mu g)}{Débit (L/min) * Temps\ pré\ell. (min)} * 1000$$

Calcul de la concentration atmosphérique⁶

⁶<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

Historique

Version	date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-451-V01	Mars 2024	Création