

---

---

**Qualité de l'air des lieux de travail —  
Dosage des groupes isocyanate totaux  
dans l'air à l'aide de (méthoxy-1 phényle)-2  
pipérazine et de la chromatographie en  
phase liquide**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Workplace air quality — Determination of total isocyanate groups in air  
using 2-(1-methoxyphenyl) piperazine and liquid chromatography*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 16702:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 16702:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001>

© ISO 2001

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	2
3 <b>Principes</b> .....	2
4 <b>Réactifs et matériaux</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	4
6 <b>Échantillonnage</b> .....	5
6.1 <b>Étalonnage de la pompe</b> .....	5
6.2 <b>Généralités</b> .....	6
6.3 <b>Préparation de l'équipement d'échantillonnage — Généralités</b> .....	6
6.4 <b>Préparation de l'équipement d'échantillonnage — Filtrés</b> .....	6
6.4.1 <b>Préparation des filtres imbibés</b> .....	6
6.4.2 <b>Préparation des dispositifs d'échantillonnage avec filtres</b> .....	6
6.5 <b>Préparation de l'équipement d'échantillonnage — Impacteurs</b> .....	6
6.6 <b>Prélèvement des échantillons de filtre — Échantillons en phase vapeur</b> .....	6
6.7 <b>Prélèvement des échantillons d'impacteur — Vapeur ou échantillons en phase particulaire sans particules &gt; 2 µm</b> .....	7
6.8 <b>Prélèvement d'impacteur avec échantillons de filtre — Autres cas</b> .....	7
6.9 <b>Transport</b> .....	7
6.10 <b>Blancs</b> .....	8
7 <b>Mode opératoire</b> .....	8
7.1 <b>Précautions de sécurité</b> .....	8
7.2 <b>Nettoyage de la verrerie</b> .....	8
7.3 <b>Pré-réaction des échantillons d'impacteur avant l'analyse par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)</b> .....	8
7.4 <b>Pré-réaction des échantillons de filtre avant l'analyse par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)</b> .....	8
7.5 <b>Conditions de chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)</b> .....	8
7.6 <b>Dosage d'isocyanate en suspension dans l'air à partir de monomères</b> .....	12
7.7 <b>Dosage d'isocyanates en suspension dans l'air à partir de prépolymères</b> .....	13
7.8 <b>Confirmation de l'identification des prépolymères d'isocyanate</b> .....	13
7.9 <b>Capacité d'échantillonnage</b> .....	14
8 <b>Calculs</b> .....	14
8.1 <b>Concentration en masse de l'analyte</b> .....	14
9 <b>Perturbations</b> .....	15
10 <b>Précision et marge d'erreur</b> .....	15
11 <b>Stockage</b> .....	15
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	15
13 <b>Contrôle qualité</b> .....	16
<b>Annexe A (informative) Détermination de la capacité d'échantillonnage</b> .....	17
<b>Bibliographie</b> .....	18

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 16702 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

[ISO 16702:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001>

# Qualité de l'air des lieux de travail — Dosage des groupes isocyanate totaux dans l'air à l'aide de (méthoxy-1 phényle)-2 pipérazine et de la chromatographie en phase liquide

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des lignes directrices pour l'échantillonnage et l'analyse d'isocyanates organiques en suspension dans l'air sur les lieux de travail, à l'aide du réactif (méthoxy-1 phényle)-2 pipérazine et de la chromatographie en phase liquide.

La présente Norme internationale s'applique à la mesure d'une large gamme de composants organiques contenant des groupes d'isocyanates fonctionnels (NCO), y compris les monomères et les prépolymères d'isocyanate.

La présente Norme internationale s'applique à la mesure de tout produit contenant des groupes d'isocyanates libres.

La présente Norme internationale s'applique à la mesure des concentrations moyennes évaluées sur une période déterminée des isocyanates organiques dans l'atmosphère des lieux de travail et pour l'échantillonnage sur des périodes allant de 10 min à 8 h. Elle a été élaborée pour le contrôle individuel mais peut également être utilisée pour le contrôle d'un point particulier par une modification adaptée.

La présente Norme internationale est applicable à la mesure d'isocyanates organiques en suspension dans l'air pour une plage de concentration allant approximativement de  $0,1 \mu\text{g NCO}\cdot\text{m}^{-3}$  à  $140 \mu\text{g NCO}\cdot\text{m}^{-3}$  pour un volume d'échantillonnage de 15 l.

Les limites de détection qualitatives et quantitatives pour l'isocyanate, définies comme étant égales à trois fois et dix fois l'écart d'étalon de six déterminations à blanc, se trouvent habituellement autour de  $0,001 \mu\text{g NCO}$  et  $0,004 \mu\text{g NCO}$  par échantillon, respectivement (détection électrochimique). Ces chiffres correspondent à des limites de détection qualitatives et quantitatives de  $0,07 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$  et de  $0,3 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ , respectivement, pour un échantillon d'air de 15 l.

**EXEMPLE** Les monomères aromatiques comprennent le diisocyanate de toluène (TDI) et le bis-(phényle-4 isocyanate) méthylène (diisocyanatodiphényl-4,4 méthane, MDI) constituent des exemples de monomères aromatiques. Les monomères aliphatiques comprennent le diisocyanate isophorone (IPDI) et le hexaméthylène-1,6 diisocyanate (HDI). Les oligomères ou prépolymères d'isocyanate sont dérivés de ces monomères par auto-condensation ou par réaction avec des alcools polyvalents.

**NOTE 1** Les isocyanates organiques peuvent également se former par la décomposition thermique des polyuréthanes. Si les isocyanates et les amines sont tous les deux présents, un étalon permettant le dosage simultané des amines et des isocyanates (méthode ISO en projet) peut être plus approprié. Un autre mode opératoire utilisant le réactif MAP [(anthracenyl-9 méthyle)-1 pipérazine] est également disponible (méthode ISO en projet).

**NOTE 2** Le contrôle de l'air a généralement pour objet de déterminer l'exposition des travailleurs, et par conséquent les modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale sont destinés à l'échantillonnage sur des personnes, de la zone de respiration. Les modes opératoires peuvent être utilisés pour l'échantillonnage d'un point de second plan ou d'un point particulier. Il convient cependant de reconnaître qu'en raison des effets aérodynamiques, les échantillons conçus pour un échantillonnage sur des personnes ne présentent pas nécessairement les mêmes caractéristiques de prélèvement lorsqu'ils sont utilisés pour d'autres besoins.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 6141:2000, *Analyse des gaz — Prescriptions relatives aux certificats de gaz et mélanges de gaz pour étalonnage*.

ISO 6145 (toutes les parties), *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques*.

ISO 6349, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode par perméation*.

BS 7653-3:1993, *Piston and/or plunger operated volumetric apparatus (POVA) — Methods of test*.

EN 482, *Atmosphères des lieux de travail — Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques*.

EN 1076, *Atmosphères des lieux de travail — Tubes à adsorption avec pompage pour la détermination des gaz et vapeurs — Exigences et méthodes d'essai*.

EN 1232, *Air des lieux de travail — Pompes pour l'échantillonnage individuel des agents chimiques — Exigences et méthodes d'essai*.

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 16702:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-d4685011ae10/iso-16702-2001>

## 3 Principes

Un volume d'air mesuré est prélevé par un impacteur en verre contenant une solution de (méthoxy-1 phényle)-2 pipérazine (1-2MP) et/ou un filtre imbibé du réactif (1-2MP). Tous les isocyanates organiques présents présenteront une réaction pour former des dérivés d'urée non volatils. La solution obtenue est concentrée et analysée par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) avec une détection électrochimique (EC) et aux ultraviolets (UV). Les pics d'isocyanate dérivés sont identifiés sur la base de leurs réponses EC et UV et par une détection de série de diodes (DAD) et une comparaison avec le volume dérivé (si disponible). La quantification est effectuée par comparaison avec l'étalon de monomère d'isocyanate pertinent. La concentration totale d'isocyanate dans l'air est calculée à partir de la somme de tous les pics d'isocyanate dérivés.

## 4 Réactifs et matériaux

Pendant l'analyse n'utiliser que des réactifs de qualité réactive analytique reconnue.

**4.1 Réactif 1-2 MP**, (méthoxy-1 phényle)-2 pipérazine présentant une pureté appropriée (> 98 %) est disponible dans le commerce.

**4.2 Solvant réactif**, généralement le toluène.

Il convient que le solvant réactif soit de qualité chromatographique et il doit être exempt de composants qui coélutent avec les substances analysées. Avant d'utiliser le solvant pour la préparation de filtres imbibés ou pour la préparation d'étalons de monomère, il est conseillé de le sécher avec du chlorure de calcium anhydre ou du sulfate de magnésium. Cette étape peut être omise pour la préparation de la solution d'absorption car elle prélèvera l'humidité atmosphérique lors de l'échantillonnage.

### 4.3 Solutions réactives

#### 4.3.1 Solution d'absorption

Peser avec précision environ 50 mg de 1-2MP et les transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Dissoudre et remplir jusqu'à la marque avec le solvant réactif et bien mélanger. Diluer 10 ml de cette solution étalon avec 100 ml du solvant réactif dans une deuxième fiole jaugée afin d'obtenir une solution d'absorption à 26 µM.

#### 4.3.2 Préparation de la solution pour imbiber les filtres (solution A)

Peser avec précision environ 0,25 g de 1-2MP et transvaser dans une fiole jaugée de 25 ml. Remplir jusqu'à la marque avec un solvant réactif sec et remuer afin de mélanger.

#### 4.3.3 Stabilité des solutions réactives

Préparer de nouvelles solutions toutes les semaines.

### 4.4 Étalons

#### 4.4.1 Préparation des dérivés de monomères

Ajouter l'isocyanate approprié (0,1 g) à 0,6 g de 1-2MP dissous dans du toluène sec (10 ml) et laisser reposer pendant 1 h. Une précipitation de l'urée blanc cristallin aura lieu. La recueillir sur un papier-filtre puis la laver plusieurs fois avec du toluène sec afin d'enlever l'excès de réactif.

Recristalliser l'urée à partir du toluène en la chauffant à environ 60 °C et en ajoutant lentement du méthanol afin de dissoudre l'urée. Laisser refroidir et filtrer les cristaux obtenus en les lavant avec du toluène froid et sec. Sécher le solide à l'air. Les dérivés de l'urée sont seulement peu solubles dans le toluène mais facilement solubles dans le méthanol ou l'acétonitrile.

Le MDI et le HMDI (dicyclohexyl-4,4' méthane) diisocyanate sont plutôt insolubles dans le toluène. L'autre méthode de préparation indiquée ci-après semble plus adaptée pour ces composants.

Ajouter lentement une solution d'isocyanate appropriée (0,5 g) dans du dichlorométhane (25 ml) à une solution de (méthoxy-1 phényle)-2 pipérazine (1,0 g) dans du dichlorométhane (50 ml). Ceci entraînera la formation d'une suspension blanche. L'ajouter goutte à goutte à un bécher d'hexane (500 ml) en remuant. Filtrer le précipité obtenu et le dissoudre à nouveau dans un volume minimum de dichlorométhane. Ajouter de l'hexane afin de reprécipiter le solide, puis le filtrer et le laver avec de l'hexane. Sécher le dérivé d'urée à l'air.

NOTE Cette deuxième méthode peut également être utilisée pour les prépolymères d'isocyanate.

#### 4.4.2 Préparation des solutions d'étalons des dérivés monomères d'isocyanate recristallisés

Peser une masse connue de dérivé d'urée, la placer dans une fiole jaugée de 100 ml et remplir jusqu'à la marque avec de l'acétonitrile ou du méthanol. Prélever des aliquotes de cette solution et les diluer volumétriquement dans de l'acétonitrile afin d'obtenir une série de solutions étalons sur la plage de concentration 0,01 µg NCO·ml<sup>-1</sup> à 1,0 µg NCO·ml<sup>-1</sup>. Préparer d'autres solutions étalons si la plage de concentration des échantillons ne dépasse pas celle des étalons.

On obtient alors:

$$c_s = (c_u M_n \cdot n) / M_u$$

où

$c_s$  est la concentration d'isocyanates dans l'étalon (µg NCO·ml<sup>-1</sup>);

$c_u$  est la concentration du dérivé d'urée dans l'étalon (µg·ml<sup>-1</sup>);

## ISO 16702:2001(F)

$M_n$  est la masse moléculaire relative de NCO;

$n$  est le nombre de groupes/molécule d'isocyanates;

$M_u$  est la masse moléculaire relative du dérivé d'urée.

### 4.4.3 Stabilité des urées d'isocyanate et leurs solutions

Les solutions étalons de dérivés de monomère d'isocyanate sont stables pendant plus de six mois lorsqu'elles sont conservées dans un congélateur. Les monomères d'isocyanate (TDI) sur les filtres ou la solution de toluène se sont avérées stables après 90 jours (73 % et 81 % de récupérations, respectivement) [1].

### 4.5 HPLC (chromatographie en phase liquide à haute performance) en phase mobile

Dissoudre 5 g d'acétate de sodium anhydre dans 1 l d'eau distillée. Ajuster le pH de cette solution à 6,0 avec de l'acide acétique glacial. Ajouter 550 ml de cette solution à de l'acétonitrile (450 ml) et dégazer cette solution en la filtrant sous vide ou en faisant passer un courant d'hélium porté à ébullition, afin d'obtenir une solution tampon à 45 % d'acétonitrile/55 % d'acétate de sodium.

## 5 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire ordinaire et les appareils suivants.

### 5.1 Échantillonneur

Le choix de l'échantillonneur utilisé dépend de la forme de l'isocyanate présent.

Pour les isocyanates en phase vapeur, l'échantillonnage peut être réalisé en utilisant seulement un filtre imbibé. Si aucune particule de diamètre inférieur à 2  $\mu\text{m}$  n'est prévue, l'échantillonnage peut alors être réalisé seulement avec un impacteur. Dans tous les autres cas, ou lorsque la forme de l'isocyanate n'est pas connue, l'utilisation d'un impacteur accompagné d'un filtre imbibé est suggérée. Les détails concernant des modes opératoires d'échantillonnage différents sont donnés ci-après.

**5.2 Filtres**, de 25 mm de diamètre, adaptés pour être utilisés dans l'échantillonneur sélectionné.

Il convient que le type de filtre choisi ait un rendement de capture au moins égal à 95 % et adapté au prélèvement d'échantillons d'isocyanate stables. Les filtres GF/A imbibés de 1-2MP se sont avérés adaptés.

### 5.3 Support de filtre

Les détails concernant les têtes d'échantillonnage appropriées sont indiquées en [2]. Une tête IOM de 25 mm fixée avec une cassette en acier inoxydable est recommandée pour les échantillons sur filtre.

Lorsque la combinaison impacteur/filtre est utilisée (6.8), il s'est avéré plus commode d'utiliser le support de filtre de 25 mm.

### 5.4 Impacteur miniature

De nombreux barboteurs et impacteurs de conceptions différentes sont disponibles [3]. Un impacteur miniature [4] est constitué d'un récepteur gradué et un tube d'alimentation.

NOTE Des impacteurs «inversables» sont disponibles dans le commerce.

**5.5 Pompe d'échantillonnage**, conforme aux exigences de l'EN 1232 ou équivalente.

NOTE Il convient que la pompe d'échantillonnage soit conforme aux règles de sécurité locales.



## 5.6 Tubulure

Tubes appropriés en plastique, en caoutchouc ou autre matériau approprié, d'environ 90 cm de longueur, de diamètre approprié afin d'assurer une fixation étanche à la fois sur la pompe et l'échantillonneur. Les tubes Fluran<sup>1)</sup> semblent présenter moins de problèmes en raison de l'extraction de contaminants associée avec eux. Des pinces doivent être fournies afin de maintenir l'échantillonneur et le tube de connexion sur la boutonnière du porteur.

Il n'est pas recommandé d'utiliser un tube en amont du premier élément prélevé (filtre ou impacteur) car des pertes d'échantillon peuvent se produire.

**5.7 Débitmètre**, portable capable de mesurer le débit approprié à  $\pm 5\%$  et d'étalonner à partir d'un étalon primaire [2].

Les débitmètres incorporés dans les pompes d'échantillonnage ne sont pas adaptés pour mesurer le débit avec précision. Ils peuvent cependant être utiles pour surveiller les performances des échantillonneurs, à condition qu'ils aient une sensibilité adéquate.

## 5.8 Équipement de filtration

Unité de filtre résistant au solvant ayant une taille de pores  $< 0,5\ \mu\text{m}$  et destiné à la filtration de solvants à chromatographie en phase liquide (LC). Filtres sans seringue ou filtres avec seringues  $< 0,5\ \mu\text{m}$  pour la filtration des échantillons élués, avant l'analyse par chromatographie en phase liquide (LC).

**5.9 Équipement auxiliaire**, comprenant des ceintures ou harnais auxquels la pompe d'échantillonnage peut être facilement fixée (à moins que la pompe soit suffisamment petite pour tenir dans la poche d'un travailleur), des pinces à bouts plats permettant de manipuler les filtres, des containers pour transporter les filtres et/ou les solutions d'impacteur, un support de protection pour l'impacteur.

**5.10 Chromatographe en phase liquide (HPLC)**, relié à des détecteurs ultraviolets (UV) et électrochimique (EC).

[ISO 16702:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82-)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fcc623d9-22bd-4c68-bb82->

Il convient que le détecteur électrochimique (EC) soit utilisé en mode d'oxydation. Un détecteur de séries de diodes est également conseillé pour la confirmation de l'identification.

Les fluctuations de température doivent être évitées, afin d'obtenir la sensibilité requise pour cette méthode. Cela peut être réalisé en plaçant un thermostat dans la colonne de chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) et dans le détecteur électrochimique (EC). Les performances électrochimiques (EC) peuvent être améliorées en faisant circuler à nouveau la phase mobile en boucle fermée et en utilisant une cellule de protection (réglée à environ  $+ 50\ \text{mV}$  au-dessus de la puissance de la cellule analytique) avant l'injecteur. Un amortisseur d'impulsions réduira également le bruit du système de chromatographie en phase liquide (LC) (ondulation d'impulsion) et augmentera ainsi le rapport signal-bruit, (S/B).

## 5.11 Échantillonneurs automatiques

Ils sont disponibles dans le commerce.

# 6 Échantillonnage

## 6.1 Étalonnage de la pompe

Étalonner la pompe avec un impacteur représentatif et/ou l'assemblage de filtres en ligne, en utilisant un mètre d'étalonnage externe approprié. Lorsqu'un impacteur est utilisé, il doit contenir une solution d'absorption (ou du toluène).

1) Fluran est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

## 6.2 Généralités

Pour des échantillonnages longs, sélectionner une période d'échantillonnage d'une durée adaptée afin que le filtre ne soit pas surchargé de matériau à particules.

NOTE Une concentration moyenne pondérée sur 8 h peut être obtenue à partir des résultats de deux ou plusieurs échantillons consécutifs.

## 6.3 Préparation de l'équipement d'échantillonnage — Généralités

Nettoyer les échantillons (la cassette du filtre et/ou les impacteurs) avant utilisation. Désassembler les échantillons, les faire tremper dans la solution détergente de laboratoire, les rincer minutieusement avec de l'eau, les essuyer avec un tissu absorbant et les laisser bien sécher avant le réassemblage. Sinon, utiliser une machine à laver de laboratoire.

## 6.4 Préparation de l'équipement d'échantillonnage — Filtres

### 6.4.1 Préparation des filtres imbibés

Peser avec précision environ 0,25 g de (méthoxy-1 phényle)-2 pipérazine et le transvaser dans une fiole jaugée de 25 ml. Remplir jusqu'à la marque avec du toluène sec et remuer afin de mélanger. Ceci est la solution A (voir 4.3.2).

Dans un endroit exempt de poussière et d'isocyanates, placer à l'aide de pinces à éponner un nombre de filtres en fibre de verre de 25 mm sur une plaque en verre propre sans qu'ils se touchent. Répartir à l'aide d'une seringue appropriée en microlitres, 200 µm de la solution A sur la surface de chaque filtre en s'assurant que le réactif imprègne tout le filtre. Faire sécher les filtres à l'air pendant plusieurs heures. Lorsqu'ils sont complètement secs, transférer les filtres qui se trouvent sur la plaque en verre dans une bouteille marron à bouchon fileté à l'aide de pinces à éponner. Étiqueter la bouteille avec le nom de la préparation et la date «à utiliser avant». Stocker jusqu'au temps requis dans un placard sombre ou un réfrigérateur jusqu'à six mois après la date de préparation.

### 6.4.2 Préparation des dispositifs d'échantillonnage avec filtres

Dans un endroit exempt d'isocyanates, mettre les filtres dans des échantillonneurs propres et secs à l'aide de pinces à bout plat. Relier chaque tête d'échantillonnage chargée à une pompe d'échantillonnage à l'aide d'un tube en plastique, en s'assurant qu'aucune fuite ne peut se produire. Mettre en marche la pompe, attacher le débitmètre étalonné à la tête d'échantillonnage afin qu'il mesure le débit par l'orifice d'arrivée de l'échantillonneur et régler au débit approprié avec une exactitude de  $\pm 5\%$ . Éteindre la pompe et sceller hermétiquement l'échantillonneur avec un revêtement protecteur afin d'éviter la contamination pendant le transport jusqu'au lieu d'échantillonnage.

## 6.5 Préparation de l'équipement d'échantillonnage — Impacteurs

Dans un endroit exempt d'isocyanates et juste avant l'échantillonnage, transvaser 10 ml de la solution d'absorption dans un impacteur et l'assembler. Placer l'impacteur dans un support protecteur et le relier à la pompe d'échantillonnage avec un tube approprié. S'assurer que toutes les connexions sont étanches.

## 6.6 Prélèvement des échantillons de filtre — Échantillons en phase vapeur

Dans un endroit exempt d'isocyanates, fixer l'échantillonneur sur les travailleurs, sur leur boutonnière, et aussi près que possible de leurs bouches et leurs nez. Placer la pompe d'échantillonnage dans une poche pratique d'accès ou l'attacher sur le travailleur sans occasionner de gêne, par exemple sur une ceinture autour de la taille. Lorsque l'échantillonnage sur le point d'être commencé, retirer le revêtement protecteur de l'échantillonneur et allumer la pompe. Enregistrer l'heure du début de la période d'échantillonnage et, si la pompe est équipée d'un indicateur du temps écoulé, s'assurer que celui-ci est réglé sur zéro. Faire passer un volume d'air mesuré à travers l'échantillonneur à un débit de 2,0 l·min<sup>-1</sup>. Le volume d'air recommandé se situe dans la plage de 20 l à 900 l.

Étant donné qu'un filtre peut s'obstruer, surveiller périodiquement les performances de l'échantillon, au minimum, toutes les deux heures (ou plus fréquemment lorsque de lourdes charges de filtres sont prévus). Mesurer le débit à l'aide du débitmètre étalonné puis enregistrer la valeur mesurée. Terminer l'échantillonnage et considérer que l'échantillon n'est pas valable lorsque le débit n'est pas maintenu à  $\pm 5\%$  de la valeur nominale pendant la période d'échantillonnage.

Une observation régulière de l'indicateur de défaut de débit est un bon moyen de s'assurer que le débit des pompes à débit stabilisé est maintenu de façon satisfaisante, à condition que l'indicateur de défaillance de débit indique un dysfonctionnement, lorsque le débit se situe hors des  $\pm 5\%$  de la valeur nominale.

À la fin de la période d'échantillonnage, mesurer le débit avec une exactitude de  $\pm 5\%$  à l'aide du débitmètre étalonné, éteindre la pompe d'échantillonnage et enregistrer la durée du débit et l'heure. Observer également la lecture de l'indicateur de temps écoulé, lorsqu'il est installé. Considérer que l'échantillon n'est pas valable lorsque la lecture de l'indicateur de temps écoulé et l'intervalle de temps entre le moment où la pompe d'échantillonnage a été mise en marche puis éteinte n'est pas compris entre  $\pm 5\%$  de la valeur nominale. En effet ceci peut signifier que la pompe d'échantillonnage n'a pas fonctionné pendant la période d'échantillonnage. Sceller à nouveau l'échantillonneur dans son revêtement protecteur et le déconnecter de la pompe d'échantillonnage.

Enregistrer avec précision l'identité de l'échantillon et les données d'échantillonnage correspondantes. Calculer la moyenne du débit en établissant une moyenne des mesures de débit pendant la période d'échantillonnage et calculer le volume d'air échantillonné, en litres, en multipliant le débit en litres par minute par la durée d'échantillonnage en minutes.

### 6.7 Prélèvement des échantillons d'impacteur — Vapeur ou échantillons en phase particulaire sans particules $> 2\ \mu\text{m}$

Les commentaires ci-avant concernant la surveillance du débit et l'enregistrement de l'identité de l'échantillon s'appliquent également aux impacteurs. Lorsque l'impacteur est utilisé pour un échantillonnage effectué sur des personnes, il convient qu'il soit monté dans la zone de respiration du travailleur, par exemple sur sa boutonnière. Il convient que l'impacteur soit maintenu dans une position à peu près verticale. Contrôler également l'impacteur de façon périodique afin de s'assurer que la solution d'absorption ne s'est pas évaporée.

Faire passer un volume d'air mesuré à travers l'impacteur. Le volume d'échantillonnage recommandé est d'au moins 15 l et le débit recommandé de  $1\ \text{l}\cdot\text{min}^{-1}$ . Si un échantillonnage de 8 h est requis, il convient de prélever plusieurs échantillons plus courts à  $1\ \text{l}\cdot\text{min}^{-1}$  et de les additionner. En pratique l'échantillonnage est réalisé après la période où le travailleur est en contact avec l'isocyanate ce qui représente habituellement une période inférieure à 8 heures. Il peut être nécessaire de compléter l'impacteur avec du solvant réactif sec pendant la période d'échantillonnage en raison des pertes de solvant dues à l'évaporation.

### 6.8 Prélèvement d'impacteur avec échantillons de filtre — Autres cas

Dans les situations autres que celles traitées en 6.6 et 6.7, une combinaison impacteur/filtre doit être utilisée car l'utilisation d'un impacteur ou d'un filtre seul n'est pas toujours efficace par le prélèvement d'isocyanates [5, 6]. Les problèmes sont liés aux particules; les particules de moins de  $1\ \mu\text{m}$  à  $2\ \mu\text{m}$  sont prélevées faiblement par les impacteurs et les particules contenant à la fois de l'isocyanate et du polyol (généralement un peu plus large) ne peuvent pas être dérivées efficacement avec un prélèvement par filtre. Un impacteur suivi d'un filtre capturera toute particule de petite taille passant à travers l'impacteur sur le filtre et dérivera efficacement les plus grosses particules dans l'impacteur.

Pour l'impacteur avec combinaison de filtre, un débit volumique d'échantillonnage de  $1\ \text{l}\cdot\text{min}^{-1}$  est suggéré.

### 6.9 Transport

Pour le transport jusqu'au laboratoire, enlever chaque filtre de l'échantillonneur, les placer dans un flacon en verre de  $50\ \text{mm} \times 35\ \text{mm}$  contenant 2 ml de la solution d'absorption 1-2MP et mettre un couvercle au flacon. Si la formation d'éléments particuliers est attendue, rincer l'entrée de la tête d'échantillonnage avec un peu de solution 1-2MP diluée.