

## NOTICE D'ESSAI N° 7

### *MITIN FF haute concentration. Détermination quantitative sur tissus à base de laine. Méthode par chromatographie liquide haute pression*

#### **Avertissement**

**Attention, la 3,4 dichloroaniline est toxique par inhalation, par contact et ingestion. Il est donc nécessaire de se protéger lors de son utilisation (gants et masque).**

#### **1. Objet et domaine d'application**

La présente notice a pour objet le contrôle du traitement antimites effectué avec un produit à base de Chloro-5 (sulfo-2 chlorophénoxy-4)-2 dichloro-3',4' N,N'-diphényl urée (ou mitin FF) par chromatographie liquide haute pression.

Elle s'applique à tous les textiles à base de laine quelle qu'en soit la proportion. Elle permet de doser la 5-Chloro-2- (4-chloro-2-sulfophénoxy) -3',4'-dichloro-N, N'-biphényl urée (matière active du mitin).

#### **2. Principe**

Après hydrolyse du produit insecticide, distillation du produit de dégradation puis analyse en chromatographie liquide haute pression.

#### **3. Réactifs**

- lessive de soude (environ 2 N) ;
- acide acétique ;
- eau distillée ;
- 3,4-dichloroaniline (pure) ;
- antimousse ;
- eau qualité HPLC ;
- acétonitrile qualité HPLC ;

#### **4. Appareillage et verrerie**

- étuve permettant un chauffage à 105 °C ;
- verrerie classique de laboratoire ;
- appareil de distillation ;
- chaîne chromatographique HPLC équipée d'un détecteur UV capable de travailler à 280 nm.

#### **5. Préparation de l'échantillon**

Les échantillons sont lavés et séchés. Défaire les échantillons et peser environ 500 mg de matière textile (W1).

#### **6. Mode opératoire**

##### *6.1. Hydrolyse et distillation*

Introduire la prise d'essai dans un ballon de 250 ml, ajouter de 130 à 150 ml de soude 2N et chauffer pendant 90 mn, de façon à obtenir de 90 à 95 ml de distillat. Il ne faut pas oublier d'ajouter de la pierre ponce pour réguler l'ébullition.

Il peut être nécessaire d'ajouter un antimousse (par exemple du Rhodorsil Antimousse 424).

Récupérer le distillat dans un erlen de 100 ml contenant 2 ml d'acide acétique. Après refroidissement à température ambiante, compléter la solution à 100 ml.

Il faut faire attention à ne pas mener l'extraction trop longtemps pour ne pas entraîner de solution alcaline ou d'antimousse avec le distillat.

### 6.2. Analyse en chromatographie

La solution obtenue est directement injectée en chromatographie liquide haute pression. L'analyse est réalisée dans les conditions suivantes (donnée à titre indicatif) :

Colonne :

- colonne de type C18-5 $\mu$ m ;
- précolonne de même type.

Eluant :

- eau : 35 % ;
- acétonitrile : 65 % ;
- débit : 1,5ml/min ;
- quantité injectée : 20  $\mu$ l.

Détection :

- $\lambda$  = 280 nm

### 6.3. Etalonnage

Dans une fiole de 1000 ml, dissoudre précisément 200 mg de 3,4 dichloroaniline pure avec 2 ml d'acide acétique et environ 100 ml d'eau (on peut passer la solution dans un bac à ultrasons pour faciliter la dissolution). Porter la solution à 1000 ml avec de l'eau distillée (solution SM1).

Prendre 25 ml de cette solution et les diluer avec l'eau jusqu'à 500 ml (solution SM2). Introduire respectivement 0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 ml de cette solution dans des fioles jaugées de 100 ml puis ajouter 1 ml d'acide acétique.

|                           |   |      |     |      |      |      |
|---------------------------|---|------|-----|------|------|------|
| Etalon.....               | 0 | 1    | 2   | 3    | 4    | 5    |
| Volume SM2 (ml).....      | 0 | 0.5  | 1   | 1.5  | 2    | 2.5  |
| Concentration (mg/l)..... | 0 | 0.05 | 0.1 | 0.15 | 0.20 | 0.25 |

Tracer la courbe d'étalonnage Aire = f(Concentration). Cette courbe doit être une droite.

### 7. Résultats

La courbe d'étalonnage permet de déterminer la concentration de 3,4 dichloroaniline dans la solution.

Les résultats sont ensuite exprimés en mitin FF HC (formulation qui contient 80 % de substance active monohydratée) :

$$\% \text{ mitinFFHC} = [\text{dichloroaniline}](\text{mg/l}) \times 0,1 \times \frac{702,72}{162,02} \times \frac{1}{W1} \times 100$$

*Remarque : si le tissu ne contient pas que de la laine, il faut exprimer le résultat par rapport à la quantité de laine contenue dans l'échantillon.*

## 8. Procès-verbal d'essai

Il indique :

- la référence à la présente notice ;
- la référence des échantillons ;
- le pourcentage en mitin FF haute concentration ;
- les détails opératoires non prévus dans la présente notice ainsi que les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur le résultat.