

## **Développement d'un processus d'extraction et d'analyse pour la détermination quantitative du taux de PCPP et d'éthers de PCPP dans les lés d'étanchéité en bitume polymère**

Rapport final sur le projet de recherche  
P 52-5- 20.95-2021/18

### **Synthèse**

Les lés d'étanchéité en bitume polymère, utilisés notamment dans l'isolation des toitures végétalisées, comportent des éthers de l'acide 2-(4-chloro-2-méthylphénoxy)propionique (« mécoprop », dit MCPP). Les éthers de mécoprop sont éliminés du lé en bitume au contact de l'eau ; le mécoprop est libéré par hydrolyse des éthers. Les agents anti-racines du mécoprop empêchent les racines de percer les lés d'étanchéité en bitume polymère des toitures végétalisées. Toutefois, seul le (R)-(+)-énantiomère, « mécoprop-P », que l'on retrouve surtout dans les formulations récentes des produits anti-racines, est efficace.

Pour déterminer les taux de MCPP et d'éthers de MCPP contenus dans les lés d'étanchéité de toiture, par ex. pour les essais d'homogénéité, un processus d'extraction et une méthode d'analyse ont été développés et validés pour les éthers de MCPP. Pour la phase d'extraction, des échantillons de matière ont été prélevés des lés à l'aide un poinçon. L'extraction des analytes a été effectuée avec du toluène à température ambiante et sous agitation pendant 1 à 3 heures. Dans le cadre de la préparation à l'analyse, les extraits ont été filtrés et dilués en changeant de solvant. Le MCPP a été analysé à l'aide d'une UPLC-MS/MS. La détermination du taux d'éthers MCPP (MCPP-P-2-Ethylhexyl Ester, MCPP-P-n-Octyl Ester) a été réalisée par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) avec injection de liquides. Les analyses GC-MS et UPLC-MS/MS montrent des limites de détection inférieures à 1 µg/l, soit un taux (m/m) de 0,1 g/m<sup>2</sup> d'éthers de MCPP ou de 0,005 g/m<sup>2</sup> de MCPP pour la zone concernée.

Pour la validation de l'analyse GC-MS et du processus global, des limites de détection, d'inclusion et détermination ont été définies. Ont également été déterminées la linéarité du processus d'analyse, la reproductibilité de l'étalonnage, la récupération, la robustesse du processus global et la stabilité des solutions. Des examens ont en outre été effectués pour connaître l'influence du processus de filtration sur les extraits.

L'application des processus validés dans la détermination du taux de MCPP et du taux d'Octyl Ester (MCPP-P-2-Ethylhexyl Ester, MCPP-P-n-Octyl Ester) associé s'est effectuée sur la base de deux lés d'étanchéité en bitume polymère. Le taux de MCPP-P-n-Octyl Ester de la zone concernée dans le lé d'étanchéité de toiture 1 était de  $9,2 \pm 0,5$  g/m<sup>2</sup>. Le lé d'étanchéité de toiture 2 contenait  $6,4 \pm 1,1$  g/m<sup>2</sup> de MCPP-P-2-Ethylhexyl Ester. Du MCPP a été retrouvé dans les deux lés d'étanchéité de toiture dans le domaine des traces. Le rapport molaire (éthers/acide carboxylique) était de seulement 1,1 % pour le lé n°2 et de seulement 0,3 % pour le lé n°1. Les résultats indiquent que tous les éthers n'hydrolysent qu'en surface ou dans l'éluat aqueux, mais pas dans le lé d'étanchéité de toiture en bitume lui-même.