

Acide acétique M-423

Prélèvement : Actif sur Tube de Florisil ®

Analyse : chromatographie ionique avec suppression détection conductimétrique

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-423

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Acide acétique	FT Acide acétique

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm ³)	Synonymes
Acide acétique	64-19-7	C ₂ H ₄ O ₂	60,06	1,049	Acide éthanoïque

Substance	données de validation
Acide acétique	Validation_316

Famille de substances

- ACIDES CARBOXYLIQUES ALIPHATIQUES

Principe et informations

Cette méthode doit être utilisée pour les prélèvements d'acide acétique essentiellement sous forme gazeuse. En présence d'un brouillard important, les prélèvements devront être réalisés à l'aide d'une cassette contenant des filtres imprégnés, suivant les préconisations de la méthode **M-321** ¹.

¹https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?reflNRS=METROPOL_321

L'acide acétique est prélevé sur le support de collecte, mis en solution dans l'éluant utilisé et dosé sous forme d'acétate par chromatographie ionique.

Ces essais de validation ont été réalisés pour permettre le dosage de l'acide acétique dans l'air, pour des concentrations allant de 2 mg/m³ (0,1 VLEP-CT à 1 L/min) à 40 mg/m³ (2 VLEP-CT à 1 L/min). Le domaine de validation a été choisi par rapport au projet de recommandation de l'ANSES pour une VLEP-CT de 20 mg/m³ (Rapport en consultation du 30/06/2014 au 02/09/2014).

Cette méthode a été validée en suivant les référentiels normatifs. Toutes les données de validation ainsi que les calculs des performances de la méthode sont indiqués dans les données de validation.

Le 31 janvier 2017 la parution de la directive européenne 2017/164 définit une VLEP-8h à 25 mg/m³ et une VLEP-CT à 50 mg/m³ pour l'acide acétique. La méthode n'a pas été validée pour ces nouvelles valeurs limites.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement ²

²<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ Tube de Florisil ®

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ CONDUCTIMETRIE

Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif	Concentration minimum	Concentration maximum	Volume prélevé
Acide acétique	30 µg	1200 µg	2 mg/m ³	80 mg/m ³	15 L

Liste des réactifs

- ACIDE SULFURIQUE
- EAU ULTRAPURE
- HYDROXYDE DE SODIUM
- SOLUTION ETALON 1g/L

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire³

³ <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 1

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ▪ TUBE 50 mm diam 8 mm

Support ou substrat de collecte _____ ▪ SILICATE DE MAGNESIUM (FLORISIL®)

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 400

Quantité de support dans la plage de garde (mg) _____ 200

Préparation du substrat :

Les deux plages de Florisil® (30-60 mesh) sont maintenues par deux tampons de laine de verre.



Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 1

15 minutes (VLEP-CT possible dans ces conditions) _____ oui

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 1 à 3 L/min

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise⁵

⁵ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf>

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁶

⁶ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 30jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Après les prélèvements, les tubes peuvent être conservés 30 jours à température ambiante sans perte significative.

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Une fois extrait, les échantillons ne sont pas stables. Les solutions d'extraction doivent être dosées directement après la désorption des tubes.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ ELUANT

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 20mL

Ultrasons _____ 10min

Autres conditions de préparation :

- Transférer séparément chaque plage de Florisil® dans des flacons de désorption.
- Ajouter 20 mL d'éluant pour la plage de 400 mg et 10 mL d'éluant pour la plage de 200 mg.

Filtration :

Les échantillons sont filtrés sur membrane 0,45 µm avant analyse.

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 IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS
■ SUPRESSEUR

Détecteur _____ ■ CONDUCTIMETRIE

Étalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants⁷

⁷<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ ELUANT

Commentaires :

L'étalonnage doit être réalisé en reconstituant la matrice, donc avec Florisil® (400 mg de Florisil® pour 20 mL).

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Les quantités obtenues sont données en acétate. La concentration atmosphérique en acide acétique est calculée comme suit :

Calcul de la concentration atmosphérique⁸

⁸<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

$$C_{masse} = \frac{(C - C_{blanc}) \cdot V_{sol} \cdot M_{substance}}{Q_{prél} \cdot t_{prél} \cdot M_{dosée}}$$

Compléments :**Conditions d'analyse utilisées pour la validation de méthode**

- Appareil DIONEX avec une précolonne IonPac[®] AG10, une colonne IonPac[®] AS10 et une membrane de suppression ASRS-ultra 4 mm.
- Éluant : 80 mM NaOH, débit : 1 mL/min.
- Régénérant : 25 mM H₂SO₄, débit : 6 mL/min.
- Volume injecté : 50 µL.

Remarques

- Les conditions chromatographiques ont été optimisées pour obtenir une bonne séparation des fluorures, formates et acétates. L'éluant est à optimiser en fonction du type de colonne choisi et des substances à doser.
- Si la quantité de polluant sur la deuxième plage M₂ > 5 % de la première plage M₁, le prélèvement est considéré comme non représentatif de l'exposition.

Interférences

Les chlorures d'acides sont hydrolysés en acides carboxyliques et acides hydrochloriques sur les supports de collecte, dans l'air humide, et en solution. Par conséquent, la méthode de prélèvement peut surestimer la concentration en acide carboxylique dans l'air.

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie**Historique**

version	date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-423/V01	Février 2018	Création Prélèvement sur tube Florisil d'acide acétique Analyses par chromatographie ionique avec colonne de suppression