

→ V. Oury, A. Peltier,  
Département Métrologie  
des polluants, Centre de Lorraine,  
INRS, Vandœuvre-lès-Nancy

# Prélèvement et dosage de l'acide acétique par chromatographie ionique

## Application à l'évaluation de l'exposition professionnelle

### SAMPLING AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF ACETIC ACID BY ION CHROMATOGRAPHY.

APPLICATION TO THE ASSESSMENT OF OCCUPATIONAL EXPOSURE

**P**resentation of an alternative method of sampling and quantitatively analysing the acetic acid present in the air of workplaces using sampling on a quartz fibre filter impregnated with sodium carbonate followed by ion chromatography with suppressor.

An alternative method of sampling and quantitatively analysing the acetic acid present in the air of workplaces has been developed. It consists in sampling on a quartz fibre filter impregnated with 5% sodium carbonate at a flow rate of 1 l/min followed by ion chromatography with suppressor (Dionex apparatus). Easier to employ and fast, it can substitute the method recommended until now of sampling at 0.5 l/min on a Florisil® silica gel tube and analysis by size-exclusion liquid chromatography.

● acetic acid ● sampling  
● quantitative analysis  
● methodology ● ion  
chromatography

**U**ne méthode alternative de prélèvement et de dosage de l'acide acétique présent dans l'air des lieux de travail a été mise au point. Elle consiste en un échantillonnage sur filtre en fibre de quartz imprégné de carbonate de sodium à 5 % à un débit de 0,5 ou 1 litre par minute, suivi d'une analyse par chromatographie ionique avec suppression (matériel Dionex). Plus facile à mettre en œuvre, rapide, elle peut se substituer à la méthode préconisée jusqu'à présent de prélèvement à 0,5 l/minute sur tube de gel de silice Florisil et analyse par chromatographie liquide par exclusion.

● acide acétique ● filtre ● prélèvement ● analyse ● chromatographie ionique

**L**e Laboratoire de chimie analytique minérale de l'INRS a été sollicité pour mettre au point une méthode alternative de prélèvement et de dosage des acides acrylique et métacrylique basée sur le piégeage sur filtres imprégnés et l'analyse par chromatographie ionique. La méthode de référence, utilisée par le laboratoire de chimie organique de l'INRS jusqu'à présent, consiste en un piégeage des vapeurs de ces acides sur tubes remplis de gel de silice « Florisil® » suivi de l'analyse par chromatographie d'exclusion [1]. Dans le cadre d'une étude de toxicologie industrielle expérimentale, la qualité du suivi des concentrations ambiantes en acides acrylique ou métacrylique par cette méthode dans les chambres d'inhalation utilisées pour l'exposition d'animaux de laboratoire, a été remise en question du fait des résultats médiocres obtenus. Le remplace-

ment du support de rétention par un filtre imprégné et l'analyse par chromatographie ionique ont permis de surmonter les problèmes rencontrés avec un gain de temps appréciable.

La littérature spécialisée préconise depuis quelques années la détection et l'analyse par chromatographie ionique pour le dosage de maints acides organiques légers [2]. C'est pourquoi, il a été décidé de poursuivre les essais dans cette voie et de mettre en œuvre cette technique pour d'autres acides organiques fréquemment utilisés dans l'industrie comme l'acide acétique par exemple.

Le présent rapport rend compte des résultats obtenus, qui permettent de proposer une méthode de prélèvement sur filtre imprégné et de dosage par chromatographie ionique de cet acide, lorsqu'il est présent dans les ambiances de travail.

# 1. Rappels techniques et toxicité

## 1.1. Domaines d'utilisation de l'acide acétique [3]

Produit chimique de base, l'acide acétique et ses dérivés ont des utilisations multiples (fig. 1).

## 1.2. Toxicité humaine

### 1.2.1. Toxicité aiguë [5 à 12]

L'ingestion d'une solution concentrée d'acide acétique est immédiatement suivie de douleurs buccales, rétrosternales et épigastriques. Les vomissements sont fréquents, parfois sanglants. L'examen de la cavité buccale révèle souvent des brûlures sévères. Le bilan biologique montre habituellement une acidose métabolique et une élévation des enzymes tissulaires, témoignant d'une nécrose.

L'exposition à des aérosols ou à des vapeurs d'acide acétique provoque immé-

diatement une irritation des muqueuses oculaires et respiratoires : hyperhémie conjonctivale, larmoiement, toux, dyspnée...

L'exposition à une concentration atmosphérique de 1 000 ppm d'acide acétique n'est pas tolérable plus de 3 minutes. Une irritation oculaire, nasale et pharyngée est encore ressentie à 10 ppm.

Les projections cutanées et oculaires de solutions concentrées d'acide acétique produisent des lésions caustiques locales sévères, si une décontamination n'est pas rapidement réalisée. Plusieurs cas d'opacités cornéennes définitives, séquelles de contaminations oculaires, ont fait l'objet de publications.

Des cas d'accidents allergiques de type 1 (anaphylaxie, urticaire), survenant après une prise d'alcool et dus à une sensibilisation à l'acide acétique (un des métabolites de l'éthanol), ont été rapportés.

### 1.2.2. Toxicité chronique [6, 13]

Une hyperhémie conjonctivale (sans lésion cornéenne) et une pharyngite ont été observées chez 5 ouvriers exposés

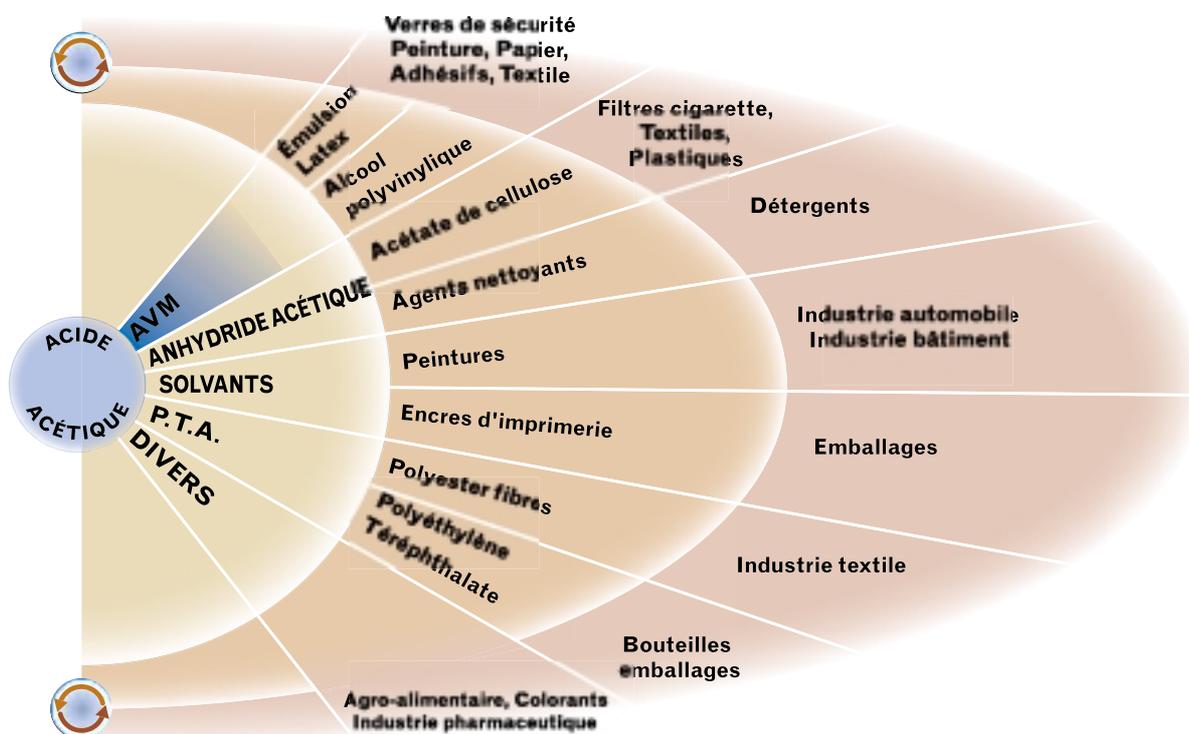
pendant 7 à 12 ans à des concentrations d'acide acétique comprises entre 200 et 650 mg/m<sup>3</sup>. Dans une autre étude portant sur 12 personnes exposées à une concentration moyenne de 125 mg/m<sup>3</sup> pendant au moins 2 ans, il a été observé outre une irritation des muqueuses oculaires et des voies respiratoires, une dermatose hyperkératosique des parties découvertes.

## 1.3. Valeurs limites d'exposition professionnelle

En France, le ministère de l'Emploi et de la Solidarité a fixé pour l'acide acétique une valeur limite d'exposition à court terme (valeur plafond) ou VLE à mesurer sur une durée de 15 min : elle correspond à une concentration de 10 ppm, soit 25 mg/m<sup>3</sup> [14].

Aux États-Unis [15], l'ACGIH (American conference of governmental industrial hygienists) propose une valeur limite de courte durée (TLV-STEL) de 15 ppm, soit 39 mg/m<sup>3</sup> et une valeur moyenne pondérée (TLV) de 10 ppm, soit 25 mg/m<sup>3</sup>.

Fig. 1. Domaines d'activités utilisant l'acide acétique ou ses dérivés - Sectors of activity using acetic acid or its derivatives



## 2. Matériel et méthode

### 2.1. Choix du support de prélèvement

Le support de rétention retenu est un filtre en fibre de quartz QMA Whatman imprégné avec 0,5 ml d'une solution à 5 % de carbonate de sodium. Le filtre ainsi imprégné est séché à 60 °C à l'étuve pendant 2 heures. Le capteur est une cassette Millipore de diamètre 37 mm dans laquelle on dispose un filtre PVC acrylonitrile d'un diamètre 37 mm, et d'une porosité de 0,8 µm pour retenir les particules solides et un filtre en fibre de quartz imprégné avec 0,5 ml d'une solution de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> à 5 % (fig. 2), pour piéger les vapeurs d'acide acétique.

### 2.2. Description de la méthode d'analyse

La technique d'analyse retenue est la chromatographie ionique avec suppression (matériel Dionex DX 600), détection conductimétrique et logiciel Dionex® Pealenet (version 6.1).

Le matériel et les réactifs sont les suivants :

- Précolonne Dionex AG12A et colonne Dionex AS12A,
- Éluants : 2,7 mM Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> et 0,3 mM NaHCO<sub>3</sub>,
- Débit de l'éluant : 1,5 ml/min,
- Colonne de suppression : ASRS-Ultra 4 mm - P/N 53946,
- Régénérant : 25 mM H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,
- Débit du régénérant : 3 à 5 ml/min,
- Injection : 25 µl.

### 2.3. Nature des essais au laboratoire

#### 2.3.1. Aspect des chromatogrammes obtenus avec le matériel Dionex DX 600 (figs 3 et 4)

La durée d'une analyse est de 12,5 minutes en raison de la nature de la matrice. Les chromatogrammes ont été réduits sur l'échelle de 1 à 5 minutes pour en faciliter la lecture.

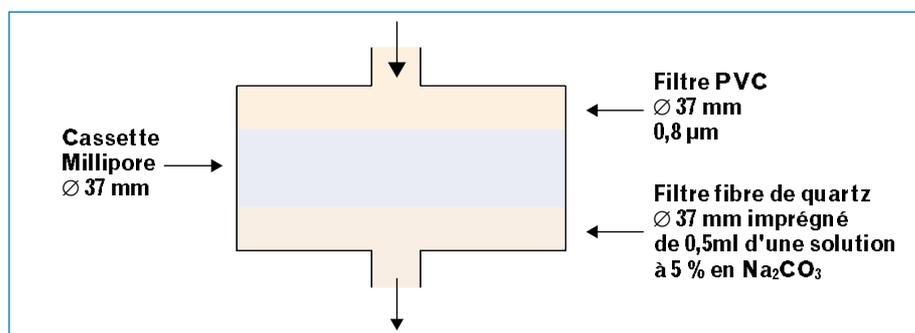


Fig. 2. Schéma du capteur - *Diagram of the sensor*

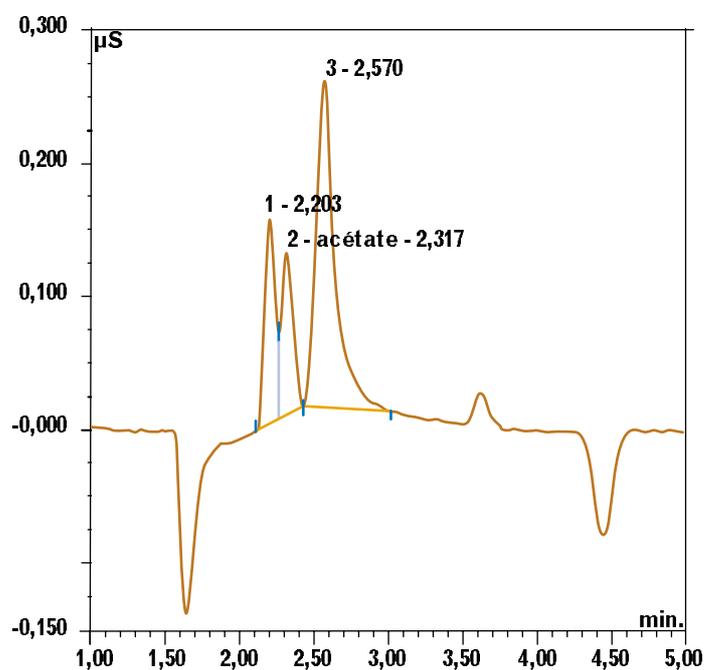


Fig. 3. Chromatogramme du blanc filtre imprégné et repris dans 20 ml d'eau ultra-pure (matrice des échantillons analysés) (représentation en échelle amplifiée) - *Chromatogram of the blank filtered, impregnated and diluted in 20 ml of ultra-pure water (matrix of the samples analysed)*

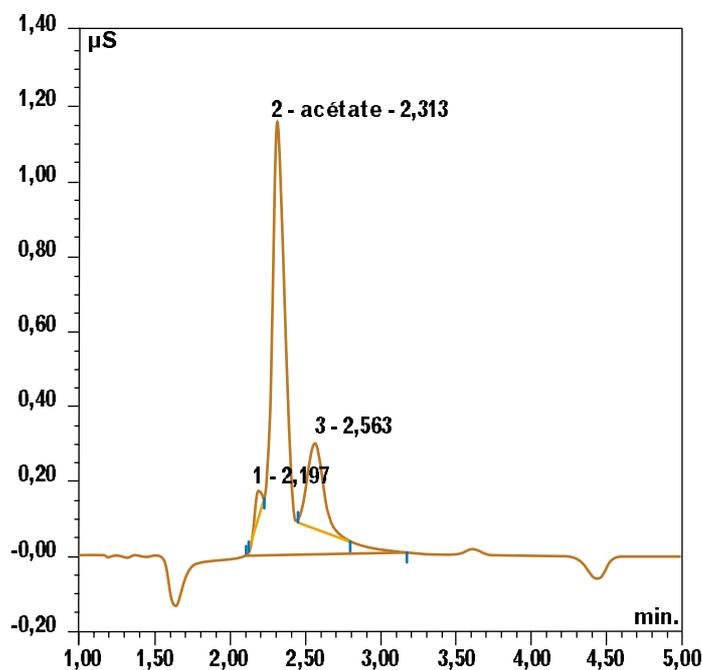


Fig. 4. Chromatogramme de l'acide acétique à 5 mg/l dans la matrice - *Chromatogram of the acetic acid at 5 mg/l in the matrix*

Fig. 5. Courbe d'étalonnage pour le dosage de l'acide acétique

- Calibration curve for the quantitative analysis of acetic acid

### 2.3.2. Courbe d'étalonnage

Elle est représentée sur la *figure 5* (courbe linéaire entre 0 et 20 mg/l dans nos conditions d'analyse).

### 2.3.3. Interférents potentiels

■ La *figure 6* présente des chromatogrammes obtenus à partir des essais effectués par le laboratoire pour quelques substances fréquemment analysées.

■ La *figure 7* présente le chromatogramme d'un mélange de ces interférents potentiels à la concentration de 5 mg/l en présence d'acide acétique.

Le chromatogramme (fig. 7) met en évidence des pics bien séparés pour tous les constituants du mélange hormis les acides acrylique et métacrylique dont les pics sont confondus.

Cette recherche n'est pas exhaustive : il peut exister d'autres substances susceptibles d'interférer ayant un temps de rétention proche de celui de l'acide acétique mais elles n'ont pas été identifiées au laboratoire à ce jour.

### 2.3.4. Détermination de la limite de détection (LD)

$$\text{Soit } LD = 3 \times BF/H \times C_{\text{point bas}}$$

BF = bruit de fond,

H = hauteur du pic (point bas de la courbe d'étalonnage),

$C_{\text{point bas}}$  = concentration du point bas de la gamme d'étalonnage.

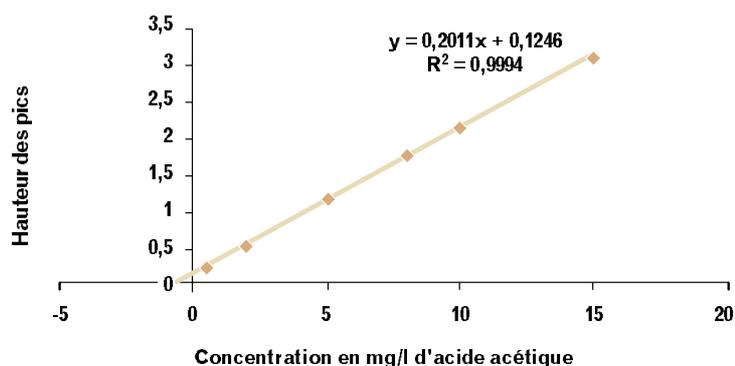
La valeur obtenue expérimentalement est de 1 mg/l pour une injection de 25  $\mu$ l.

Cette concentration rapportée à un volume de prélèvement de 15 l est égale à 1,33 mg/m<sup>3</sup>, ce qui correspond à 5.10<sup>-2</sup> fois la VLE.

Calcul de la sensibilité entre 0,5 et 15 mg/l :

$$\frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{2,9}{14,5} = 0,2 \mu\text{S} / \text{mg} / \text{l}$$

Dosage de l'acide acétique par chromatographie ionique



### 2.3.5. Essais de récupération de quantités connues d'acide acétique déposé sur filtre

Les dépôts sont réalisés directement sur les filtres imprégnés à la micropipette. Les quantités d'acide acétique déposées, rapportées à un volume théorique de 100 litres d'air ont des ordres de grandeur correspondant à 2,5, 25 et 50 mg/m<sup>3</sup> (soient 1/10 VLE, VLE et 2 VLE). Des séries identiques ont été préparées.

Ces filtres ont été désorbés dans 20 ml d'eau distillée. La désorption est réalisée dans un bain à ultrasons.

Les différentes séries de filtres ont été soumises à différentes durées de sonication telles que t = 2, 5 ou 10 minutes. Un coefficient Kd, rapport de la quantité de CH<sub>3</sub>COOH analysée à la quantité de CH<sub>3</sub>COOH déposée, a été calculé pour chaque série de 5 filtres et pour chaque durée de traitement aux ultrasons. Kd est exprimé en pourcentage d'acide récupéré.

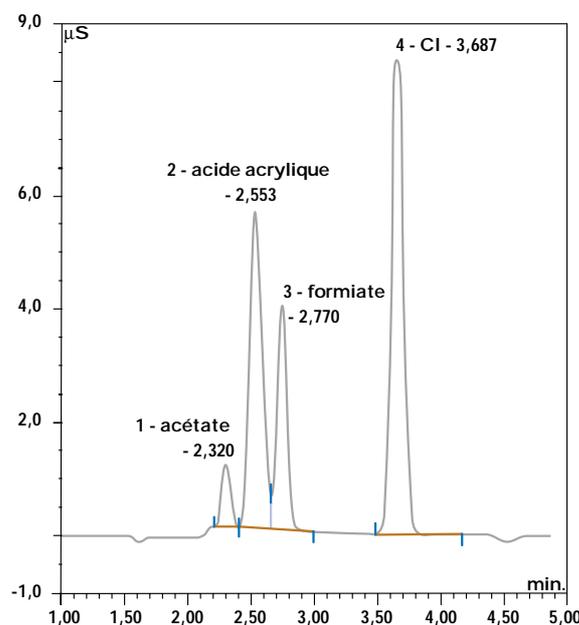
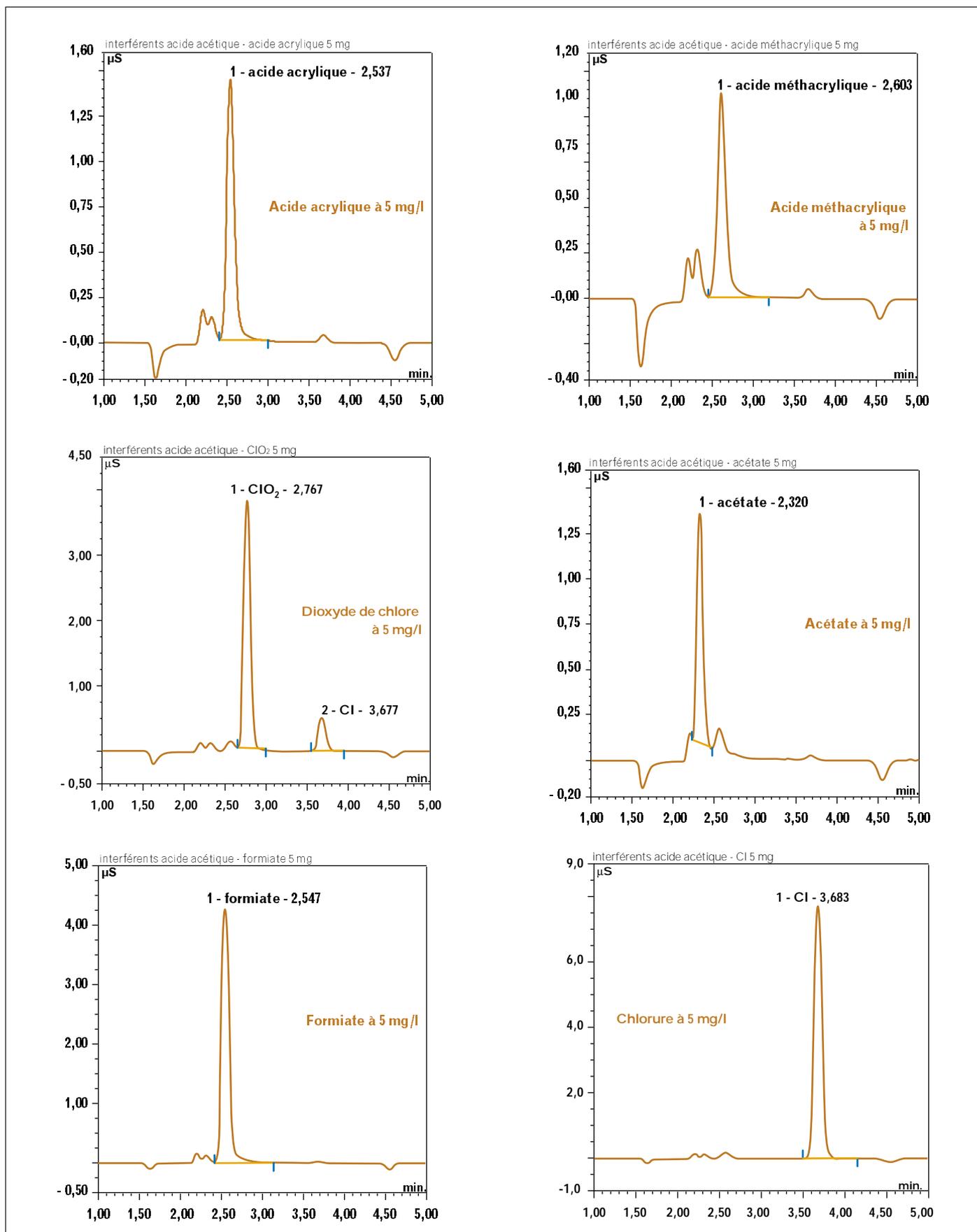


Fig. 7. Chromatogramme du mélange des interférents possibles présentis et de l'acide acétique  
- Chromatogram of a mixture of the potential interferents ascertained and of acetic acid

Fig. 6. Chromatogrammes obtenus pour quelques interférents possibles

- Chromatograms obtained for a few potential interferences



Le [tableau I](#) rassemble les valeurs moyennes des coefficients de désorption  $K_d$  de chaque série en fonction des différents temps de passage dans le bac à ultrasons.

On relèvera que la désorption est quasi totale pour toutes les séries étudiées et que la durée du traitement aux ultrasons n'est pas déterminante dans la quantité d'acide retrouvée.

### 2.3.6. Essais de récupération de quantités de vapeurs d'acide acétique piégées sur filtre imprégné

Le dispositif de génération de quantités connues de vapeurs d'acide acétique décrit sur la [figure 8](#) a été utilisé.

Les microgouttes se vaporisent en totalité et la concentration en vapeurs émises

sera déterminée suite au piégeage et dosage sur filtre imprégné lors d'un prélèvement à un débit de 0,25 l/min.

Les ordres de grandeur des concentrations en vapeurs d'acide générées et retenues sur le filtre sont respectivement 1/10 VLE, VLE et 2 VLE, soient : 2,5 ; 25 ; et 50 mg/m<sup>3</sup>.

On a déterminé pour l'ensemble des essais un *coefficient Kt* (d'absorption + désorption) = *concentrations en vapeurs d'acide acétique analysées/concentrations en vapeurs d'acide acétique théorique [%]*.

Le [tableau II](#) rassemble les résultats obtenus.

De ces essais, il ressort que les quantités connues de vapeurs d'acide acétique générées et piégées sur un filtre imprégné, sont retrouvées en totalité à l'analyse.

### 2.3.7. Essais de conservation dans le temps de filtres sur lesquels ont été déposées des quantités connues d'acide acétique

Ces échantillons synthétiques ont été conservés durant 25 jours à température ambiante. Les concentrations d'acide déposées, rapportées à un volume d'air théorique de 100 litres, correspondent à des multiples de la VLE (1/10, 1 et 2). Elles ont été vérifiées à J+0, J+3, J+12 et J+25.

Un coefficient de stabilité  $K_c$  est calculé : concentration analysée/concentration théorique déposée [%].

Le [tableau III](#) rassemble les résultats obtenus.

Ainsi qu'on peut le constater, l'acide acétique retenu sur filtre QMA imprégné de NaCO<sub>3</sub> à 5 %, peut être conservé au moins durant 25 jours.

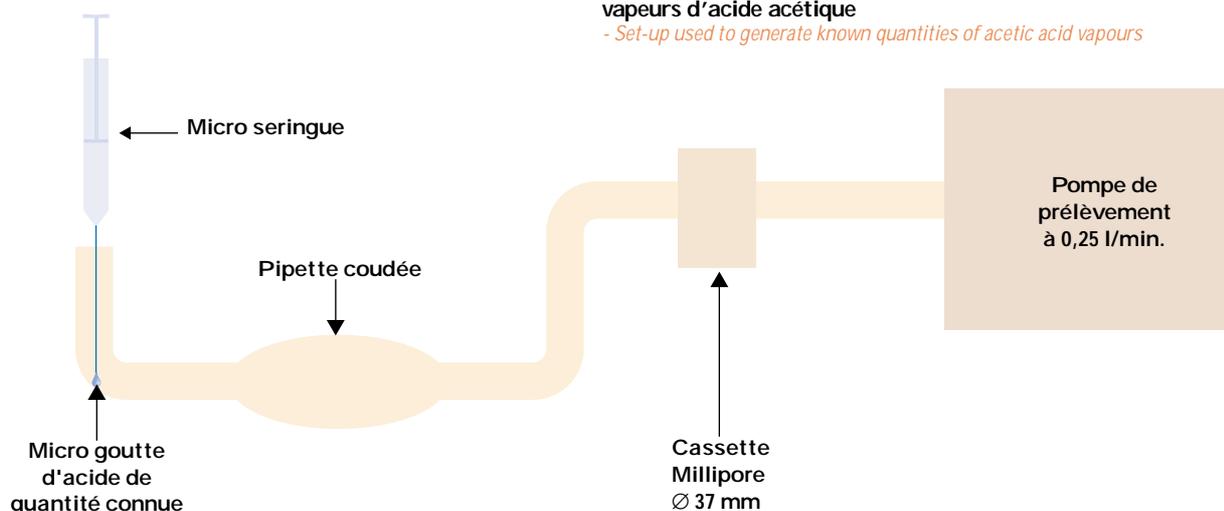


Fig. 8. Montage utilisé pour la génération de quantités connues de vapeurs d'acide acétique

- Set-up used to generate known quantities of acetic acid vapours

TABLEAU I

VALEURS MOYENNES DES COEFFICIENTS DE DÉSORPTION POUR CHAQUE SÉRIE  
ET POUR CHAQUE DURÉE DE SONICATION

- MEAN VALUES OF THE DESORPTION COEFFICIENTS FOR EACH SERIES AND FOR EACH SONICATION PERIOD

QUANTITÉ DE SUBSTANCE CORRESPONDANT A UN PRÉLÈVEMENT DE 100 L	Kd <sub>1</sub> EN % POUR T = 10 min	Kd <sub>2</sub> EN % POUR T = 5 min	Kd <sub>3</sub> EN % POUR T = 2 min
2 VLE	99,4	99,5	97,9
VLE	99,8	99,3	98
0,1 VLE	99,9	98,8	98,5
Valeur moyenne de Kd : 99 %		Écart type : 0,74 %	

TABLEAU II

VALEURS DU COEFFICIENT D'ABSORPTION + DÉSORPTION Kt POUR DIFFÉRENTS ESSAIS

- VALUES OF ABSORPTION / DESORPTION COEFFICIENT Kt FOR DIFFERENT TESTS

CONCENTRATIONS THÉORIQUES GÉNÉRÉES SOUS FORME DE VAPEURS D'ACIDE	ESSAI N° 1 Kt <sub>1</sub> EN %	ESSAI N° 2 Kt <sub>2</sub> EN %	ESSAI N° 3 Kt <sub>3</sub> EN %	ESSAI N° 4 Kt <sub>4</sub> EN %
2 VLE	101,3	100,6	100,4	98
VLE	101,3	100,9	99,4	99
0,1 VLE	100	99,7	99	100,3
Valeur moyenne de Kt : 99,99 %		Écart type : 1,01 %		

TABLEAU III

VALEURS DU COEFFICIENT DE STABILITÉ Kc POUR UNE DURÉE  
DE CONSERVATION DE 25 JOURS

- VALUES OF STABILITY COEFFICIENT Kc FOR A STORAGE PERIOD OF 25 DAYS

QUANTITÉ DE SUBSTANCE CORRESPONDANT A UN PRÉLÈVEMENT DE 100 L	Kc EN %			
	0 J	3 J	12 J	25 J
2 VLE	100	100,5	99,5	99,4
VLE	101	99,9	98,6	98,9
0,1 VLE	99,5	99,6	98,5	99,1
Valeur moyenne de Kc : 99,5 %		Écart type : 0,74 %		

### 3. Essais en situation réelle

#### Modalités

Les essais ont été réalisés dans une fabrique de moutarde, une fabrique de vinaigre et dans une entreprise de conditionnement d'acide acétique. Deux types de capteurs ont servi à des prélèvements d'ambiance simultanés :

- un tube TFLO : tube de verre rempli de gel de silice Florisil® selon la méthode [1] ;
- une cassette Ø 37 mm CDIVS contenant 2 filtres imprégnés de carbonate de sodium à 5 % et placés en série (un filtre par étage).

Deux cassettes CDIVS et un tube TFLO ont été prélevés au même endroit simultanément. Pour chaque ensemble, on a calculé le rapport des concentrations mesurées avec les cassettes CDIVS et avec les tubes TFLO.

Les débits de prélèvement appliqués sont respectivement de 0,5 l/min pour les tubes TFLO (du fait des pertes de charge, un débit supérieur ne peut être utilisé) et de 1 l/min pour les cassettes CDIVS.

#### Remarque

On notera que toutes les analyses effectuées sur le deuxième filtre imprégné de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> contenu dans les cassettes n'ont pas mis en évidence de teneurs en acide acétique, quels que soient les niveaux ambiants mesurés dans les entreprises.

> > >

TABLEAU IV

RÉSULTATS DES MESURES COMPARATIVES EFFECTUÉES DANS LES ATELIERS D'UNE FABRIQUE DE MOUTARDE  
- RESULTS OF COMPARATIVE MEASUREMENTS CARRIED OUT IN THE WORKSHOPS OF A MUSTARD PRODUCTION PLANT

		CH <sub>3</sub> COOH mg/m <sup>3</sup>	RAPPORT CDVIS/TFLO						
		MATIN		APRÈS-MIDI		SOIR		LENDEMAIN	
26CDIVS 0438	Salle des tamiseuses	7,36	0,97	20,97	1,08	17,48	NI (*)	14,62	1,20
09CTFLO 0433	Salle des tamiseuses	7,61		19,47		8,89		12,22	
24CDIVS 0438	Salle des tamiseuses	7,24	0,95	15,75	0,81	23,37		13,26	1,09
21CDIVS 0438	Salle des tamiseuses	11,55	1,00	13,25	0,78	26,31	1,05	8,83	0,73
07CTFLO 0433	Salle des tamiseuses	11,59		17,06		25,11		12,06	
22CDIVS 0438	Salle des tamiseuses	11,84	1,02	20,09	1,18	39,20	1,56	9,19	0,76
<b>Moyenne de tous les rapports</b>			<b>1,01</b>						
28CDIVS 0438	Salle des meules	1,02	NI (*)	4,41	0,74	2,19	0,71	3,29	0,72
27CDIVS 0438	Salle des meules	3,84		5,11	0,85	3,85		4,68	1,02
10CTFLO 0433	Salle des meules	7,86		5,99		5,46		4,57	
23CDIVS 0438	Salle des meules	4,89	0,96	5,26	0,93	4,01	NI (*)	4,8	0,64
25CDIVS 0438	Salle des meules	4,85	0,96	3,73	0,66	1,91		3,25	
08CTFLO 0433	Salle des meules	5,07		5,63		8,71		7,5	
30CDIVS 0438	Salle des meules	2,84	1,18	3,62	1,05	4,01	0,97	2,74	1,06
05CTFLO 0433	Salle des meules	2,41		3,44		4,12		2,59	
29CDIVS 0438	Salle des meules	2,47	1,02	3,49	1,02	3,64	0,88	2,76	1,07
<b>Moyenne de tous les rapports</b>			<b>0,91</b>						

(\*) NI : non interprétable - trop grande dispersion inexpiquée.

Entreprise n° 1 –  
Fabrique de moutarde  
(tableau IV)

*Commentaires* : Selon les étapes de la fabrication durant chaque poste de travail, les concentrations ambiantes en vapeurs d'acide acétique peuvent varier de 7 à 20 mg/m<sup>3</sup> à la salle des tamiseuses. A l'atelier des meules, les teneurs sont moins élevées (de 2 à 8 mg/m<sup>3</sup>). En un même point de prélèvement, des turbulences peuvent exister. Globalement les ordres de grandeur des concentrations déterminées avec la méthode « prélèvement sur filtre imprégné + analyse par chromatographie ionique » et la méthode « prélèvement sur tube Florisil + analyse par chromatographie ionique » sont similaires.

Entreprise n° 2 – Fabrique de vinaigre  
(tableaux V et VI)

Dans cette entreprise, faute de tubes fluorisil en nombre suffisant, des prélèvements simultanés multiples ont été effectués dans la salle de fermentation avec uniquement des capteurs CDIVS exposés durant un poste de travail et prélevés à un débit de 1 l/min.

Les résultats sont donnés dans le tableau et confirment qu'il n'y a pas de dépassement de la VLE. Les résultats obtenus sont assez homogènes (compris entre 9 et 12 mg/m<sup>3</sup>).

Globalement, les deux méthodes de mesures donnent des résultats similaires avec un rapport proche de 1.

Entreprise n° 3 – Conditionnement  
d'acide acétique (remplissages de  
bidons de 30 l à partir de touries de 1 m<sup>3</sup>)

Les mesures comparatives en air calme (tableau VII, pages suivantes) ont été effectuées à 1 l/min et à 2 l/min avec les cassettes CDIVS et à 0,5 l/min avec les tubes TFLO.

Toutes les mesures ont été réalisées dans un local clos et en absence de courants d'air. Les concentrations élevées ont été volontairement provoquées par des fuites (ouverture prolongée des bidons...).

## 4. Analyse statistique

Deux populations de résultats ont été considérées : d'une part, celles des résultats des prélèvements effectués sur tubes Florisil (TF10) et d'autre part, celles des résultats des prélèvements effectués sur filtre en fibre de quartz imprégné de carbonate de sodium.

Une comparaison de ces deux populations a été effectuée à partir du test des médianes de Mann-Whitney (Wilcoxon) à l'aide du logiciel Statgraphics®.

### Résultats de l'analyse

- Médiane 1 des résultats des prélèvements sur tube : 8,8.
- Médiane 2 des résultats des prélèvements sur filtre imprégné : 9,08.
- Hypothèse nulle : médiane 1 = médiane 2.
- Hypothèse alternative : médiane 1 non équivalente à médiane 2.
- Rang de la médiane 1 : 91,5.
- Rang de la médiane 2 : 93,5.
- Valeur du coefficient de Wilcoxon : 4324,0.
- Valeur de  $p = 0,800018$ .

Selon le test de Mann-Whitney, lorsque la valeur de  $p$  est supérieure ou égale à 0,05, il n'y a pas de différence significative entre les médianes au niveau de confiance à 95 %.

Le résultat de la comparaison des médianes, effectué par Statgraphics®, donne une valeur de  $p = 0,800018$ .

TABLEAU V

RÉSULTATS DES MESURES COMPARATIVES EFFECTUÉES À LA FERMENTATION ET À LA CENTRIFUGATION - RESULTS OF COMPARATIVE MEASUREMENTS CARRIED OUT DURING FERMENTATION AND CENTRIFUGATION

SALLE DE FERMENTATION		ACIDE ACÉTIQUE (mg/m <sup>3</sup> )
63 CDIVS 0438	fermentation	12,6
65 CDIVS 0438	cuve Nancy	12,8
64 CDIVS 0438		12,8
62 CDIVS 0438	fermentation	7,8
78 CDIVS 0438	cuve Lyon	9,7
74 CDIVS 0438		10,6
57 CDIVS 0438	fermentation	9,1
58 CDIVS 0438	cuve La Boudronnée	8,7
59 CDIVS 0438		9,1
71 CDIVS 0438	fermentation	12,3
75 CDIVS 0438	arrière-cuve Orléans	11,8
73 CDIVS 0438		11,8
72 CDIVS 0438		11,9
77 CDIVS 0438	fermentation	9,9
79 CDIVS 0438	arrière-cuve Lyon	10,4
76 CDIVS 0438		10,0

TABLEAU VI

RÉSULTATS DES MESURES COMPARATIVES EFFECTUÉES DANS LES ATELIERS D'UNE FABRIQUE DE VINAIGRE - RESULTS OF COMPARATIVE MEASUREMENTS CARRIED OUT IN THE WORKSHOPS OF A VINEGAR PRODUCTION PLANT

FERMENTATION		CH <sub>3</sub> COOH mg/m <sup>3</sup> (MATIN)	RAPPORT CDVIS/TFLO	CH <sub>3</sub> COOH mg/m <sup>3</sup> (APRÈS-MIDI)	RAPPORT CDVIS/TFLO
41CDIVS 0438	fermentation	14,59	1,07	13,37	0,97
7CTFLO 0434	entre C et D	13,69		13,79	
66 CDIVS 0438	cuve Nancy	14,39	1,05	12,57	0,91
70CDIVS 0438	fermentation	15,06	} NI (*)	10,13	1,08
43CDIVS 0438	en A	14,18		10,47	1,12
10CTFLO 0434	cuve La Boudronnée	41,18		9,37	
1CTFLO 0434	fermentation	13,66		10,88	
44CDIVS 0438	entre D et K	12,44	0,91	11,34	1,04
61CDIVS 0438	cuve Lyon	12,93	0,95	11,64	1,07
Moyenne de tous les rapports			1,02		
60 CDIVS 0438	centrifugeuse	28,16			
52 CDIVS 0438	arrêt à	27,55			
56 CDIVS 0438	11 : 30	25,12			
55 CDIVS 0438		25,29			
49 CDIVS 0438	centrifugeuse	21,87	0,98		
48 CDIVS 0438	arrêt à	26,09	1,17		
4 TFL0 0434	11 : 30	22,34			
Moyenne de tous les rapports			1,07		

(\*) NI : non interprétable - trop grande dispersion inexpliquée.

TABLEAU VII

**RÉSULTATS DES MESURES COMPARATIVES EFFECTUÉES DANS UN ATELIER DE CONDITIONNEMENT D'ACIDE ACÉTIQUE**  
 - RESULTS OF COMPARATIVE MEASUREMENTS CARRIED OUT IN AN ACETIC ACID CONDITIONING WORKSHOP

PRÉLÈVEMENTS À 1 L/MIN AVEC LE CAPTEUR CDIVS					
Position	Filtre ou tube	Volume	Conc. en mg/m <sup>3</sup>	Moyenne des TFLO	Rapport cassettes CDIVS/TFLO
2-1	5 CTFLO 461	182	19,09	19,46	0,99
2-1	4 CTFLO 461	151	19,83		
2-1	18 CDIVS 465	192	19,23		
2-1	31 CDIVS 465	192	20,03		
2-2	09 CTFLO 461	192	6,02	6,02	0,97
2-2	26 CDIVS 465	191	5,87		
2-3	06 CTFLO 461	190	6,80	6,70	0,91
2-3	03 CTFLO 461	203	6,60		
2-3	25 CDIVS 465	188	6,12		
2-3	08 CDIVS 465	193	5,95		
2-4	07 CTFLO 461	176	6,29	6,29	1,00
2-4	30 CDIVS 465	188	6,27		
2-5	08 CTFLO 461	209	16,32	16,83	1,02
2-5	10 CTFLO 461	203	17,35		
2-5	20 CDIVS 465	199	17,17		
<b>moyenne des rapports</b>					<b>0,97</b>
PRÉLÈVEMENTS À 2 l/min AVEC LE CAPTEUR CDIVS					
2-1	5 CTFLO 461	182	19,09	19,46	1,07
2-1	4 CTFLO 461	151	19,83		
2-1	24 CDIVS 465	396	20,84		
2-1	13 CDIVS 465	405	20,30		
2-2	09 CTFLO 461	192	6,02	6,02	0,96
2-2	17 CDIVS 465	374	6,06		
2-3	06 CTFLO 461	190	6,80	6,70	0,95
2-3	03 CTFLO 461	203	6,60		
2-3	19 CDIVS 465	371	6,34		
2-3	14 CDIVS 465	384	6,48		
2-4	32 CDIVS 465	368	6,45	6,29	1,03
2-4	07 CTFLO 461	176	6,29		
2-5	08 CTFLO 461	209	16,32	16,83	0,97
2-5	10 CTFLO 461	203	17,35		
2-5	33 CDIVS 465	379	16,25		
<b>moyenne des rapports</b>					<b>1,00</b>

Il n'y a donc pas de différence entre les deux populations de résultats des prélèvements effectués avec des tubes Florisil et avec des filtres imprégnés de carbonate de sodium.

Ces deux modes de piégeage donnent des résultats comparables.

## CONCLUSION

Les résultats obtenus, tant au laboratoire que sur le terrain, confirment que le prélèvement de l'acide acétique présent dans l'air des lieux de travail sur filtre fibre de quartz QMA Whatman imprégné de carbonate de sodium à 5 %, prélevé à 0,5 ou 1 l/min, suivi de l'analyse par chromatographie ionique, constitue une méthode alternative intéressante et rapide à proposer aux préleveurs, pour l'évaluation de l'exposition professionnelle.

Ce travail contribue à promouvoir les applications de la chromatographie ionique (système Dionex) dans le domaine de l'analyse de certaines familles de substances organiques.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] SIMON P., BRAND F., LEMAÇON C. - Florisil sorbent sampling and ion chromatography determination of airborne aliphatic carboxylic acids. *Journal of Chromatography*, 1989, 479, pp. 445-451.
- [2] PESCHER J.L. - Analyse des acides organiques par chromatographie ionique. *Annales des Falsifications et de l'Expertise Chimique*, 1997, 90, 940, pp. 189-205.
- [3] Site Internet de la société Acetex : <http://www.acetex-eu.com/Francais/ApplicationsAcideAcetique.htm>.
- [4] Fiche toxicologique n° 24 - Acide acétique. Paris, INRS, FT 24, 1997.
- [5] Registry of toxic effects of chemical substances - Supplément 1983-84 à l'édition 1981-82. Cincinnati, DHHS (NIOSH), vol. 1, p. 193.
- [6] CLAYTON G.D., CLAYTON F.E. - Patty's industrial hygiene and toxicology, 3<sup>e</sup> éd., vol II C. New York, John Wiley and Sons, 1982, pp. 4909-4911.
- [7] GRANT M.W. - Toxicology of the eye, 2<sup>e</sup> éd. Springfield, C.C. Thomas Publ., 1974, pp. 80-82.
- [8] CAPELLINI A., SARTORIELI E. - Episodio di intossicazione collettiva da anidride acetica ed acido acetico. *La Medicina del Lavoro*, 1967, 58, pp. 108-112.
- [9] PONTAL P.G., BRUN J.G., LORIMIER G. - Brûlures caustiques du tractus digestif supérieur. *Rev. Med.*, 1983, 4-5, pp. 191-195.
- [10] KAMINISIJ D. - Fall von beiderseitiger Verätzung der Augen mit Essigsäure. *Zbl. Ges. Ophthal.*, 1934, 31, p. 437.
- [11] SHAFTO C.M. - Two cases of acetic acid burns of the cornea. *British Journal of Ophthalmology*, 1950, 34, pp. 559-562.
- [12] PRZYBILLA B., RING J. - Anaphylaxis to ethanol and sensitisation to acetic acid. *The Lancet*, 1983, 1, p. 483.
- [13] PARMEGGIANI L., SASSI C. - Sui danni per la salute provocati dall'acido acetico nella produzione di cellulosa. *La Medicina del Lavoro*, 1954, 45, pp. 319-323.
- [14] Valeurs limites d'exposition professionnelle aux agents chimiques en France. *Cahiers de notes documentaires - Hygiène et Sécurité du Travail*, 1999, 174, pp. 59-77.
- [15] Valeurs limites d'exposition professionnelle aux substances dangereuses. Valeurs de l'ACGIH (E.U.) et de la Commission MAK (Allemagne). *Cahiers de notes documentaires - Hygiène et Sécurité du Travail*, 1999, 176, pp. 59-90.

