

# Données de validation

## Données de validation principales

### Généralités

**Substance** \_\_\_\_\_ Acide peracétique

#### Choix du domaine de validation :

Le domaine de validation a été choisi en fonction des valeurs en vigueur à la date des essais, mais peuvent être différentes aujourd'hui. Afin de connaître les valeurs actuelles, se reporter au document **ED984**.<sup>1 1</sup>

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil65>

#### Dispositif de prélèvement :

### Informations complémentaires

- 1- Préparation et contrôle d'une solution diluée de peroxyde d'hydrogène.
- 2- Validation partielle

## 1- Préparation et contrôle d'une solution diluée de peroxyde d'hydrogène

### 1.1- Titrage par manganimétrie

- Préparation d'une solution environ décimale de peroxyde d'hydrogène.
- Diluer au 1/200 une solution commerciale à 30 % de peroxyde d'hydrogène.
- Détermination du titre exact de cette solution.
- Dans un bécher, introduire 20,0 mL de la solution de peroxyde d'hydrogène à contrôler puis 5 mL d'acide sulfurique à 10 % (ou 1,8 M). Verser à la burette une solution N/10 (ou M/50) de permanganate de potassium (**commencer tout de suite par 1 mL pour amorcer le titrage puis goutte à goutte**) jusqu'à obtention d'une coloration persistante.
- Soit V (mL) le volume de permanganate nécessaire.
- La teneur en peroxyde d'hydrogène de la solution diluée ( $C_{H_2O_2}$  en  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) est donnée par :  
 $C_{H_2O_2} = [0.1 \times V/20] \times 17 = 0,085 V$

### 1.2- Autre méthode de titrage possible

- Préparation d'une solution environ décimale de peroxyde d'hydrogène.  
Diluer au 1/200 la solution commerciale à 30 % de peroxyde d'hydrogène.
- Détermination du titre exact de cette solution.

#### (1) Iodure de potassium (1M) :

Ajouter 33,2 g de cristaux de KI à 100 mL d'eau ultra-pure, dissoudre et diluer à 1 L. Stocker en bouteille de verre brun.

#### (2) Molybdate d'ammonium (1M) :

Ajouter 20,6 g de  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$  à environ 50 mL d'eau ultra-pure, dissoudre et diluer à 100 mL.

#### (3) Thiosulfate de sodium (0,1M) :

Ajouter 24,82 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  à environ 500 mL d'eau ultra-pure, laisser dissoudre et diluer à 1000 mL. Ajouter éventuellement 2 ou 3 mL de chloroforme pour minimiser la décomposition bactérienne.

#### (4) Indicateur coloré à l'amidon :

Ajouter un peu d'eau froide à 5 g d'amidon et broyer dans un mortier jusqu'à obtention d'une pâte fine. Transférer dans 1 L d'eau ultra-pure bouillante, agiter et laisser décanter la solution couverte toute une nuit. Récupérer la phase surnageante en bouteille de verre brun, ajouter 4 g de chlorure de zinc et stocker.

- Dans un bécher, introduire 10 mL de la solution de peroxyde d'hydrogène à contrôler puis 10 mL d'acide sulfurique à 10 %, 6 mL d'iodure de potassium (1M) (1), 3 gouttes de molybdate d'ammonium (1M) (2) et 20 mL d'eau ultra-pure.
- Verser à la burette une solution de thiosulfate de sodium (0,1 M) (3) jusqu'à obtention d'une légère coloration jaune puis 1 mL d'indicateur coloré (4) pour obtenir une coloration bleue. Continuer à titrer jusqu'à décoloration complète de la solution.

Soit V (mL) le volume de thiosulfate de sodium nécessaire.

La teneur en peroxyde d'hydrogène de la solution diluée ( $C_{H_2O_2}$  en  $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ ) est donnée par :

$$C_{H_2O_2} = 0,17 V$$

## 2- Validation partielle

#### Condition d'analyse chromatographique :

Colonne de silice greffée C18, 5  $\mu\text{m}$  (250 x 3,2 mm).

Éluant : Mélange acétonitrile/eau (65/35).

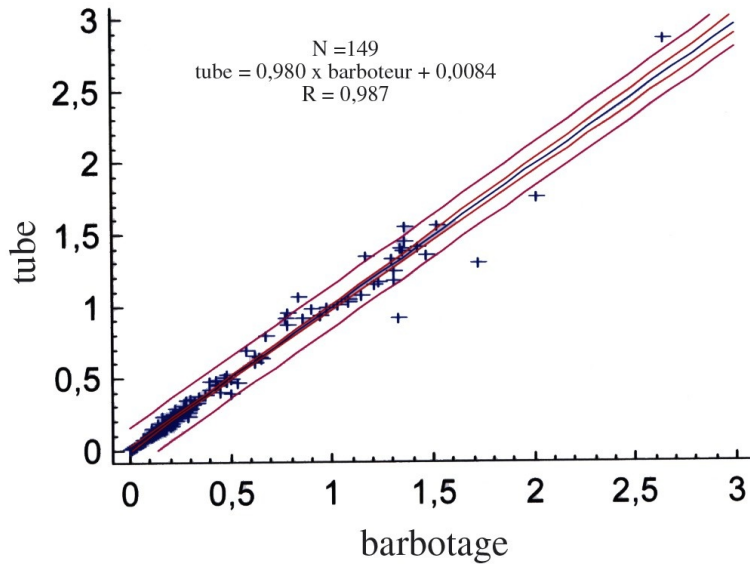
Débit : 0,75 mL/min.

Détection : U.V. à 224 nm.

## 2.1- Comparaisons cartouche/barboteur

149 couples de mesures d'acide peracétique (essais de comparaison) ont été réalisés consistant à prélever d'une part avec le barboteur et d'autre part avec la cartouche (tube).

Comparaison des résultats obtenus (concentration en acide peracétique mesurée)



## 2.2- Contribution de l'acide acétique

Le dosage de l'acide acétique après prélèvement par barbotage est également réalisable lors du même prélèvement :

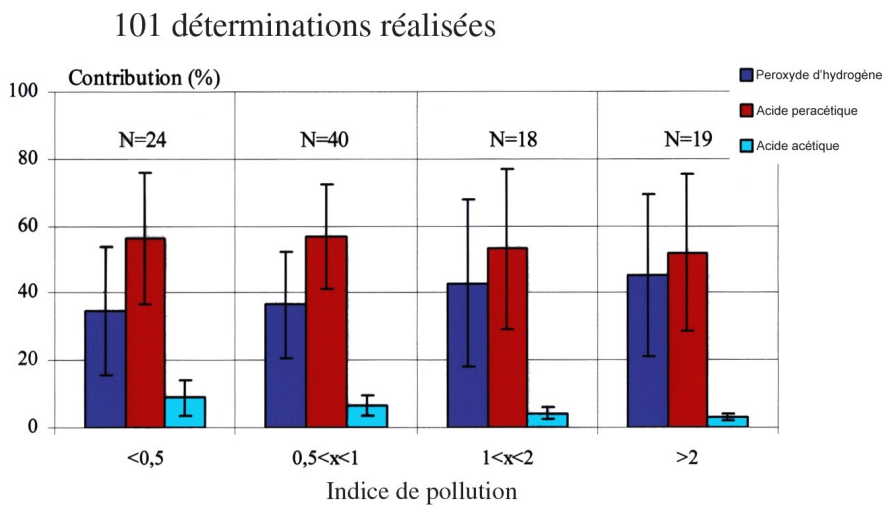
APA + MTS → AA + MTSO

AA atmosphérique → AA

On pourrait donc envisager de doser la totalité de l'acide acétique et en déduire AA atm = [somme des acides - APA], mais le manque de sensibilité de la mesure est à prendre en compte.

D'autre part, la contribution de l'acide acétique à la pollution générée par l'utilisation de l'acide peracétique est au maximum de 10 % (voir graphique ci-dessous) ; ce qui ne rend pas obligatoire le dosage de cette espèce.

Contribution respective des 3 espèces lors de l'utilisation d'acide peracétique (101 déterminations réalisées)



N = Nombre de déterminations réalisées

Indice de pollution = Somme [C atmosphérique/valeur limite]

Il n'existe pas actuellement de valeur(s) limite(s) pour l'acide peracétique. Une valeur limite de 0,5 ppm a été utilisée pour le calcul de l'indice de pollution ci-dessus.

### 2.3- Essais de conservation effectués en laboratoire

		Date de désorption				
		J 0	J+3	J+8	J+21	J+35
Date d'analyse	J 0	96				
	J+3	95	94			
	J+8	97	94	95		
	J+21	95	94	92	92	
	J+35	95	94	92	92	90
	Moyenne	96	94	93	92	90

Résultats exprimés en % d'acide peracétique dosé par rapport aux quantités générées.