

Données de validation

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Acide formique

Existe-t-il une VLEP ? _____ oui

VLEP 8h _____ 9 mg/m³

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** ¹.

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

Données du 11-09-2003.

Cette validation a été réalisée pour des cassettes porte-filtre contenant un filtre en fibre de quartz (WHATMAN® QMA - 1851-037) imprégné par 500 µL de Na₂CO₃ à 5 %. La méthode devra être revalidée si d'autres filtres sont utilisés.

Dispositif de prélèvement :

Débit prélèvement _____ 0,25 L/min

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 25 µL

Programme de température _____ non

3 colonnes :

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS

Nature phase _____ ■ Résine échangeuse d'anions

Longueur _____ 50 mm

Diamètre _____ 4 mm

Commentaires :

Précolonne IonPac®

Programme de température _____ non

Commentaires _____ AG12 ou AG9

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS

Nature phase _____ ■ Résine échangeuse d'anions

Longueur _____ 250 mm

Diamètre _____ 50 mm

Commentaires :

Colonne IonPac®

Programme de température _____ non

Commentaires _____ AS12 ou AS9

Colonne _____ ■ COLONNE DE SUPPRESSION

Commentaires :

membrane de suppression ASRS®

Programme de température _____ non

Commentaires _____ ASRS-I® 4mm ou ASRS® 300-4mm

1 détecteur :

CONDUCTIMETRIE

Phase mobile	Commentaires / Débit
ELUANT CARBONATE	2,7 mM Na CO + 0,3 mM NaHCO ; débit 1 mL/min
ACIDE SULFURIQUE	25 mM ; débit 3 mL/min

Validation Méthode Analytique**Description de la méthode :**

Les solutions d'acide formique dans l'eau ont été préparées à partir d'acide formique pur (98 - 100 %). Un volume constant de solution est déposé dans une pipette coudée reliée au dispositif de prélèvement. La pompe de prélèvement est mise en fonctionnement à 0,25 L/min pour évaporer la totalité de ce micro volume (minimum 45 min). Les supports sont repris comme décrit dans la méthode.

Les concentrations équivalentes dans l'air sont recalculées pour 120 L (8 h à 0,25 L/min).

Répétabilité _____ 0%

Réponse analytique - linéarité :

La réponse du détecteur est linéaire de 0 à 12 mg/L.

Taux de récupération

3 niveaux de charge sont testés, de 0,1 à 1,7 fois la VLEP-8h.

Les solutions d'acide formique dans l'eau ont été préparées à partir d'acide formique pur (98 - 100 %). Un volume constant de solution est déposé dans une pipette coudée reliée au dispositif de prélèvement. La pompe de prélèvement est mise en fonctionnement à 0,25 L/min pour évaporer la totalité de ce micro volume (minimum 45 min). Les dopages sont réalisés sur 5 supports pour chaque quantité collectée. Les supports sont repris dans 20 mL d'éluant et désorbés aux ultrasons. Les concentrations équivalentes dans l'air sont recalculées pour 120 L (8 h à 0,25 L/min).

	essai 1	essai 2	essai 3
Quantité collectée (µg)	1800	900	90
Conc air correspondante (mg/m ³)	15	7,5	0,75
Volume d'air prélevé correspondant (L)	120	120	120
KT Moyen (%)	100,5	98,1	98
Coefficient de variation (%)	1,3	0,3	3

Conservation après prélèvement

Méthode appliquée / conditions de prélèvement :

Même méthode que pour les taux de récupération.

3 niveaux de charge sont testés, de 0,1 à 1,7 fois la VLEP-8h. Les cassettes sont stockées à température ambiante et dosées à J0, J+3, J+12 et J+28.

Quantité	Concentration équivalente	Fraction de VLEP-8h	Nb Jours	Taux de recouvrement
µg/filtre	mg.m ⁻³ (a)			(%)
1800	15,0	1,7	J+0	97
			J+3	108
			J+12	99
			J+28	96
900	7,5	0,8	J+0	96
			J+3	106
			J+12	97
			J+28	95
90	0,8	0,1	J+0	98
			J+3	98
			J+12	94
			J+28	94

(a) Pour un prélèvement de 8 heures à 0,25L/min.(120 L d'air)

Conclusion : L'acide formique se conserve un mois à température ambiante (**Rendement moyen 98 %**, **CV moyen 4,6 %**).

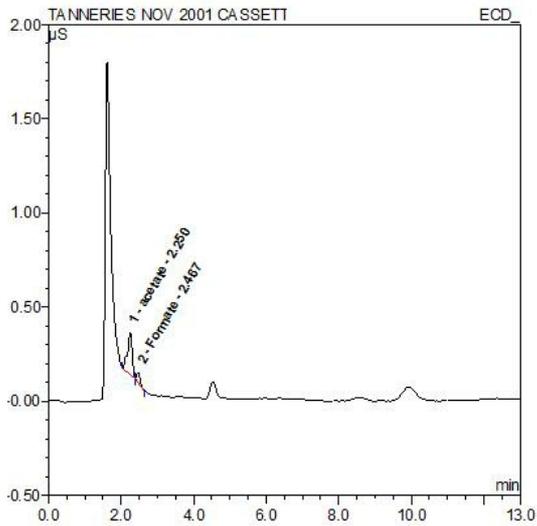
Informations complémentaires

Exemples de chromatogramme

Conditions analytiques

- Appareil DIONEX avec une précolonne AG12A, une colonne AS12A et une membrane de suppression ASRS-I.
- Éluant : 2,7 mM Na₂CO₃ et 0,3 mM NaHCO₃, débit : 1 mL/min.

- Régénérant : 25 mM H₂SO₄, débit : 5 mL/min.
- Volume injecté : 25 µL
- Filtre en fibre de quartz utilisé (Whatman QMA ref.1851-037)
- Matrice FQI = solution dans l'éluant + 1 filtre en fibre de quartz imprégné

Blanc filtre imprégné désorbé dans l'éluant**Étalon à 5 mg/L en formate dans la matrice FQI et éluant**