

Acide peracétique et peroxyde d'hydrogène M-214

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Actif sur cassette avec filtres imprégnés ; cartouche de silice imprégnée et l'analyse par spectrophotométrie \square HPLC phase inverse détection UV de la (des) substance(s) : **Acide peracétique et peroxyde d'hydrogène**

Données de validation _____ Validation partielle

Numéro de la méthode _____ M-214

Ancien numéro de fiche _____ 068

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Acide peracétique	FT Acide peracétique
Peroxyde d'hydrogène	FT Peroxyde d'hydrogène

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm ³)	Synonymes
Acide peracétique	79-21-0	C ₂ H ₄ O ₃	76,05	1,15	
Peroxyde d'hydrogène	7722-84-1	H ₂ O ₂	34,01		Eau oxygénée

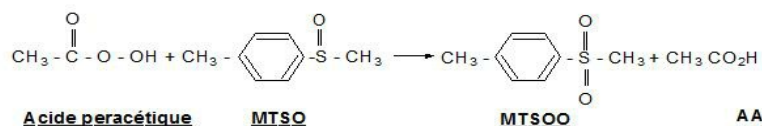
Substance	données de validation
Acide peracétique	Validation_202
Peroxyde d'hydrogène	

Principe et informations

Cette méthode permet de doser l'acide peracétique et le peroxyde d'hydrogène, ces deux substances étant présentes simultanément lors de l'utilisation des solutions de stérilisation à froid (industries alimentaires ou milieu hospitalier).

Un filtre imprégné d'oxysulfate de titane retient sélectivement le peroxyde d'hydrogène. L'acide peracétique quant à lui peut-être prélevé sur gel de silice basique imprégné de méthyl-p-tolylsulfoxyde (MTSO).

Après désorption immédiate des filtres, le complexe coloré Ti-H₂O₂ est dosé par spectrophotométrie visible. Les produits des réactions d'oxydation (MTSOO sur le gel de silice) sont analysés par chromatographie en phase liquide.



Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement ¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ cassette avec filtres imprégnés ; cartouche de silice imprégnée

Domaine d'application

Substance
Acide peracétique
Peroxyde d'hydrogène

Liste des réactifs

- ACETONITRILE
- ACIDE SULFURIQUE
- CARBONATE DE SODIUM
- EAU
- ETHANOL
- METHANOL
- METHYL-p-TOLYLSULFOXYDE(MTSO)
- METHYL-p-TOLYLSULFONE (MTSOO)
- OXSULFATE DE TITANE
- PEROXYDE D'HYDROGENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire²

²<http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 2

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CASSETTE 25 mm 2 pièces

Support ou substrat de collecte _____ ■ 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES

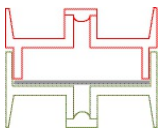
Préparation du substrat :

Solution d'imprégnation : 2,1 g d' **oxysulfate de titane** dans 25 mL d'acide sulfurique 1,8 M. Chauffer sous agitation jusqu'à obtention d'une solution limpide. Après refroidissement ajouter à 25 mL d'eau et jauger à 50 mL

Imprégner les filtres par deux à l'aide de 210 µL de solution. Sécher à l'étuve pendant 2 heures à 60 °C

Commentaires, conseils, consignes :

Deux filtres imprégnés sont déposés au fond de la cassette.



Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CARTOUCHE en VERRE 3 mL

Support ou substrat de collecte _____ ■ GEL DE SILICE IMPREGNE

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 800

Préparation du substrat :

Mélanger 200 g de gel de silice (0,2-0,5 mm) à une solution de carbonate de sodium (106 g de Na_2CO_3 dans 400 mL d'eau). Sécher ensuite le gel de silice à l'étuve à 140°C pendant 15 heures, le broyer puis le tamiser (0,25 mm < diamètre < 0,5 mm).

Préparer la solution d'imprégnation par dissolution de 154 mg de MTSO dans 50 mL de méthanol. Ajouter à 50 g de gel de silice basique contenu dans un ballon, 50 ml de la solution d'imprégnation. évaporer le méthanol sous vide à température ambiante.

Les cartouches SPE sont remplies avec environ 800 mg de gel de silice imprégné, maintenu par deux frittés en Téflon.

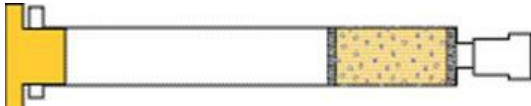
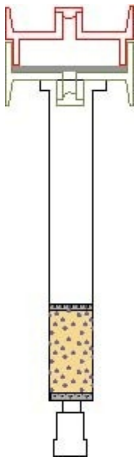


Schéma du dispositif en série



Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 1

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

Temps de prélèvement maximum _____ 8

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 1 à 3 L/min

Conditionnement particulier

Choix conditionnement particulier _____ désorption immédiate

Compléments

Les filtres devront être utilisés dans les 4 semaines après leur imprégnation.

Les filtres doivent être désorbés immédiatement après le prélèvement.

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise³

³<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation.pdf>

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁴

⁴<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse**Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :**

Les filtres doivent être désorbés par 5 mL d'acide sulfurique (1M) immédiatement après le prélèvement.

Le gel de silice peut être conservé au moins 8 jours après le prélèvement.

Séparation des dispositifs _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

La première étape décrit le traitement des cassettes.

La deuxième étape décrit le traitement des cartouches de gel de silice.

Durée de conservation testée et validée pour les échantillons préparés _____ 1 mois

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Les solutions de désorption sont stables environ un mois.

2 étapes de préparation :

Étape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ ACIDE SULFURIQUE

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 5mL

Autres conditions de préparation :

Immédiatement après prélèvement, les 2 filtres sont désorbés directement dans la cassette par percolation de 5 mL d'H₂SO₄ (1 M). Récupérer la totalité du solvant par refoulement à l'aide d'une seringue ou déterminer le volume exact de solvant utilisé (par pesée du flacon de recueil avant et après percolation).

Étape de préparation n° 2

Solvant ou solution _____ ■ ACETONITRILE
■ ELUANT

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 10mL

Autres conditions de préparation :

Les tubes sont désorbés par percolation de 5 mL d'acétonitrile pur. La solution de percolation obtenue est ensuite diluée avec 5 mL d'éluant utilisé pour l'analyse chromatographique.

Remarque

Traiter les blancs de terrain et les blancs de laboratoire de la même façon.

2 conditions analytiques :

Condition analytique n° 1

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique _____ ■ SPECTROPHOTOMETRIE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

λ : 410-415nm.

Condition analytique n° 2

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique _____	▪ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE
Injecteur _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne _____	▪ PHASE INVERSE C18
Détecteur _____	▪ ULTRAVIOLET (UV)
Phase mobile _____	▪ ACETONITRILE ▪ EAU

Etalonnage 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 polluants⁵

⁵ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____	externe
Solvant de l'étalon _____	▪ ACETONITRILE ▪ ACIDE SULFURIQUE ▪ EAU ▪ ELUANT

Commentaires :

Dosage du peroxyde d'hydrogène

Réaliser une gamme d'étalonnage dans la même matrice que les échantillons à analyser. La réponse est linéaire jusqu'à une concentration de 30 mg/L de H₂O₂.

Dosage de l'acide peracétique

L'étalonnage externe est pratiqué avec des étalons réalisés à partir d'une solution de méthyl-p-tolylsulfone (MTSOO).

Pour le dosage des solutions de désorption des tubes de gel de silice, préparer une solution-mère de méthyl-p-tolylsulfone (MTSOO) dans le méthanol, puis une série de solutions étalons par dilution de cette solution-mère dans l'éluant.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Pour le calcul de la concentration atmosphérique en peroxyde d'hydrogène, se référer au lien ci dessus.

La concentration atmosphérique en acide peracétique dans l'atmosphère est donnée par :

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = (C_x - C_b) \times \frac{v}{V} \times \frac{M_1}{M_2}$$

avec : C_x (mg/L) : concentration de MTSOO dans la solution échantillon analysée

C_b (mg/L) : moyenne des concentrations de MTSOO dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de la solution analysée

V (L) : volume d'air prélevé

M₁ (g/mol) : masse moléculaire de l'acide peracétique

M₂ (g/mol) : masse moléculaire de la méthyl-p-tolyl sulfone (MTSOO).

Calcul de la concentration atmosphérique⁶

⁶ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

Voir exemple de condition chromatographique dans données de validation - complément

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- F. GAGNAIRE, B. MARIGNAC, G. HECHT and M. HERY - Sensory Irritation of Acetic Acid, Hydrogen Peroxyde, Peroxyacetic acid and their Mixture in Mice. Ann. occup. Hyg., 2002, vol. 46, n°1, pp. 97-102.
- S. EFFKENMANN et al. - Determination of gas phase peroxyacetic acid using pre-column derivatization with organic sulfide reagents and liquid chromatography. Journal of chromatography A. 855 (1999), pp. 551-561.
- C. S. CHRISTENSEN et al. - Determination of hydrogen peroxide in workplace air : interferences and method validation. J. Environ. Monit., 2000, 2, pp. 339-343.
- G. HECHT et al. - Workplace monitoring of hydrogen peroxyde using titanyl-coated sorbents. J. Environ. Monit., 1999, 1, pp. 149-152.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
068	Jusqu'au 28/11/07	Création et mises à jour	
068/V01	28/11/07	Nouvelle présentation Correction du n° CAS de l'acide peracétique Création de l'historique	Substances mesurables
068/V01.01	31/01/09	Remplacement de la notation VLE par VLCT Description de la cartouche SPE	Substances mesurables Echantillonneur (PRELEVEMENT)
068/V01.02	15/07/2013	Révision de la terminologie	Tous
M-214/V01	Novembre 2015	Mise en ligne 2 Substances présentent simultanément Prélèvement sur cassette + cartouche de gel de silice Analyse par spectrophotométrie	