

## Acide oxalique M-329

**Prélèvement :** Actif sur cassette avec filtres imprégnés

**Analyse :** chromatographie ionique avec suppression détection conductimétrique

**Données de validation** \_\_\_\_\_ Validation partielle

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-329

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 078

### Substances

#### Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Acide oxalique	FT Acide oxalique

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	densité (g/cm <sup>3</sup> )	Synonymes
Acide oxalique	144-62-7	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	90,04	1,05	Acide éthanedioïque

Substance	données de validation
Acide oxalique	Validation_235

#### Famille de substances

- ACIDES CARBOXYLIQUES ALIPHATIQUES

### 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**<sup>1</sup>

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

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ cassette avec filtres imprégnés

**Technique analytique** \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

**Injecteur** \_\_\_\_\_ PASSEUR AUTOMATIQUE

**Détecteur** \_\_\_\_\_ CONDUCTIMETRIE

### Domaine d'application

Substance
Acide oxalique

### Liste des réactifs

- ACIDE OXALIQUE
- ACIDE SULFURIQUE
- CARBONATE DE SODIUM
- EAU

**Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire**<sup>2</sup>

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

## Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosols<sup>3</sup>

<sup>3</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette/metropol-prelevement-cassette.pdf>

### Dispositif de prélèvement

- Type de dispositif \_\_\_\_\_ ■ CASSETTE 37 mm 3 pièces
- Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ■ 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES

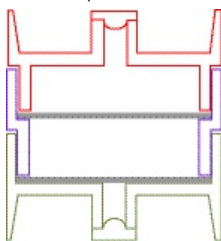
#### Préparation du substrat :

La solution d'imprégnation est obtenue par dissolution de **5 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>** dans de l'eau et jaugeage à **100 mL**. Soumettre éventuellement aux ultrasons (ou agitation magnétique) pour favoriser la solubilisation.

Les filtres en fibre de quartz sont imprégnés de **600 µL** de solution d'imprégnation. Faire sécher à l'étuve à 60°C pendant 2 h ou sous sorbonne pendant 24 h dans un local exempt de toute pollution.

#### Commentaires, conseils, consignes :

Un filtre est déposé au fond de la cassette et le second sur la pièce intermédiaire. Durant ces opérations, les filtres seront manipulés avec une pince.



### Conditions de prélèvement

#### Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,250

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 0,300

Temps de prélèvement maximum \_\_\_\_\_ 8

#### Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,02 à 0,5 L/min

### Compléments

Analyser des blancs de laboratoire pour déterminer la quantité d'acide déjà présente sur le support et l'homogénéité des lots avant leur utilisation.

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise<sup>4</sup>

<sup>4</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf>

## Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>5</sup>

<sup>5</sup> <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** \_\_\_\_\_ 1 mois

**Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :**

Température ambiante.

**Séparation des plages** \_\_\_\_\_ oui

**Nombre d'étapes de préparation** \_\_\_\_\_ 1

### 1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

**Séparation des plages** \_\_\_\_\_ oui

**Solvant ou solution** \_\_\_\_\_ ■ ELUANT

**Type de préparation** \_\_\_\_\_ ■ Désorption

**Ultrasons** \_\_\_\_\_ 10 min

**Autres conditions de préparation :**

Volume de désorption : de 10 à 50 mL

**Filtration :**

Tous les échantillons sont filtrés 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

### 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 polluants**<sup>6</sup>

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

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

Solvant de l'étalon \_\_\_\_\_ ■ Même solvant que celui des échantillons

#### Commentaires :

Réaliser des étalons à partir de substances de référence, commerciales ou synthétisées en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons.

Préparer une gamme d'étalonnage, dans la même matrice que les échantillons (ne pas oublier le filtre imprégné)

#### Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La concentration réelle C (en mg/m<sup>3</sup>) dans l'air est donnée par :

$$C = (C_x \times d - C_b) \times \frac{V}{V}$$

avec :

C<sub>x</sub> (mg/L) : concentration de la substance dans l'échantillon

d : facteur de dilution

C<sub>b</sub> (mg/L) : concentration moyenne de la substance dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de jaugeage

V (L) : volume d'air prélevé

#### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>7</sup>

<sup>7</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

#### Compléments :

Diluer si nécessaire les échantillons avec du blanc filtre (filtres désorbés dans de l'eau ou de l'éluant dans les mêmes conditions que les échantillons) de façon à rester dans la gamme d'étalonnage.

Des exemples de conditions d'analyse sont détaillés dans les données de validation.

#### Interférences

Les chlorures d'acides sont hydrolysés en acides carboxyliques et acides hydrochloriques sur les supports solides, dans l'air humide, et en solution. Par conséquent, en présence de chlorure(s) d'acide(s), la méthode d'échantillonnage peut surestimer la concentration en acide carboxylique dans l'air.

Les fluorures et les formates peuvent également interférer sur les dosages nécessitant une adaptation des conditions d'analyse.

#### Remarque :

*Les analyses peuvent être réalisées en électrophorèse capillaire après validation de la méthode.*

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

- NF EN 482 – Exposition sur les lieux de travail. Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques. La Plaine Saint Denis, Association française de normalisation (AFNOR), 2012, 18 p.
- NF EN 13890 – Exposition sur les lieux de travail. Procédures pour le mesurage des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air - Exigences et méthodes d'essai. La Plaine Saint Denis, Association française de normalisation (AFNOR), 2009, 36 p.
- NF EN 1076 – Exposition sur les lieux de travail. Procédures pour le mesurage des gaz et vapeurs à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage. La Plaine Saint Denis, Association française de normalisation (AFNOR), 2010, 36 p.
- V. OURY, A. PELTIER - Prélèvement et dosage de l'acide acétique par chromatographie ionique. Cahiers de notes documentaires - Hygiène et sécurité du travail, n° 187, 2<sup>e</sup> trimestre 2002, pp. 89-99.
- ANSES – Rapport d'expertise collective du CES « Expertise en vue de la fixation de valeurs limites à des agents chimique en milieu professionnel » : Paris, Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES), 2012, 47 pages.
- V. OURY, A. PELTIER - Prélèvement et dosage de l'acide formique par chromatographie ionique. Cahiers de notes documentaires - Hygiène et sécurité du travail, n° 195, 2<sup>e</sup> trimestre 2004, pp. 53-61.

## Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
78	11/09/2003	Création et mises à jour	
078/V02.01	01/10/2015	Nouvelle présentation	Tous
		Ajout des annexes avec données de validation de l'acide acétique	Annexes 2 et 3
		Anciennes données de validation recalculées	Annexe 4
M-329/V01	Janvier 2016	Mise en ligne Substance unique Prélèvement sur cassette avec filtres imprégnés Analyse par chromatographie ionique avec suppression.	