

Méthode d'analyse

MA. 405 - Formaldéhyde
2025-04-10 (révision 4)

**Détermination du formaldéhyde dans les
résidus solides : dosage par chromatographie
en phase gazeuse couplée à la spectrométrie
de masse avec échantillonneur de type
Headspace**

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements
climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2026
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-03071-8 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2026

TABLE DES MATIÈRES

1.	Domaine d'application _____	1
2.	Principe et théorie _____	1
3.	Interférence _____	1
4.	Conservation _____	1
5.	Matériel et appareillage _____	2
6.	Réactifs et étalons _____	2
7.	Protocole d'analyse _____	3
	7.1 Préparation du matériel _____	4
	7.2 Préparation des échantillons et des étalons _____	4
	7.3 Dosage du formaldéhyde _____	5
8.	Calcul et expression des résultats _____	7
9.	Critères d'acceptabilité _____	8
10.	Bibliographie _____	8

1. Domaine d'application

L'objectif de cette méthode est de quantifier le formaldéhyde présent dans les sols et résidus solides tels que les produits issus de la transformation du bois. Le formaldéhyde est soluble dans l'eau, il est donc lixivié et l'eau est analysée par Headspace comme dans la méthode pour les barboteurs.

Le domaine d'étalonnage utilisé pour le dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) se situe entre 10 et 1000 ng/ml.

2. Principe et théorie

Les échantillons de sols et de résidus solides sont lixiviés à l'eau. Une aliquote de l'eau de lixiviation est prélevée et l'agent de dérivation (PFBHA) y est ajouté.

Le formaldéhyde ainsi dérivé sous forme d'oxime (PFBHO) est ensuite analysé par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) en utilisant un injecteur de type Headspace fonctionnant dans le mode d'acquisition d'ions sélectifs (« SIM »). Du chlorure de sodium est aussi ajouté aux échantillons, ce qui facilite l'évaporation du formaldéhyde dans l'espace de tête lors du chauffage. L'espace de tête est ensuite dirigé vers la chromatographie et le détecteur MS.

La concentration du formaldéhyde est déterminée par comparaison des surfaces chromatographiques obtenues à un temps de rétention donné entre l'échantillon et chacune des solutions d'étalonnage, tout en tenant compte des surfaces obtenues pour les étalons volumétriques.

3. Interférence

Les interférences peuvent être causées par des contaminants contenus dans les réactifs et la verrerie, mais aussi dans l'environnement où les manipulations sont effectuées. Tous les réactifs doivent être régulièrement vérifiés par l'analyse de blancs de méthode.

Les interférences dues à une contamination peuvent survenir lorsqu'un échantillon qui contient une faible concentration est dosé immédiatement après un échantillon dont la concentration des composés est plus élevée.

4. Conservation

Les échantillons doivent être conservés selon les recommandations décrites (en fonction de la matrice et du règlement) dans la section *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale* du CEAEQ.

À titre indicatif, les échantillons de sol peuvent être conservés à 4 °C pour une période de 14 jours et indéfiniment à -20 °C.

5. Matériel et appareillage

Les marques de commerce ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1 Chromatographe en phase gazeuse couplé à un spectromètre de masse (GC-MS) muni d'un injecteur de type Headspace
- 5.2 Colonne DB-WAX, 30 m x 250 µm x 0,5 µm (Agilent, 122-7033)
- 5.3 Insert (*liner*) (Agilent, 18740-80200, direct, 1.5 mm id, pour échantillons gazeux, Headspace, système « Purge & Trap »)
- 5.4 Flacon Headspace (HS) à goulot fileté, 20 ml (Agilent 5188-2753)
- 5.5 Bouchon pour flacon Headspace, 18 mm, magnétique, PTFE-Silicone (Agilent 5188-2759)
- 5.6 Tubes jetables de 50 ml en polypropylène pour centrifugation (de type FisherScientific, n° 05-539-8)
- 5.7 Système d'extraction de type mélangeur à peinture

6. Réactifs et étalons

Tous les solvants utilisés sont de qualité pesticide ou d'une qualité équivalente. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée est filtrée sur une membrane de 5 µm, traitée sur charbon activé et déminéralisée.

- 6.1 Eau déminéralisée
- 6.2 Chlorure de sodium, NaCl grade ACS
- 6.3 Solutions mères de formaldéhyde à 10 000 µg/ml

Dans un ballon volumétrique de 10 ml contenant environ 5 ml d'eau, ajouter 250 µL d'une solution commerciale de formaldéhyde à 37 % dans l'eau (n° CAS : 50-00-0). Compléter avec l'eau. Agiter.

Durée de conservation : 7 mois à 4 °C

- 6.4 Solution intermédiaire de formaldéhyde à 1000 µg/ml

Dans un ballon volumétrique de 10 ml contenant environ 5 ml d'eau, ajouter 1000 µL de la solution mère de formaldéhyde à 10 000 µg/ml. Compléter avec l'eau. Agiter.

Durée de conservation : 7 mois à 4 °C

6.5. Solution intermédiaire de formaldéhyde à 100 µg/ml

Dans un flacon de 4 ml, ajouter 2700 µL d'eau et 300 µL de la solution intermédiaire de formaldéhyde à 1000 µg/ml. Agiter.

Durée de conservation : 1 semaine à 4 °C

6.6. Solution intermédiaire de formaldéhyde à 10 µg/ml

Dans un flacon de 4ml, ajouter 2700 µL d'eau et 300 µL de la solution intermédiaire de formaldéhyde à 100 µg/ml. Agiter.

Durée de conservation : 1 semaine à 4 °C

6.7. Solution intermédiaire de formaldéhyde à 1 µg/ml

Dans un flacon de 4 ml, ajouter 2700 µL d'eau et 300 µL de la solution intermédiaire de formaldéhyde à 10 µg/ml. Agiter.

Durée de conservation : 1 semaine à 4 °C

6.8. Solution de dérivation de pentafluorobenzylhydroxylamine (PFBHA) à 800 µg/ml

Dans un ballon volumétrique de 250 ml contenant environ 50 ml d'eau, peser exactement environ 200 mg de PFBHA (n° CAS : 57981-02-9). Dissoudre et compléter avec l'eau. Agiter.

Durée de conservation : Illimité à 4 °C

6.9. Solution mère d'étalon volumétrique de cyclohexanone à 1000 µg/ml

Dans un ballon volumétrique de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau, peser exactement environ 100 mg de cyclohexanone (n° CAS : 108-94-1). Compléter avec l'eau. Agiter.

Durée de conservation : Illimité à 4 °C

6.10. Solution de travail d'étalon volumétrique de cyclohexanone à 100 µg/ml

Dans un ballon volumétrique de 50 ml contenant environ 25 ml d'eau, ajouter 5 ml de la solution mère d'étalon volumétrique de cyclohexanone à 1000 µg/ml. Compléter avec l'eau. Agiter.

Durée de conservation : Illimité à 4 °C

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1 Préparation du matériel

Dans le but d'éviter toute contamination provenant de l'air ambiant (solvants), tout le matériel nécessaire doit être préparé avant de commencer les manipulations afin de minimiser le temps de préparation.

Si possible, effectuer les manipulations sous une hotte dans un local où il y a peu de manipulation de solvants.

La verrerie utilisée doit être préalablement rincée avec de l'eau déminéralisée.

7.2 Préparation des échantillons et des étalons

7.2.1. Préparation des flacons de la courbe d'étalonnage :

- Se référer au tableau suivant tout en respectant l'ordre des ajouts. Sceller le flacon rapidement par la suite.

Conc. (ng/ml)	Volume d'eau déminéralisée	Solution intermédiaire de formaldéhyde utilisée	Volume de solution intermédiaire de formaldéhyde	Volume de STDI de cyclohexanone 100 µg/ml	Volume de PFBHA 800 µg/ml	NaCl	Volume total
	(µL)	(µg/ml)	(µL)	(µL)	(ml)	(g)	(ml)
	Ajout 1		Ajout 2	Ajout 3	Ajout 4	Ajout 5	
10	4910	1	60	30	1	1	6
25	4820	1	150	30	1	1	6
50	4940	10	30	30	1	1	6
100	4910	10	60	30	1	1	6
250	4820	10	150	30	1	1	6
500	4940	100	30	30	1	1	6
750	4925	100	45	30	1	1	6
1000	4910	100	60	30	1	1	6

7.2.1 Préparation des échantillons de sols, du blanc et de l'échantillon de contrôle de la qualité (CQ) :

- Dans un tube à centrifugation jetable de 50 ml, ajouter 5 g d'échantillon humide. Pour le blanc et l'échantillon de CQ ajouter 5 g sol CS-10. Le pourcentage d'humidité sera mesuré sur une autre portion de l'échantillon pour déterminer le poids sec.
- À l'aide d'une pipette, ajouter précisément 20 ml d'eau déminéralisée.

- Vérifier que le pH est inférieur à 8 (au besoin, acidifier avec H₂SO₄).
- Installer sur le mélangeur à peinture pour 30 minutes. Laisser refroidir.
- Centrifuger à 3500 tr/min pendant 5 minutes.
- Dans un flacon HS de 20 ml, ajouter précisément 5 ml d'échantillon.
- Ajouter 30 µL de l'étalon volumétrique de cyclohexanone à 100 µg/ml.
- Ajouter 1 ml de la solution de dérivation de PFBHA à 800 µg/ml.
- Ajouter 1 g de NaCl.
- Sceller le flacon.
- Effectuer le dosage selon les instructions de la section 7.3.

7.3 Dosage du formaldéhyde

7.3.1 Conditions instrumentales

Condition du chromatographe :

Mode d'injection	Avec division (<i>Split</i>)
Rapport de division (<i>split ratio</i>)	50:1
Température de l'injecteur	250 °C
Pression	12,4 psi
Colonne	DB-WAX d'une longueur de 30 m x 0,25 mm Di avec une phase stationnaire de 0,5 µm
Débit	Constant à 1,2 ml/min
Programmation de température	90 °C pendant 1 minute 1 ^{er} palier de programmation : Taux : 15 °C/minute Final : 200 °C pendant 0 minute 2 ^e palier de programmation : Taux 50 °C/minute Final : 240 °C pendant 5 minutes

Condition du module Headspace :

Volume d'injection	0,5 ml
Temps d'incubation	10 minutes
Température d'incubation	65 °C
Température de la seringue	120 °C

Condition du spectromètre de masse :

Mode d'ionisation	Impact électronique
Type de source	<i>Extractor ion source</i>
Mode d'acquisition	Ions sélectifs (SIM)
Température de la ligne de transfert	250 °C
Température de la source	230 °C
Température du Quad	150 °C

Tableau récapitulatif des conditions d'analyse utilisées (acquisition des masses) :

Nom du composé	Ions de quantification	Ions de quantification (1)	Ions de qualification (2)	Temps de rétention approximatif (minutes)
Formaldehyde O-pentafluorophenylmethyl-oxime	195,0	182,0	161,0	4,914
PFBHA	181,1	195,0	161,0	7,494
Cyclohexanone pentafluorophenylmethyloxime (STDI)	293,1	276,1	181,0	9,091

7.3.2 Calibration du spectromètre de masse

Avant de procéder à toute série de dosage des échantillons, faire un calibrage de type « **etune** » du spectromètre de masse à l'aide du perfluorotributylamine (PFTBA). Ce composé est utilisé afin de calibrer le spectromètre de masse et de s'assurer de la constance des différents voltages de l'appareil. L'intensité relative et la résolution des ions de masse (m/z) 69, 219 et 502 sont vérifiées et ajustées au besoin. Ce réglage est fait lors de l'analyse de toute nouvelle séquence d'échantillons. Les balises qui servent à valider cette calibration sont disponibles dans le logiciel instrumental.

7.3.3 Étalonnage

Étalonner le système GC-MS à l'aide des solutions d'étalonnage. Un minimum de trois points d'étalonnage doit être utilisé. Le modèle de courbe (linéaire ou quadratique) devra être choisi. Les courbes ne doivent pas être forcées à leur origine.

L'étalonnage du système GC-MS est effectué lors de l'analyse de toute nouvelle séquence d'échantillons.

7.3.4 Séquence de dosage

Injecter les étalons, échantillons et éléments de contrôle de la qualité selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est élaborée à titre indicatif.

- Blanc d'instrument

- Courbe d'étalonnage
- Blanc de méthode
- Éléments de contrôle de la qualité
- Série d'échantillons (entre 1 et 10)
- 2 étalons en alternance
- Série d'échantillons (entre 1 et 10)
- 2 étalons en alternance

La valeur de la concentration de l'étalon injecté entre chaque série d'échantillons doit se situer à $\pm 25 \%$ de la valeur attendue.

8. Calcul et expression des résultats

8.1 Critères d'identification du formaldéhyde

Le temps de rétention ne doit pas être différent de plus de 0,4 minute par rapport au temps de rétention dans la table d'étalonnage.

Le rapport des concentrations obtenues pour chacun des deux ions choisis doit être égal à celui indiqué dans la méthode instrumentale, à 25 % près. Les temps de rétention des deux ions choisis pour la quantification ne doivent pas différer de plus de 0,04 min.

8.2 Calcul des résultats

Le formaldéhyde est dosé à l'aide de la courbe d'étalonnage obtenue par l'analyse des solutions étalons. La réponse du formaldéhyde parmi les solutions étalons est comparée à la réponse de l'étalon volumétrique de cyclohexanone.

Les résultats sont exprimés en mg/kg (sur une base telle quelle, à moins d'une demande particulière sur base sèche) d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V}{Q} \times F$$

où

- C : concentration dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration dans l'extrait injecté ($\mu\text{g/ml}$);
- V : volume final de l'extrait analysé (ml);
- Q : poids d'échantillon analysé sur base sèche (g) pour les solides;
- F : facteur de dilution, si nécessaire.

* Le pourcentage d'humidité est déterminé sur un autre sous-échantillon.

9. Critères d'acceptabilité

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Étalons volumétriques	$\pm 50 \%$ dans une même séquence
Courbe d'étalonnage	Coefficient de corrélation $R^2 \geq 0,990$ Erreur standard relative (RSE) $\leq 15 \%$
Étalons de vérification	$\pm 25 \%$
Blanc de méthode	\leq LQM, sinon il est soustrait
Duplicata	$\pm 30 \%$ (si > 10 LQM)
Matériaux de référence	Graphiques de contrôle ($\pm 3 \sigma$)

10. Bibliographie

NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

NATIONAL COUNCIL FOR AIR AND STREAM IMPROVEMENT, NCASI, *Impinger/Canister Source Sampling Method for Selected HAPs and other Compounds at Woods Product Facilities*, NCASI Method IM/CAN/WP-99.02, NCASI Southern Regional Center, Decembre 2005.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 