

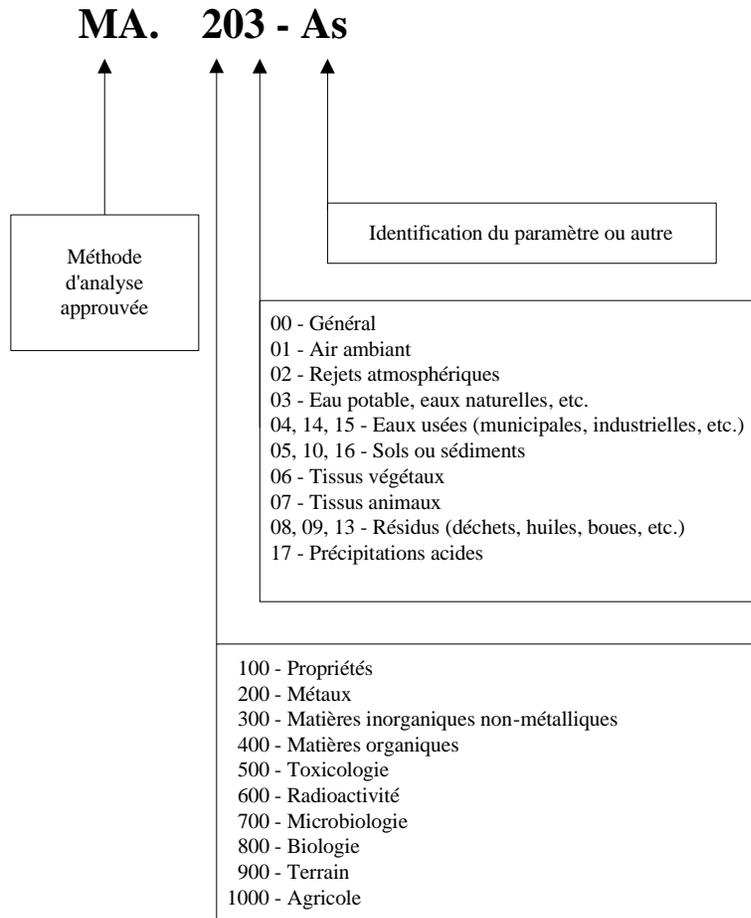
# Méthode d'analyse



## MA. 400 – HCHO 1.0

Détermination du formaldéhyde : méthode  
colorimétrique avec l'acide chromotrope

# Comment fonctionne la codification?



**Note** – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (ex. : MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

## Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.  
*Détermination du formaldéhyde : méthode colorimétrique avec l'acide chromotropique.*  
MA. 400 – HCHO 1.0, Rév. 5, Ministère du Développement Durable, Environnement et  
Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2015, 13 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec  
2700, rue Einstein, bureau E.2.220  
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301  
Télécopieur : 418 528-1091  
Courriel : ceaeq@mddelcc.gouv.qc.ca

## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférences	5
3.2. Limite de détection	6
3.3. Limite de quantification	6
4. CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	9
7.1. ANALYSE DU FORMALDÉHYDE	9
7.2. DISTILLATION	9
7.3. DOSAGE	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	11
8.1. Calcul de la concentration du formaldéhyde contenu dans l'échantillon	11
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	12
10. BIBLIOGRAPHIE	12



## INTRODUCTION

Les aldéhydes sont connus pour leur goût fort, leur odeur, leur corrosivité et les problèmes de santé causés par certains d'entre eux. Le terme aldéhyde est utilisé pour regrouper les composés carbonylés de type CHO qui peuvent être dosés sous certaines conditions. Le choix du formaldéhyde comme composé de référence est en raison du fait qu'il est le composé carbonylé le plus simple.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode permet la détermination du formaldéhyde dans les matières solides. Elle peut aussi servir à la détermination du formaldéhyde dans les matières liquides aqueuses mais n'est pas validée statistiquement. Une autre méthode est disponible au Centre d'expertise et permet une détermination du formaldéhyde dans les matières liquides aqueuses. Malgré cela, le protocole traitant des matières liquides aqueuses est disponible à l'intérieur de cette méthode à titre d'information.

Le domaine de linéarité lors du dosage par réaction colorimétrique se situe entre 0,1 et 5,0 mg/l de formaldéhyde.

Le domaine d'application, exprimé en mg/kg pour les matières solides varie en fonction des quantités extraites et des dilutions effectuées sur les échantillons analysés.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

Le formaldéhyde réagit avec l'acide chromotrope en milieu acide sulfurique pour former un complexe de couleur pourpre dont l'absorbance à 580 nm est proportionnelle à la concentration du formaldéhyde.

### 3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*.

Les données statistiques (soit la limite de détection méthodologique (LDM), la limite de quantification méthodologique (LQM), la sensibilité, la répétabilité, la répliquabilité, la justesse et le pourcentage de récupération) ne sont pas contenues dans cette méthode, mais elles sont disponibles pour les clients qui en font la demande. Les LDM et LQM sont cependant mentionnées aux points 3.2 et 3.3 à titre indicatif.

#### 3.1. INTERFÉRENCES

Les aldéhydes insaturés, l'éthanol et les alcools à poids moléculaire élevé, les oléfines, les phénols, certains alcènes (éthylène, propylène et le 2-méthyl-1,3-butadiène) et les hydrocarbures aromatiques sont les principales interférences négatives connues.

Les phénols amènent une interférence négative de l'ordre de 10 à 20 % lorsqu'ils sont présents dans un rapport 8 : 1 avec le formaldéhyde. Par contre, les aldéhydes saturés donnent moins de 0,01 % d'interférence positive.

### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de l'ordre de 0,3 mg/kg pour des matières solides.

### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de l'ordre de 1,0 mg/kg pour des matières solides.

## 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 site Internet du CEAEQ. Lorsqu'une matrice n'est couverte par aucun de ces cahiers, le CEAEQ peut donner l'information aux clients qui en font la demande.

À titre indicatif, les échantillons de sol peuvent être conservés à 4 °C pour une période de 14 jours et indéfiniment à -20 °C. Pour la décongélation, placer l'échantillon à 4 °C pendant environ 24 heures.

## 5. APPAREILLAGE

- 5.1. Ballons volumétriques de 50 ml et 100 ml
- 5.2. Pipettes volumétriques de 2 ml, 3 ml, 5 ml et 10 ml
- 5.3. Burette ou distributeur de liquide pour acide sulfurique
- 5.4. Micropipette à volumes variables qui peut atteindre 300 µl
- 5.5. Cylindres gradués de 25 ml, 250 ml et 500 ml
- 5.6. Bêchers de 600 ml
- 5.7. Filtres 0,8 µm ou plus fins
- 5.8. Système de filtration à pression positive
- 5.9. Disque de drain de 127 mm et 10,0 µm
- 5.10. Préfiltre en verre de 124 mm et 0,5 µm
- 5.11. Papier pH précis à l'unité

- 5.12. Ballons de distillation
- 5.13. Montage de distillation avec mantes chauffantes
- 5.14. Billes de verre anti-soubresauts
- 5.15. Téflon
- 5.16. Tubes d'essai de 16 mm x 125 mm
- 5.17. Agitateur de type « Vortex »
- 5.18. Spectrophotomètre (domaine UV/Visible) avec paroi optique de 1 cm
- 5.19. Balance précise à 0,01 g et balance analytique
- 5.20. Étuve à 105 °C

**NOTE – Toute la verrerie est lavée selon le document de référence interne DR-09-04-COL-01, intitulé : « Instructions de lavage ».**

## **6. RÉACTIFS ET ÉTALONS**

Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est filtrée sur une membrane de 5 µm, traitée sur charbon activé déminéralisée.

- 6.1. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)
- 6.2. Solution d'acide sulfurique à environ 25 % (v/v)

Dans un ballon volumétrique de 100 ml contenant environ 50 ml d'eau, ajouter avec précaution 25 ml d'acide sulfurique. Agiter et laisser refroidir à la température ambiante. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

- 6.3. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.4. Solution d'hydroxyde de sodium 5 N

Dans un ballon volumétrique de 100 ml contenant environ 70 ml d'eau, dissoudre 20 g d'hydroxyde de sodium. Agiter et laisser réchauffer à la température ambiante. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

- 6.5. Sel de sodium de l'acide chromotropique, (OH)<sub>2</sub>-C<sub>10</sub>H<sub>4</sub>-(SO<sub>3</sub>Na)<sub>2</sub>•2H<sub>2</sub>O (CAS n° 5808-22-0)

6.6. Solution d'acide chromotropique 1 % (p/v)

Dans un ballon volumétrique de 50 ml, dissoudre 500 mg du sel de sodium de l'acide chromotropique dans environ 30 ml d'eau et compléter à 50 ml avec de l'eau. Cette solution est en excès.

**NOTE – Cette solution doit être préparée à chaque jour et conservée à l'abri de la lumière.**

6.7. Solution aqueuse de formaldéhyde (CAS n° 50-0-0) à environ 37 % (p/v)

Cette solution est disponible commercialement.

6.8. Solution mère de formaldéhyde à 1000 mg/l

Dans un ballon volumétrique de 100 ml, peser environ précisément 270 mg (ou selon le pourcentage de pureté) de la solution aqueuse de formaldéhyde. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

**NOTE – Cette solution se conserve au moins 7 mois à 4 °C.**

6.9. Solution fille de formaldéhyde à 100 mg/l

Dans un ballon volumétrique de 100 ml contenant environ 30 ml d'eau, ajouter 10,0 ml de la solution mère de formaldéhyde à 1000 mg/l. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

**NOTE – Cette solution se conserve au moins 7 mois à 4°C.**

6.10. Solutions d'étalonnage de formaldéhyde à 2,0 mg/l, 3,0 mg/l et 5,0 mg/l.

Dans des ballons volumétriques de 100 ml contenant environ 30 ml d'eau, ajouter 2,0 ml, 3,0 ml et 5,0 ml de la solution fille de formaldéhyde à 100 mg/l. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

**NOTE – Refaire ces solutions à chaque jour d'utilisation.**

6.11. Solutions d'étalonnage de formaldéhyde à 0,1 mg/l et 0,5 mg/l.

Dans des ballons volumétriques de 100 ml contenant environ 30 ml d'eau, ajouter 2,0 ml et 10,0 ml de la solution d'étalonnage de formaldéhyde à 5 mg/l. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

**NOTE – Refaire ces solutions à chaque jour d'utilisation.**

## 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. ANALYSE DU FORMALDÉHYDE

#### 7.1.1. Échantillons solides

- Faire une extraction à l'eau à l'aide de l'appareil de lixiviation, et ce, dans des proportions 10 : 100 (p/v) pendant au moins 16 heures. Si possible, peser environ précisément un poids **entre 20 et 30 g** d'échantillon.

**NOTE – Le pourcentage d'humidité est déterminé sur un sous-échantillon si le résultat sur base sèche doit être exprimé.**

- Filtrer l'échantillon sur un filtre 0,8 µm ou plus fin **à l'aide du système de filtration à pression positive.**

**NOTE – Une fois la lixiviation effectuée, il faut procéder à la distillation et au dosage le plus rapidement possible.**

#### 7.1.2. Échantillons aqueux (informatif)

- Si l'échantillon contient des matières en suspension, filtrer environ 300 ml d'échantillon en utilisant un filtre 0,8 µm ou plus fin.

### 7.2. DISTILLATION

Afin d'éliminer les interférences et éviter l'hydrolyse de certains composés en milieu acide sulfurique, tous les échantillons doivent être distillés en milieu neutre.

- Ajuster le pH des échantillons à environ 7 avec une solution de NaOH ou de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, selon le cas. Par exemple, si le pH de départ est environ à 5, une seule goutte de la solution de NaOH 5N suffit.
- À l'aide d'un cylindre gradué, mesurer précisément environ 250 ml d'échantillon et le verser dans un ballon à distillation. Ajouter quelques billes anti-soubresauts à chaque ballon.
- Installer le ballon dans la mante chauffante, le bec d'évaporation jointé sur la colonne à condensation. Ouvrir le système de refroidissement.
- Procéder à la distillation **presqu'à sec** et recueillir, dans un cylindre gradué, un volume **presqu'égal** au volume distillé.

**NOTE – Il est important de distiller presque tout l'échantillon afin de bien récupérer le formaldéhyde en évitant d'aller complètement à sec pour diminuer les problèmes de nettoyage de la verrerie.**

### 7.3. DOSAGE

- Homogénéiser l'échantillon.
- Jauger une série de tubes d'essai de 16 x 125 mm à 15 ml et enrouler une bande de téflon sur le pas de vis des tubes pour éviter tout écoulement d'acide sulfurique.
- Introduire à la pipette volumétrique 3 ml d'eau (solution témoin) ou d'échantillon ou de solution étalon de formaldéhyde.
- Ajouter précisément 0,3 ml de la solution d'acide chromotropique 1 % (p/v) et mélanger à l'aide d'un agitateur de type « Vortex ».
- Ajouter lentement 6 ml d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré à l'aide du distributeur de liquide.

**NOTE – Attention au dégagement de chaleur.**

- Refermer le bouchon et agiter délicatement par inversion pour bien mélanger l'eau et l'acide.
- Mettre les éprouvettes dans une étuve à 105 °C pendant 30 minutes afin de compléter le développement de la couleur.

**NOTE – La couleur développée est stable au moins 4 heures.**

- Retirer de l'étuve et laisser refroidir. Compléter à 15 ml avec de l'eau, agiter par inversion et laisser refroidir à la température ambiante. Rejauger si nécessaire.
- Procéder aux lectures d'absorbance à l'aide du spectrophotomètre à la longueur d'onde de 580 nm.
- Le zéro d'absorbance est ajusté avec la solution témoin.

**NOTE – La solution témoin est constituée de 3 ml d'eau et de tous les réactifs sans avoir subi l'étape de distillation contrairement au blanc qui lui est distillé.**

- Si des dilutions doivent être faites, reprendre le développement de couleur à partir de nouveaux sous-échantillons.

Le développement de couleurs avec des solutions étalons typiques est représenté ci-dessous :



Figure 1 –Développement de la couleur pour des étalons servant au dosage.

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1. CALCUL DE LA CONCENTRATION DU FORMALDÉHYDE CONTENU DANS L'ÉCHANTILLON

- Tracer la courbe d'étalonnage à partir des mesures d'absorbance et de la concentration des solutions étalons.
- Déterminer la concentration du formaldéhyde contenue dans les échantillons à l'aide de cette courbe.
- Pour les échantillons solides, les résultats sont exprimés en mg/kg du formaldéhyde d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V_1 \times F}{P_1}$$

où :

- C : concentration du formaldéhyde contenue dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration du formaldéhyde contenue dans la solution dosée (mg/l);
- V<sub>1</sub> : volume d'extrait aqueux (ml);
- P<sub>1</sub> : poids d'échantillon extrait (g);
- F : facteur de dilution si nécessaire.

Pour les échantillons aqueux, les résultats sont exprimés directement en mg/l du formaldéhyde d'après l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où :

- C : concentration du formaldéhyde contenue dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration du formaldéhyde contenue dans la solution dosée (mg/l);
- F : facteur de dilution.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

Tableau 1 – Critères d'acceptabilité

Courbe d'étalonnage	$r \geq 0,995$
Blanc de méthode	$\leq$ LQM, sinon il est soustrait
Duplicata	$\pm 30 \%$ si les résultats sont $\geq 10 \times$ LDM
Matériaux de référence	Graphiques de contrôle ( $\pm 3 \sigma$ )

## 10. BIBLIOGRAPHIE

AFGHAN, BADAR K., ACHUT V. KULKARNI, RICKY LEUNG et JAMES F. RYAN, *The Determination of Formaldehyde and Related Compounds in Water and Industrial Effluents*, Environmental Letters, 7 (1), 1974, pp. 53-65.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01\\_lignes\\_dir\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf)]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Modes de prélèvement et de conservation des échantillons relatifs à l'application du Règlement sur les matières dangereuses*, DR-09-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09\\_01.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_01.pdf)].

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Modes de conservation pour l'échantillonnage des sols*, DR-09-02, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09\\_02sols.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage/dr09_02sols.pdf)].

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie*, DR-12-VMC, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [[http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC\\_protocole\\_val\\_chimie.pdf](http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf)]

INTERSOCIETY COMMITTEE. *Methods of Air Sampling and Analysis*, American Public Health Association, Washington DC, 1972, pp. 110-198.