

ANALYSE DU FORMALDEHYDE DANS L'AIR INTERIEUR PAR SPME/GC/MS: COMPARAISON DE DEUX REACTIFS POUR LA DERIVATION SUR FIBRE

Delphine Bourdin^{1,2}, Valérie Desauziers¹ et Pierre Mocho³



¹Laboratoire Génie de l'Environnement Industriel – Ecole des Mines d'Alès (site de Pau) – Hélioparc, 2 avenue Pierre Angot – 64 000 Pau, France

²Nobatek – 67 rue de Mirambeau – 64600 Anglet, France, E-mail: dbourdin@nobatek.com

³Laboratoire Thermique Energétique et Procédés – Université de Pau et des Pays de l'Adour – B.P. 1155 – 64000 Pau, France



Le formaldéhyde est un polluant que l'on trouve très fréquemment dans les atmosphères intérieures du fait de ses nombreuses sources dont les matériaux de construction, et plus particulièrement les produits à base de résine urée-formol. Parallèlement il est classé « cancérigène certain » depuis 2004 par le CIRC et l'ANSES préconise une valeur guide de qualité d'air intérieur de **10 µg.m⁻³** pour les expositions à long terme. Afin de disposer d'un outil de prélèvement et d'analyse simple à utiliser et permettant de faire un screening complet des aldéhydes présents dans l'air, nous développons actuellement une méthode d'analyse des aldéhydes avec dérivation sur fibre SPME suivie d'une désorption thermique et d'une analyse par GC/MS. Deux agents de dérivation ont été sélectionnés: le pentafluorophénylhydrazine (PFPH) et l'o-(2,3,4,5,6 pentafluorobenzyl)hydroxylamine (PFBHA). En parallèle, trois types de revêtements de fibres SPME sont envisagés: PDMS/Carboxen, PDMS/DVB et PDMS/Carboxen/DVB.

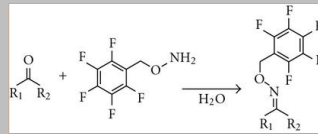
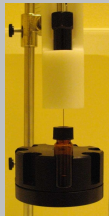
Principe de la mesure

1. Imprégnation d'une fibre SPME par un agent de dérivation

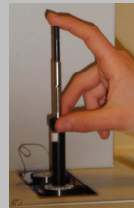
2. Exposition de la fibre imprégnée au formaldéhyde et dérivation sur la fibre SPME

3. Désorption thermique de la fibre dans l'injecteur du GC

4. Identification des dérivés par MS et Quantification par détection FID ou MS en mode SIM



Exemple: formation d'un oxime par réaction entre un aldéhyde et le PFBHA

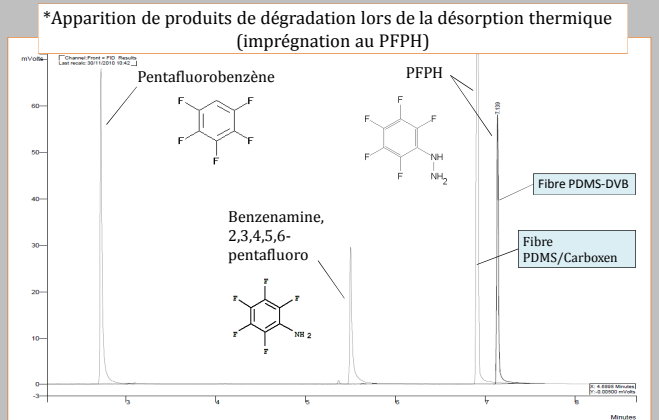


	Détection FID	Détection MS
Colonne	UF 5 30m x 0.25 mm x 0.25µm	VF-5ms 60m x 0.25 mm x 1.0 µm.
Injecteur	250 °C – Mode Splitless	
Four	80°C (2min)	85°C (1min)
	5°C/min	5°C/min
	85°C (15 min)	90°C (20min)
Débit He	15°C/min	15°C/min
	250°C	250°C (5 min)
Débit He	1.0 mL/min	2.0 mL/min
Détecteur	300°C	SIM m/z 181

Etude de l'imprégnation des fibres SPME par le réactif de dérivation

Mode d'imprégnation	PFPH			PFBHA			A partir d'une solution aqueuse
	PDMS/Carboxen	PDMS/DVB	DVB/Carboxen/PDMS	PDMS/Carboxen	PDMS/DVB	DVB/Carboxen/PDMS	
Quantité de réactif sur la fibre (nmol)	156* ± 14	186 ± 13	183 ± 13	25* ± 5	91 ± 14	138* ± 62	426 ± 21
RSD (%) inter-fibre	6.9 % (n=6)						2.6 % (n=3)
Temps d'équilibre	20 min		30 min				15 min

- **Fibre PDMS/DVB** choisie pour la suite de l'étude
- Chargement du PFBHA à partir d'une solution aqueuse
- Bonne conservation du PFBHA une fois chargé sur la fibre (84±4% après 2 jours)

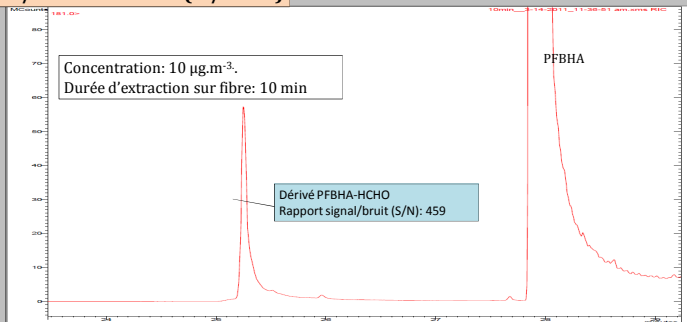


Performances analytiques

Les performances ont été déterminées pour des atmosphères étalon de formaldéhyde

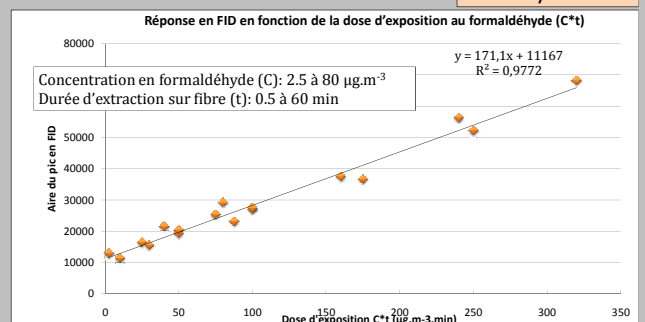
- ❖ Génération du gaz étalon: banc de perméation
- ❖ Prélèvement du gaz étalon dans une ampoule en verre de 330 mL
- ❖ Extraction sur fibre SPME en mode statique dans l'ampoule.

GC/MS - mode SIM (m/z 181)



- Limite de détection (LD) (S/N = 3) : **0.7 µg.m⁻³** pour 1 min d'extraction
- Limite de quantification (LQ) (S/N = 10): **2 µg.m⁻³** pour 1 min d'extraction

GC/FID



- LD : **0.9 µg.m⁻³** (pour 20 min d'extraction)
- LQ : **2.7 µg.m⁻³** (pour 20 min d'extraction)

RSD (%) inter-fibres: **8.5%**

La méthode développée est simple à mettre en œuvre, sans solvant et présente de bonnes performances analytique même pour des temps de prélèvement courts. Elle constitue donc une alternative intéressante aux méthodes normalisées (dérivation à la DNPH (Dinitro Phényl Hydrazine), désorption par solvant, analyse par HPLC/UV). **Applications : analyse de la qualité de l'air intérieur et mesure des émissions des matériaux de construction**