

---

---

**Air intérieur —**

Partie 4:

**Dosage du formaldéhyde — Méthode par  
échantillonnage diffusif**

*Indoor air*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Part 4: Determination of formaldehyde — Diffusive sampling method*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 16000-4:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edb5aac2-4b54-4824-a428-a2f0cf8f362a/iso-16000-4-2011>



## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 16000-4:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edb5aac2-4b54-4824-a428-a2f0cf8B62a/iso-16000-4-2011>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	vi
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	2
4 <b>Réactifs</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	4
6 <b>Échantillonnage</b> .....	4
7 <b>Mode opératoire</b> .....	5
7.1 <b>Désorption et préparation de l'échantillon</b> .....	5
7.2 <b>Étalonnage</b> .....	5
7.3 <b>Analyse par CLHP</b> .....	5
7.4 <b>Détermination de la concentration de l'échantillon</b> .....	7
7.5 <b>Stockage</b> .....	7
7.6 <b>Détermination de l'efficacité de désorption</b> .....	7
8 <b>Calculs</b> .....	7
8.1 <b>Masse de DNPH-formaldéhyde sur le filtre</b> .....	7
8.2 <b>Concentration du formaldéhyde dans l'air</b> .....	7
9 <b>Fidélité et incertitude de la méthode</b> .....	8
10 <b>Assurance qualité/contrôle qualité</b> .....	8
11 <b>Rapport d'essai</b> .....	9
<b>Annexe A (informative) Conceptions types d'échantillonneurs par diffusion</b> .....	10
<b>Bibliographie</b> .....	12

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 16000-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 6, *Air intérieur*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 16000-4:2004), qui a fait l'objet d'une révision technique, en particulier en 7.2.

L'ISO 16000 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Air intérieur*:

- *Partie 1: Aspects généraux de la stratégie d'échantillonnage*
- *Partie 2: Stratégie d'échantillonnage du formaldéhyde*
- *Partie 3: Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés dans l'air intérieur et dans l'air des chambres d'essai — Méthode par échantillonnage actif*
- *Partie 4: Dosage du formaldéhyde — Méthode par échantillonnage diffusif*
- *Partie 5: Stratégie d'échantillonnage pour les composés organiques volatils (COV)*
- *Partie 6: Dosage des composés organiques volatils dans l'air intérieur des locaux et chambres d'essai par échantillonnage actif sur le sorbant Tenax TA<sup>®</sup>, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse utilisant MS ou MS-FID*
- *Partie 7: Stratégie d'échantillonnage pour la détermination des concentrations en fibres d'amiante en suspension dans l'air*
- *Partie 8: Détermination des âges moyens locaux de l'air dans des bâtiments pour caractériser les conditions de ventilation*
- *Partie 9: Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement — Méthode de la chambre d'essai d'émission*

- *Partie 10: Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement — Méthode de la cellule d'essai d'émission*
- *Partie 11: Dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement — Échantillonnage, conservation des échantillons et préparation d'échantillons pour essai*
- *Partie 12: Stratégie d'échantillonnage des polychlorobiphényles (PCB), des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD), des polychlorodibenzofuranes (PCDF) et des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)*
- *Partie 13: Dosage des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) — Collecte sur des filtres adsorbants*
- *Partie 14: Dosage des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) — Extraction, purification et analyse par chromatographie en phase gazeuse haute résolution et spectrométrie de masse*
- *Partie 15: Stratégie d'échantillonnage du dioxyde d'azote (NO<sub>2</sub>)*
- *Partie 16: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage par filtration*
- *Partie 17: Détection et dénombrement des moisissures — Méthode par culture*
- *Partie 18: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage par impaction*
- *Partie 19: Stratégie d'échantillonnage des moisissures*
- *Partie 23: Essai de performance pour l'évaluation de la réduction des concentrations en formaldéhyde par des matériaux de construction sortifs*
- *Partie 24: Essai de performance pour l'évaluation de la réduction des concentrations en composés organiques volatils (sauf formaldéhyde) par des matériaux de construction sortifs*
- *Partie 25: Dosage de l'émission de composés organiques semi-volatils des produits de construction — Méthode de la micro-chambre*
- *Partie 26: Stratégie d'échantillonnage du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>)*
- *Partie 28: Détermination des émissions d'odeurs des produits de construction au moyen de chambres d'essai*

Les parties suivantes sont en cours d'élaboration:

- *Partie 21: Détection et dénombrement des moisissures — Échantillonnage à partir de matériaux*
- *Partie 27: Détermination de la poussière fibreuse déposée sur les surfaces par microscopie électronique à balayage (MEB) (méthode directe)*
- *Partie 29: Méthodes d'essai pour détecteurs de composés organiques volatils (COV)*
- *Partie 30: Essai sensoriel de l'air intérieur*
- *Partie 31: Mesurage des ignifugeants basés sur des composés organophosphorés — Ester d'acide phosphorique*
- *Partie 32: Investigation de polluants et autres facteurs nocifs dans les constructions — Inspections*

## Introduction

Le formaldéhyde ayant un potentiel de toxicité élevé, son dosage présente par conséquent un intérêt en tant que polluant de l'air intérieur. Le formaldéhyde est un irritant susceptible de provoquer des réactions allergiques et d'autres problèmes de santé.

Le formaldéhyde est le composé carbonylé le plus simple, avec un atome de carbone, un atome d'oxygène et deux atomes d'hydrogène. Sous sa forme monomoléculaire, c'est un gaz réactif incolore et âcre. Il a été utilisé dans la production de résines, d'adhésifs et de mousses isolantes d'urée formaldéhyde. Les émissions des panneaux de particules (copeaux) et des isolations murales sont les principales sources de formaldéhyde dans l'air intérieur.

La présente partie de l'ISO 16000 est destinée à être utilisée pour caractériser l'air intérieur selon la stratégie d'échantillonnage du formaldéhyde spécifiée dans l'ISO 16000-2. L'ISO 16000-1 décrit des exigences générales relatives au mesurage des polluants de l'air intérieur et les conditions qu'il est important de respecter avant ou pendant l'échantillonnage de polluants ou de groupes de polluants.

Une méthode par échantillonnage actif du formaldéhyde (méthode de référence) est spécifiée dans l'ISO 16000-3.

Les détails du dosage (échantillonnage et analyse) ainsi que la stratégie d'échantillonnage des polluants spécifiques ou des groupes de polluants sont spécifiés dans les autres parties de l'ISO 16000.

L'ISO 16017<sup>[6][7]</sup> et l'ISO 12219<sup>[1]-[5]</sup> portent également sur les mesurages relatifs aux composés organiques volatils (COV).

[ISO 16000-4:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edb5aac2-4b54-4824-a428-a2f0cf8362a/iso-16000-4-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/edb5aac2-4b54-4824-a428-a2f0cf8362a/iso-16000-4-2011>

## Air intérieur —

### Partie 4:

## Dosage du formaldéhyde — Méthode par échantillonnage diffusif

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 16000 connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 16000 n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16000 spécifie un dosage du formaldéhyde dans l'air intérieur au moyen d'un échantillonneur par diffusion avec désorption de solvant et chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP).

La méthode d'essai s'applique au mesurage du formaldéhyde<sup>1)</sup> dans l'air intérieur dans une gamme comprise entre 0,001 mg/m<sup>3</sup> et 1,0 mg/m<sup>3</sup> pour une période d'échantillonnage comprise entre 24 h et 72 h. Pour des périodes d'échantillonnage de 24 h, la gamme de concentration applicable est comprise entre 0,003 mg/m<sup>3</sup> et 1 mg/m<sup>3</sup>, et pour des périodes de 72 h, elle est comprise entre 0,001 mg/m<sup>3</sup> et 0,33 mg/m<sup>3</sup>.

NOTE Des échantillonneurs validés en termes de sensibilité et de fidélité de mesurage peuvent être utilisés pour l'échantillonnage à court terme (moins de 24 h).

La méthode convient à des mesurages réalisés dans des atmosphères ayant une humidité relative dans l'air intérieur normale et pour la surveillance à des vitesses d'air de l'ordre de 0,02 m/s. L'étape de chromatographie prévue dans la méthode est destinée à permettre l'élimination des interférences potentielles, notamment celles dues à la présence d'autres composés carbonylés. La méthode d'échantillonnage fournit un résultat moyen pondéré dans le temps.

NOTE Il existe plusieurs échantillonneurs par diffusion de conceptions et de formes différentes disponibles dans le commerce. Ils reposent tous sur la réaction de la 2,4-dinitrophénylhydrazine avec le formaldéhyde. Ils ne sont pas spécifiquement décrits dans la présente partie de l'ISO 16000 pour éviter toute impression que l'ISO favorise un modèle plutôt qu'un autre.

### 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 16000-2, *Air intérieur — Partie 2: Stratégie d'échantillonnage du formaldéhyde*

ISO 16000-3:2011, *Air intérieur — Partie 3: Dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés dans l'air intérieur et dans l'air des chambres d'essai — Méthode par échantillonnage actif*

1) Plutôt que la nomenclature systématique de l'IUPAC, la présente partie de l'ISO 16000 utilise les noms traditionnels, par exemple «formaldéhyde» est utilisé au lieu de «méthanal».

ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

EN 13528-2, *Qualité de l'air — Échantillonneurs par diffusion pour la détermination des concentrations des gaz et des vapeurs — Exigences et méthodes d'essai — Partie 2: Exigences spécifiques et méthodes d'essai*

### 3 Principe

L'échantillonneur par diffusion est exposé à l'air pendant une durée définie. Le taux d'échantillonnage dépend du coefficient de diffusion du formaldéhyde et est proportionnel à l'aire de la section transversale d'ouverture de l'échantillonneur et inversement proportionnel à la longueur de sa zone de diffusion. Ce taux est appelé débit d'échantillonnage par diffusion de l'échantillonneur et est déterminé par étalonnage préalable en atmosphère normalisée. La vapeur de formaldéhyde migre à l'intérieur de l'échantillonneur par diffusion et est recueillie sur une bande de papier de cellulose, chargée de gel de silice imprégnée de 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH) et d'acide phosphorique. Un hydrazone stable se forme, qui peut être désorbé par l'acétonitrile; la solution peut ensuite être analysée au moyen d'un chromatographe en phase liquide à haute performance (CLHP) équipé d'un détecteur d'absorbance dans l'ultraviolet (UV). L'échantillonneur par diffusion peut également être utilisé pour l'échantillonnage individuel, auquel cas il est fixé aux vêtements de la personne faisant l'objet d'une surveillance.

### 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des produits chimiques de qualité reconnue.

**4.1 2,4-Dinitrophénylhydrazine**, recristallisée au moins deux fois à l'aide d'acétonitrile de qualité UV (4.2) avant utilisation.

**4.2 Acétonitrile**, de qualité UV-CLHP (il convient de soumettre à essai chaque lot de solvant avant utilisation).

**4.3 Acide chlorhydrique concentré**, 36,5 % à 38 % (fraction massique),  $\rho = 1,19$  kg/l.

**4.4 Azote**, très pur (meilleure origine).

**4.5 Eau**, de qualité CLHP.

**4.6 Formaldéhyde**, solution à 37 % (fraction massique).

**4.7 Éthanol**, à 95 % (fraction massique).

**4.8 Méthanol**, de qualité CLHP.

**4.9 Acide phosphorique**, à 85 % (fraction massique).

**4.10 Glycérine**, à 20 % (fraction volumique).

**4.11 Formaldéhyde dinitrophényl hydrazone (DNPH-formaldéhyde)**.

**AVERTISSEMENT — La 2,4-dinitrophénylhydrazine est explosive lorsqu'elle est à l'état sec. Manipuler ce produit en prenant d'extrêmes précautions. Elle est également toxique (chez le rat,  $LD_{50} = 654$  mg/kg). Certains essais ont démontré qu'elle était mutagène et elle est irritante pour la peau et les yeux.**

Peser 2 g de 2,4-dinitrophénylhydrazine (4.1) et les verser dans une fiole de 500 ml. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (HCl) (4.3) en agitant. Dissoudre le précipité jaune formé dans 200 ml d'éthanol (4.7). Filtrer la solution afin d'éliminer le chlorhydrate d'hydrazine (DNPH,HCl) non dissous. Ajouter 0,8 ml de formaldéhyde à la solution filtrée. Recueillir le précipité jaunâtre formé constitué de DNPH-formaldéhyde par filtration et rincer avec 5 ml d'éthanol froid. Recrystalliser deux fois le précipité à partir d'éthanol chaud et laisser sécher à l'air. Vérifier la pureté du dérivé DNPH-formaldéhyde par détermination du point de fusion (166 °C) ou au moyen d'une analyse CLHP (pureté >99 % en fraction massique). Si le taux d'impureté n'est pas acceptable, recrystalliser le dérivé dans de l'éthanol. Vérifier de nouveau la pureté et recrystalliser si nécessaire jusqu'à atteindre un niveau de pureté acceptable (par exemple 99 % en fraction massique). Il convient de conserver le dérivé DNPH-formaldéhyde au frais (4 °C) et à l'abri de la lumière. Il convient qu'il reste stable pendant au moins six mois.

NOTE Le stockage sous azote ou argon permet de prolonger la durée de vie du dérivé. Les dérivés DNPH de formaldéhyde prévus pour être utilisés comme étalons sont disponibles dans le commerce à la fois sous la forme de cristaux purs et sous la forme de solutions mères individuelles ou mélangées dans de l'acétonitrile.

**4.12 Étalons de DNPH-formaldéhyde.** Peser précisément et verser dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml environ 10 mg de dérivé DNPH-formaldéhyde (4.11), puis compléter au volume avec de l'acétonitrile (4.2). Agiter la fiole jusqu'à dissolution des cristaux. Préparer au moins cinq étalons dans la gamme comprise entre 1 µg/ml et 140 µg/ml (ce qui équivaut à une quantité de formaldéhyde comprise entre 0,14 µg/ml et 20 µg/ml) par dilution d'aliquotes de solution de DNPH-formaldéhyde dans l'acétonitrile.

Conserver toutes les solutions étalons dans des récipients bien fermés, au réfrigérateur et à l'abri de la lumière. Les laisser s'équilibrer à température ambiante avant utilisation. Il convient de les remplacer au bout de quatre semaines.

**4.13 Solution d'imprégnation de DNPH.** Peser 900 mg de DNPH,HCl ayant été recrystallisé deux fois à partir d'HCl ( $c = 4 \text{ mol/l}$ ) dans une fiole. Ajouter 17 ml d'acide phosphorique concentré (4.9), de glycérine dans de l'éthanol (4.10) et 180 ml d'acétonitrile (4.2).

**4.14 Filtre de gel de silice imprégné.** Le filtre non imprégné, un papier de cellulose chargé de gel de silice, est disponible dans le commerce sous la forme de rouleaux dans lesquels il est possible de découper la taille souhaitée. La taille du filtre de gel de silice imprégné dépend du type de construction de l'échantillonneur par diffusion. Par exemple pour un échantillonneur nécessitant un filtre de 20 mm × 45 mm, ajouter au filtre 0,5 ml de solution d'imprégnation de DNPH (4.13) goutte à goutte à l'aide d'une pipette. Pour sécher les filtres imprégnés, les placer dans une étuve sur une surface en verre, à 85 °C pendant 15 min. Pour d'autres tailles de filtre, ajuster le volume de solution d'imprégnation en conséquence. Installer le filtre imprégné dans l'échantillonneur par diffusion (5.1). Un filtre imprégné supplémentaire est enfermé dans une grille métallique; il sert à absorber tout formaldéhyde présent dans l'air à l'intérieur du récipient de stockage de l'échantillonneur par diffusion (voir Article 6). Les filtres de gel de silice imprégnés sont reconnus stables pendant au moins six mois lorsqu'ils sont conservés à 4 °C à l'abri de la lumière.

Il convient que les blancs de filtres imprégnés, préparés et conservés conformément à la présente partie de l'ISO 16000, contiennent moins de 0,7 µg de DNPH-formaldéhyde pour un filtre de dimension 20 mm × 20 mm (ce qui équivaut à 0,1 µg de formaldéhyde).

NOTE La présente partie de l'ISO 16000 indique à l'utilisateur le mode de préparation d'un filtre imprégné prévu pour être utilisé dans un échantillonneur, mais les échantillonneurs disponibles dans le commerce qui contiennent un filtre déjà préparé présentent l'avantage d'avoir une fabrication plus uniforme et des niveaux de blanc potentiellement moindres. Pour la conception des échantillonneurs commercialisés, voir l'Annexe A et la Bibliographie.

## 5 Appareillage

Appareillage de laboratoire habituel et éléments suivants.

**5.1 Échantillonneur par diffusion.** Les appareils disponibles dans le commerce ou fabriqués en laboratoire peuvent être utilisés dans la mesure où ils sont conformes aux exigences de performance (pour la conception de l'échantillonneur, voir Figure A.1). Le débit d'échantillonnage par diffusion doit être indépendant de la concentration dans l'air qui est comprise entre 0,001 mg/m<sup>3</sup> et 0,33 mg/m<sup>3</sup> pendant 72 h et entre 0,003 mg/m<sup>3</sup> et 1,0 mg/m<sup>3</sup> pendant 24 h. L'humidité ne doit avoir aucun effet sur le débit d'échantillonnage jusqu'à 80 % d'humidité relative (HR) et le débit d'échantillonnage ne doit pas être significativement influencé par des vitesses de l'air ambiant de l'ordre de 0,02 m/s. Il peut s'avérer nécessaire d'utiliser un socle ou une attache pour positionner l'échantillonneur pendant son fonctionnement. Lorsqu'il n'est pas utilisé, conserver l'échantillonneur dans un récipient de protection hermétique doté d'un filtre imprégné protecteur (enfermé dans une grille métallique). Conserver le récipient au réfrigérateur (voir 7.5).

Pour cet échantillonneur, le filtre imprégné est placé en dessous d'une surface en plastique percée de plusieurs trous. Pour ouvrir l'échantillonneur, faire coulisser le couvercle du système de manière à exposer les trous à l'air; pour le fermer, remettre le couvercle en place.

Un appareil disponible dans le commerce ou fabriqué en laboratoire peut être utilisé pour des périodes inférieures à 24 h dans la mesure où il est conforme aux exigences de performance.

D'autres conceptions d'échantillonneurs sont présentées aux Figures A.2 et A.3. Le moniteur de l'échantillonneur par diffusion doit posséder une ouverture et avoir une longueur appropriée de la zone de diffusion.

### iTeh STANDARD PREVIEW

**NOTE** Des lignes directrices concernant la conception et les modes opératoires d'essai de performance d'un échantillonneur par diffusion sont données dans l'EN 13528-2. Ces essais requièrent des atmosphères normalisées pour permettre de déterminer le débit d'échantillonnage par diffusion de l'échantillonneur dans différentes conditions de température, d'humidité, de vitesse d'air, de temps d'exposition et de concentration de gaz correspondant à l'usage de l'échantillonneur prévu. Des exemples d'études des performances d'un échantillonneur par diffusion pour le mesurage du formaldéhyde dans l'air sont donnés dans la Bibliographie.

**5.2 Chromatographe en phase liquide à haute performance (CLHP),** comportant une ou deux pompes à solvant, une ou plusieurs cuve(s) à solvant, un mélangeur de solvant, une colonne à phase inversée, un four de colonne, un régulateur de pompe et un système de traitement des données.

La colonne doit être reliée à un détecteur UV pouvant mesurer une absorbance à une longueur d'onde de 360 nm.

Il convient que l'appareil et le mode opératoire permettent de détecter une concentration de DNPH-formaldéhyde égale à 0,21 µg/ml (ce qui équivaut à 0,03 µg/ml de formaldéhyde).

## 6 Échantillonnage

Juste avant de procéder à l'échantillonnage, extraire l'échantillonneur par diffusion (5.1) de son enveloppe protectrice ou tout autre récipient hermétique approprié. Pour le mesurage sur site, l'échantillonneur doit être installé conformément aux instructions données dans l'ISO 16000-2, à savoir à une distance d'au moins 1 m des murs de la pièce et à une hauteur de 1,5 m au-dessus du sol. Il convient d'éviter les zones de la pièce dans lesquelles existe une forte ventilation locale, comme les zones se trouvant à proximité des fenêtres et des portes, ainsi que les zones proches de sources connues de formaldéhyde, comme les panneaux de particules non revêtus, à moins que ces zones présentent un intérêt particulier dans le cadre de l'étude. Lorsque l'échantillonneur est utilisé pour l'échantillonnage individuel, il convient de l'installer sur le revers ou toute autre partie dégagée du vêtement des sujets, à proximité de la zone respiratoire. Une fois l'échantillonneur en place, commencer l'échantillonnage en ouvrant le couvercle de l'échantillonneur. Consigner l'heure et la date d'ouverture de l'échantillonneur.

À l'issue de la période d'exposition, fermer l'échantillonneur. Lorsqu'il n'est pas utilisé, conserver l'échantillonneur dans un récipient de protection hermétique doté d'un filtre imprégné (identique à celui décrit en 4.14) pouvant, pour faciliter la manipulation, être enfermé dans une grille métallique. Consigner l'heure et la date de fermeture de l'échantillonneur.

Préparer des blancs à l'aide d'échantillonneurs identiques à ceux utilisés pour l'échantillonnage et effectuer les mêmes manipulations que pour les échantillonneurs exposés, à la seule différence qu'ils ne doivent être soumis à aucune exposition. Sinon, la conception de l'échantillonneur peut prévoir une partie non exposée du filtre imprégné pouvant faire office de blanc. Envoyer les blancs et les échantillonneurs exposés au laboratoire pour les analyser.

NOTE Lors d'échantillonnages actifs d'air ambiant dans des conditions atmosphériques particulières, il a été remarqué que l'ozone, en réaction avec le DNPH et le DNPH-formaldéhyde, pouvait entraîner des interférences négatives. Aucune interférence de ce type n'a été observée avec l'échantillonneur par diffusion. De plus amples informations concernant ces éventuelles interférences sont décrites dans l'ISO 16000-3.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Désorption et préparation de l'échantillon

Effectuer la désorption du DNPH-formaldéhyde à partir du filtre imprégné dans une atmosphère propre. À l'aide de pinces, extraire le filtre imprégné de l'échantillonneur. Si l'échantillonneur comprend un filtre imprégné intégral qui sert de blanc, le séparer de la zone exposée du filtre en le découpant. Par exemple, pour un filtre mesurant 20 mm × 45 mm, découper deux parties, une partie pour l'échantillon et une partie pour le blanc, et placer chaque partie de filtre dans un flacon en verre de 4 ml. Pour réaliser la désorption, introduire à la pipette 3 ml d'acétonitrile dans chaque flacon puis agiter pendant 1 min. Retirer le filtre imprégné du flacon puis sceller le flacon avant l'analyse par CLHP. Il peut être nécessaire de filtrer l'extrait avant de procéder à l'analyse. Pour les filtres de dimensions différentes, le mode opératoire de désorption peut être différent, mais une efficacité >95 % doit être démontrée pour la désorption du DNPH-formaldéhyde. Conserver la solution de DNPH-formaldéhyde au réfrigérateur (4 °C). Il convient d'effectuer l'analyse dans les trois jours.

### 7.2 Étalonnage

Analyser chaque étalon (4.12) en injectant un volume connu de chaque solution (par exemple 10 µl) dans le chromatographe (5.2). Pour éviter les effets différés, commencer avec la concentration la plus faible. La technique d'injection utilisée doit permettre d'obtenir des hauteurs ou des surfaces de pic de CLHP reproductibles. Tracer une courbe d'étalonnage en inscrivant les valeurs maximales de réponse par rapport à la concentration en analyte, en microgrammes par millilitre. La fréquence d'étalonnage normale est d'un mois. La validité de l'étalonnage peut être vérifiée entre deux étalonnages en analysant des points de contrôle.

### 7.3 Analyse par CLHP

Monter le système CLHP et réaliser l'étalonnage comme spécifié en 7.2. Les paramètres de fonctionnement types sont donnés dans ce qui suit.

Il a été démontré qu'une colonne octadécylsilane (100 mm × 5 mm de diamètre intérieur, particules de 10 µm) avec une phase mobile composée d'un mélange à 70 % (fraction volumique) de méthanol + 30 % (fraction volumique) d'eau permet d'obtenir une résolution suffisante pour le DNPH-formaldéhyde et les éventuels composés interférents. Il est possible d'utiliser un programme en élution isocratique ou en mode de gradient d'élution.

Sinon, une phase mobile isocratique à 60 % (fraction volumique) d'acétonitrile + 40 % (fraction volumique) d'eau telle que décrite dans l'ISO 16000-3 s'est révélée appropriée. Les paramètres sont les suivants.

- Colonne: C<sub>18</sub> à polarité de phase inversée.
- Phase mobile: 60 % (fraction volumique) d'acétonitrile + 40 % (fraction volumique) d'eau.