

Gehalt von freiem Formaldehyd in Chemikalien nach HPLC

Analysenvorschrift des Verbandes TEGEWA e. V.

Prinzip

Quantitative Bestimmung von freiem Formaldehyd (FD) in div. Chemikalien mittels einer Methode mit externem Standard.

Reagenzien

- | | | |
|---|-----------------------------------|--------------------------|
| - Wasser | Milli-Q Water System | |
| - Acetonitril | HPLC Grade, Merck | |
| - Ammoniumacetat | p.A. Merck | |
| - Sep-Pak DNPH-Silica Cartridges Plus-Short Body (360 mg) | Waters AG (Part No. WAT037500) | (DNPH-Silica Cartridges) |
| - Formaldehyd 2.4-dinitrophenyl-hydrazon | (QC-Nr.: 21097) | |

Standardlösung

45-55 mg FORMALDEHYD 2.4-DINITROPHENYL-HYDRAZON

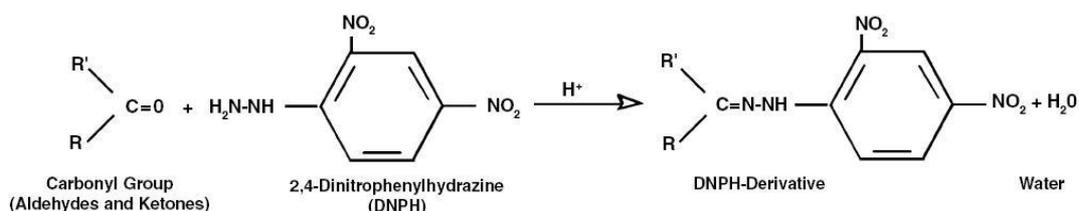
werden in 50.0 ml ACETONITRIL gelöst. Diese Lösung wird 1:10, 1:100, und 1:1000 mit ACETONITRIL verdünnt. Davon werden 2 µl eingespritzt.

Probenvorbereitung

20 ml ACETONITRIL werden in einen 50 ml Messkolben vorgelegt. Unter Rühren werden 2500 – 3500 mg Probe zugetropft und 2 Stunden gerührt. Danach mit ACETONITRIL auf die 50 ml Marke stellen.

1 ml davon werden auf die Waters DNPH-Silica Cartridges aufgetragen. Die Kartusche wird mit 5 ml ACETONITRIL gespült. Das Derivat wird in einen 10 ml Messkolben aufgefangen und mit ACETONITRIL auf die Marke gestellt.

Davon werden 2 µl eingespritzt.



Experimentelle Bedingungen

Binary Solvent Manager:

Gradient

A: ENTMINERALISIERTES WASSER + 0.05 mol/L AMMONIUMACETAT

B: ACETONITRIL

| Zeit: [min] | A [%] | B [%] | Fluss [ml/min] |
|-------------|-------|-------|----------------|
| 0.0 | 80.0 | 20.0 | 0.30 |
| 2.0 | 80.0 | 20.0 | 0.30 |
| 8.0 | 0 | 100.0 | 0.30 |
| 8.5 | 0 | 100.0 | 0.30 |
| 9.0 | 80.0 | 20.0 | 0.30 |
| 10.0 | 80.0 | 20.0 | 0.35 |

Column Manager:

Säule: Acquity UPLC BEH C18
 Korngrösse: 1.7 µm
 Länge: 50 mm ID: 2.1 mm
 Innendurchmesser: ID: 2.1 mm
 Lieferant: Waters
 Temperatur: 30 °C

Sample Manager:

Methode: Partial loop with needle overfill
 Weak wash: 600 µl ACETONITRIL
 Strong wash: 200 µl ACETONITRIL

Detektor: (Waters PDA 2996)

Wellenlängenbereich: 210 – 450 nm
 extrahierte Wellenlängen: 360 nm
 Spec Resolution: 4.8
 Sample Rate: 20 pt/sec
 Digital Filter: 0.2

Die Steuerung der Geräte und die Datenauswertung erfolgt mittels Empower.

Auswertung:

Bemerkung

Zur Berechnung des FD-Gehalts muss der FORMALDEHYD 2.4-DINITROPHENYL-HYDRAZON Gehalt umgerechnet werden. (Molmassenfaktor = 0.1428)

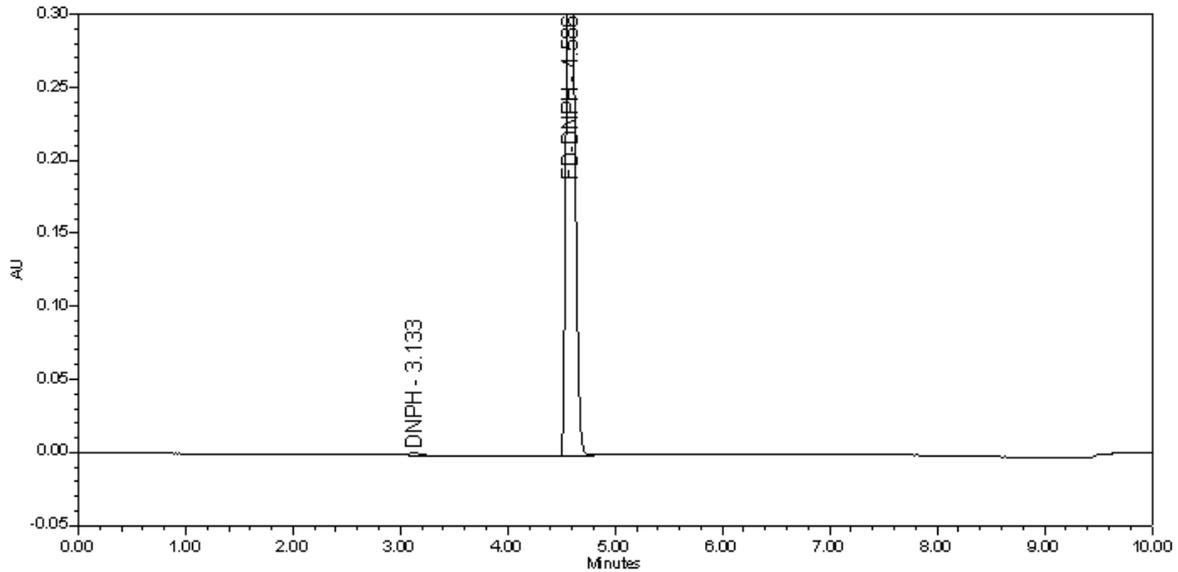
FD-Gehalt = FORMALDEHYD 2.4-DINITROPHENYL-HYDRAZON-Gehalt * Molmassenfaktor

Wichtig:

Im der Probe muss ein Überschuss DNPH vorhanden sein. (Peak bei 3.1 Minuten)

Retentionszeiten und Chromatogramme:

Standard:



RT 3.1 min DNPH

RT 4.6 min FORMALDEHYD 2.4-DINITROPHENYL-HYDRAZON

Probe:

