

FORMALDEHYD



Formaldehyd wird zur Desinfektion von industriell gefertigten Produkten eingesetzt. Seine gesundheitsschädigende Wirkung und potentielle Kanzerogenität führten jedoch dazu, dass heute häufig Formaldehyd-Donatoren zur mikrobiologischen Langzeitstabilisierung eingesetzt werden, welche mit Formaldehyd im hydrolytischen Gleichgewicht stehen. Die Konzentration an freiem Formaldehyd wird somit möglichst gering gehalten.

Die quantitative Bestimmung des freien Formaldehyds ist sehr problematisch. Erstens besitzt Formaldehyd sehr schlechte Detektionseigenschaften und erfordert deshalb eine Derivatisierung, um die gewünschte Empfindlichkeit zu erreichen. Zweitens kann das hydrolytische Gleichgewicht zwischen Donator und freiem Formaldehyd sehr schnell verändert werden, was die Probenvorbereitung

erschwert und/oder die Richtigkeit der Analyseergebnisse beeinträchtigt.

Eine elegante Lösung stellt daher der Derivatisierungsschritt **nach** der Trennung an einer HPLC-Säule dar, weil durch die chromatographische Trennung von Donator und freiem Formaldehyd vor der Derivatisierung das Gleichgewicht nicht beeinflusst werden kann.

Um Formaldehyd im Spurenbereich mit Nachsäulenderivatisierung bestimmen zu können, bietet PICKERING das komplette Nachsäulenderivatisierungs-System PINNACLE PCX an. Säule, Eluenten, Reagenzien, etc. müssen vom Anwender selbst gestellt werden.

Methodenbeschreibung

Die Derivatisierung von Formaldehyd erfolgt in einer einstufigen Reaktion mit Acetylaceton (2,4-Pentadion) in Anwesenheit eines Ammonium-Salzes zu dem gelben, stark fluoreszierenden 3,5-Diacetyl-1,4-dihydrolutidin-Derivat. Die Detektion kann entweder mit einem UV/VIS- oder Fluoreszenzdetektor erfolgen.

HPLC-Bedingungen und Derivatisierungsparameter

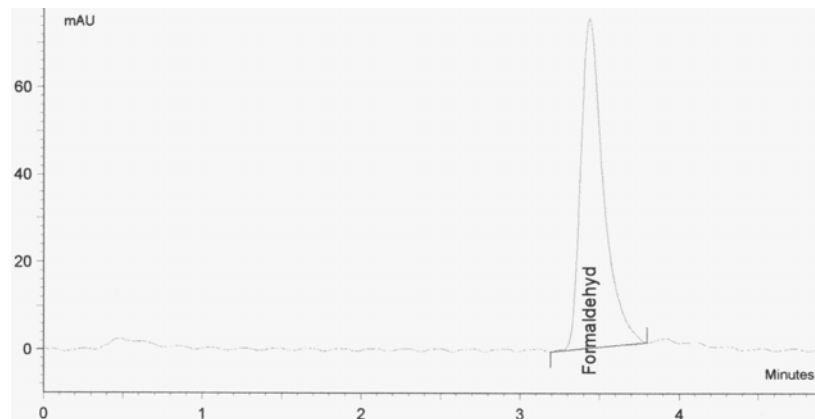
HPLC	
Betriebsmodus	Isokratisch
Eluent	Acetonitril:Wasser (85:15)
Entgasung	Helium- oder Vakuum-entgast
HPLC-Säule	Diol, 5µm, 4.6 x 250mm
Säulenofen	40 °C
Flussrate	0.5 mL/min
Nachsäulenderivatisierung	
Pinnacle PCX	Einstufig
Reaktorvolumen	0.5mL
Reaktortemperatur	100 °C
Reagenz	0.81 M Ammonimnacetat / 0.12 M Galicial acetic Säure (pH=5)/ 0.05 M 2,4-Pentanedione mit Wasser
Reagenzfluss	0,4 mL/min
Detektion	
Messart	Fluoreszenz-Detektion
Anregungswellenlänge	412 nm
Emissionswellenlänge	510 nm
Zelle	Analytisch; druckstabil bis 7 bar

APPLIKATIONSNOTE

Chromatogramm

Chromatogramm einer Shampoo-Probe

Probe dotiert mit 0,05% Formaldehyd. Bestimmung nach K 84.00-7(EG)



Literatur

- 1) J. Meister, H. Engelhardt, *LaborPraxis* **1995**, 7, 28 – 31.
- 2) Amtliche Sammlung §64 LFGB, K 84.00-7(EG), September **1991**.

Bestellinformation

Bestellnummer	Beschreibung
1153-1022	PINNACLE PCX - Einstufig; 500 µL-Reaktor