

# Messverfahren zur Bestimmung von freiem Formaldehyd in wassergemischten Kühlschmierstoffen

## Inhouse-Verfahren

Bei der Methode handelt es sich um ein Inhouse-Verfahren, das keinen Rückschluss auf den Formaldehydgehalt in der Kühlschmierstoffemulsion zulässt, es wird ausschließlich freier Formaldehyd bestimmt.

### Geräte

- 100-ml-Schliffenmeyerkolben mit Gaseinleitungsaufsatz (ohne Fritte)
- 100-ml-Frittenwaschflasche
- Pumpe (Volumenstrom 120 l/h)
- UV-VIS-Fotometer

### Chemikalien

- Vollentsalztes Wasser
- Quecksilber(II)chlorid ( $\text{HgCl}_2$ ) zur Analyse
- Natriumchlorid ( $\text{NaCl}$ ) zur Analyse
- Natriumsulfit ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) zur Analyse
- Pararosanilin Hydrochlorid, zur Analyse
- Salzsäure (rauchend)  $\text{HCl}$ , zur Analyse

### Lösungen

- Lösung 1:  
13,6 g (0,05 mol) Quecksilber(II)chlorid und 5,8 g (0,1 mol) Natriumchlorid werden eingewogen und in einen 1000-ml-Messkolben überführt. Nach Zugabe von ultrareinem Wasser wird unter Schütteln gelöst und mit ultrareinem Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Diese Lösung ist mindestens vier Wochen haltbar.
- Lösung 2:  
Zu 50 ml der Lösung 1 werden 50 mg Natriumsulfit gegeben und unter Schütteln gelöst. Diese Lösung muss vor der Analyse stets frisch angesetzt werden.
- Lösung 3:  
160 mg Pararosanilin werden in einen 100-ml-Messkolben gegeben, in 24 ml rauchender Salzsäure gelöst und vorsichtig mit ultrareinem Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Bei Aufbewahrung im Kühlschrank ist diese Lösung etwa drei Wochen haltbar.

## Durchführung der Messung

Zur Bestimmung des freien Formaldehyds werden 5 ml Kühlschmierstoffemulsion in einen 100-ml-Schliffenmeyerkolben gegeben (siehe Abbildung). Der Kolben wird mit dem Gaseinleitungsaufsatz verschlossen. Das Einleitungsrohr sollte ca. 0,5 cm oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche enden. Es darf nicht in die Emulsion eintauchen. Anschließend wird mit einer Pumpe (Volumenstrom 120 l/min) für zehn Minuten Luft durchgesaugt. Die Luft wird in eine mit 20 ml Wasser gefüllte Frittenwaschflasche geleitet, wobei sich der freie Formaldehyd in Wasser löst.

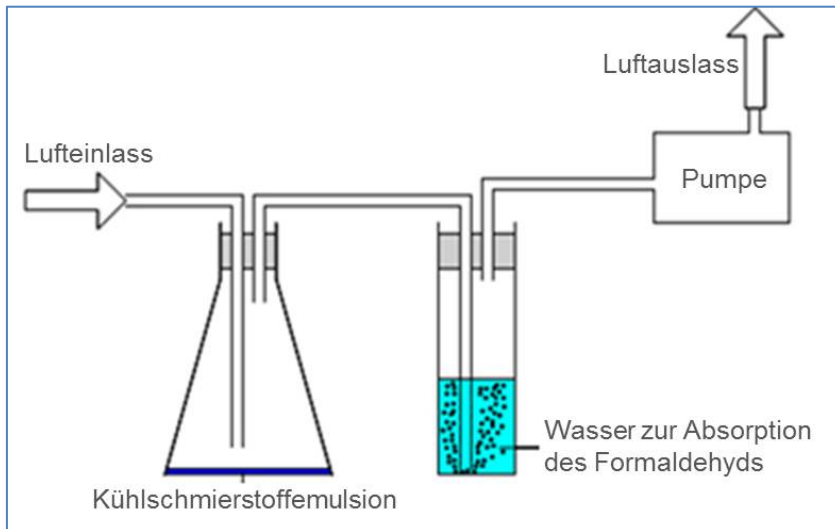


Abbildung: Schematischer Aufbau der Formaldehydbestimmung

## Analytische Bestimmung

Die wässrige Lösung aus der Frittenwaschflasche wird mit jeweils 2 ml der Lösungen 2 und 3 versetzt und 90 Minuten bei Raumtemperatur stehen gelassen. Die Extinktion wird bei 580 nm in einer 2 cm Küvette bestimmt.

Tabelle: Verfahrenskenndaten für die analytische Bestimmung

Verfahrenskenndaten	
Messwellenlänge	580 nm
Schichtdicke	2 cm
Bestimmungsgrenze	20 mg/kg (20 ppm)
Überföhrungsrate	> 95 %
Präzision	v = 1,4 % (c = 20 mg/kg) Variationskoeffizient bei N = 10 Bestimmungen

**Furfurylalkohol und Hexamethylentetramin verursachen deutlich messbare Störungen, während Störungen durch Aceton oder Acetaldehyd von untergeordneter Bedeutung sind.**