

Formaldehid mennyiségi koloriméteres meghatározása rezorcinnal lúgos közegben*

KORPÁCZY ISTVÁN

Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest.
Érkezett: 1957. április 24.

Előző cikkemben (1) módszert közöltem csekély mennyiségű formaldehid koloriméteres meghatározására rezorcinnal, illetve pirogallollal tömény kénsavas közegben képezett színes kondenzációs vegyületei fényelnyelésének mérése alapján. Bár e két módszert kényelmesnek neveztem, mégis eléggé kényelmetlennek bizonyult a tömény kénsavval manipulálás, ezért megpróbáltam a reakciót lúgos közegben lefolytatni. Az irodalomban egyedül *Lebbin* cikkét találtam (2), aki azt közölte, hogy 50 százalékos nátronlúgos közegben rezorcin és formaldehid hevítésekor piros szín áll elő. Ez adat alapján elkezdtem különböző lúgos közegek alkalmazásával kísérletezni. E kísérletek során azt a meglepő tapasztalatot tettem, hogy sem fenollal, sem pirogallollal lúgos közegben nem megy végbe a színreakció, egyedül a rezorcin az, amelyik lúgos közegben is ad színes kondenzációs terméket formaldehiddel, a kondenzációs termék a közegben könnyen oldható és az oldat fényelnyelése fotométerben mérhető. Ez az észlelet alkalmas arra, hogy ennek révén is különbséget tudjunk tenni egyrészt rezorcin, másrészt fenol vagy pirogallol között.

A szokásos lúgok közül kísérleteket folytattam káliumhidroxid, káliumkarbonát, e kettő keveréke, ammóniumhidroxid, nátriumsulfid különböző töménységű oldataival, azonban e lúgok egyikének használata sem bizonyult elegendően érzékeny színreakció előidézésére alkalmasnak, ezért ezeket a kísérleteket itt nem is tárgyalom bővebben. Kedvező eredményt értem azonban el etanolamin, beta-oxietilamin, $\text{CH}_2 \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{CH}_2\text{OH}$ alkalmazásával. E közegben a formaldehid koncentrációjától függően rózsaszíntől málnapiros színig terjedő reakció áll elő zöldes fluoreszcencia kíséretében, a vakpróba pedig gyönyörű, a híg eozinoldatokra emlékeztető színt és fluoreszkálást mutat. A szín fényelnyelésének mérése az S 53 színszűrő alkalmas. Kalibrációs görbét készíteni szükséges, amennyiben nem egyenest, hanem valódi görbét kapunk, ily módon az extinkciós viszonyszámot nem alkalmazhatjuk. Ha azonban a vizsgálandó oldatot olyan mértékben hígítjuk, hogy a meghatározásra bemért 0,5 ml oldatban 150 mikrogrammtól 1500 mikrogrammig terjedjen a formaldehid mennyisége, akkor

*Részlet a „Formaldehid koloriméteres meghatározása egyes fenolhomológokkal képezett kondenzációs vegyületei segítségével” című kandidátusi disszertációból. Budapest, 1956. (Szerk.)

gyakorlati célokból végzett mérések számára használhatjuk az extinkciós viszonzszámot, amelynek nagysága e határok között 0,0020—0,0024 mg-nak felel meg, mert csak 1500 mikrogramm felett tér el a kalibrációs görbe az egyenestől. A kalibrációs görbét viszont 3700 mikrogramm formaldehid mennyiségig használhatjuk. A meghatározások átlagos pontossága $\pm 5\%$.

Legmegfelelőbbnek bizonyult az 1 : 1 térfogatarányban desztillált vízzel elegyített etanolamin használata. Ekkor a meghatározás kivitele a következőképpen alakul: 10,0 ml-nél jelzett kémcsőbe bemérünk 20 mg rezorcint tartalmazó 0,5 ml vizes rezorcinoldatot (azaz 4 százalékos rezorcinoldatból 0,5 ml-t), hozzáadunk 9 ml, 1 : 1 térfogatarányban desztillált vízzel hígított etanolamint, gumidugóval lezárjuk, lassú felforgatásokkal elegyítjük, pontosan belemérjük a vizsgálandó formaldehid oldatot legfeljebb 0,5 ml térfogatig (a bemért oldatrészlegben a formaldehid mennyisége 150—3700 mikrogramm közt lehet) és a hígított etanolaminnal jelig feltöltjük. Lassú felforgatásokkal elegyítjük, majd szobahőmérsékleten 24 óráig állni hagyjuk. Ezután extinkcióját Pulfrich f. fotométerben S 53 színszűrő használata mellett a reagens vakpróbával szemben megmérjük és a formaldehid tartalmát a kalibrációs görbéről leolvassuk.

Az etanolaminos közegben végzett rezorcinos formaldehid meghatározási módszer kevésbé érzékeny és kevésbé pontos a kénsavas módszernél, a meghatározás kivitele is lassúbb, amennyiben 24 órai állás után lehet csak az extinkciót megmérni. Azonban előnye, hogy nem kell a maró tömény kénsavval dolgozni, helyette a csak gyengén lúgos hígított etanolamin alkalmazható, gyakorlati meghatározások céljára pedig pontosságát kielégítőnek tekinthetjük.

IRODALOM

- (1) *Korpáczy J.*: Formaldehid mennyiségi koloriméteres meghatározása fenol-homológokkal savas közegben. Élelmiszervizsg. Közl. III. 227, 1957.
- (2) *Lebbin, J.*: Über eine Farbreaktion von Formaldehyd mit Resorcin. Pharmaz. Ztg. 18, 1897.

QUANTITATIVE COLORIMETRIC DETERMINATION OF FORMALDEHYDE IN ALCALINE MEDIUM WITH THE USE OF RESORCINOL

I. Korpáczy

Instead of the corrosive concentrated sulphuric acid it is possible to determine formaldehyde with resorcinol in a diluted solution of ethanolamine (ethanolamine/water = 1 : 1 ν / ν) in the range of 150—3700 micrograms in a maximal volume of 0,5 ml with a punctuality of ± 5 p. h. Resorcinol only gives a colour reaction with formaldehyde in an alcalic medium; nor phenol, nor pyrogallol give any colour reaction in such a case.