



VdL-Richtlinie 03

„VdL-Richtlinie Formaldehydbestimmung“

**Richtlinie zur Bestimmung der Formaldehydkonzentration
in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen und
Polymerdispersionen**

Stand Februar 2018 (1. Revision)

Vorwort

Diese Richtlinie wurde von der Technischen Kommission Bautenanstrichmittel(TKB) des Verbandes der deutschen Lack- und Druckfarbenindustrie e.V. (VdL) erarbeitet. Die vorliegende Richtlinie beschreibt die Vorgehensweise der Bestimmung der freien und Gesamt-Formaldehydkonzentration in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen und Polymerdispersionen.

Die Anwendung dieser VdL-Richtlinie wird auch Nichtmitgliedern des Verbandes der deutschen Lack- und Druckfarbenindustrie empfohlen. Voraussetzung ist eine schriftliche Erklärung an den VdL mit der Verpflichtung zur Einhaltung dieser Richtlinie. Der VdL behält sich die Überprüfung der Angaben und Einhaltung dieser Richtlinie vor. Bei nachgewiesenen Verstößen ist der VdL berechtigt, die Bezugnahme auf die VdL-Richtlinie zu entziehen und irreführende Deklarationen rechtlich zu verfolgen.

Diese Ausgabe ersetzt die Ausgabe vom Mai 1997, welche technisch und redaktionell überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen sind:

- Anpassung der Begriffe an die Definitionen in ISO 4618
- Aktualisierung der Verweise auf technische Regelwerke
- Aktualisierung der technischen Umsetzung

Alle VdL-Richtlinien sind auf der Homepage des VdL veröffentlicht.

Adresse Stand Februar 2018:

<http://www.wirsindfarbe.de/service-publikationen/vdl-richtlinien/>

1. Anwendungsbereich

Die angeführten Methoden beschreiben die quantitative Bestimmung der Konzentration an freiem Formaldehyd und Gesamtformaldehyd in wasserverdünnbaren Beschichtungsstoffen und Polymerdispersionen. Wesentliche Formaldehydquellen sind Konservierungsstoffe.

Die Bestimmungsmethode für freies Formaldehyd ist nur bedingt für pigmentierte Systeme geeignet, da die Eigenfärbung des Materials unter Umständen einen Einfluss auf die fotometrische Quantifizierungsmethode haben kann.

2. Verweisungen auf Technische Regelwerke

DIN EN 717-1:2005-01, „Bestimmung der Formaldehydabgabe – Teil 1: Formaldehydabgabe nach der Prüfkammer-Methode“

VDI-Richtlinie 3484, Blatt 2, Ausgabe November 2001 „Messen von gasförmigen Immissionen; Messen von Innenraumluftverunreinigungen; Bestimmen der Formaldehydkonzentration nach der Acetylaceton-Methode“

DIN EN ISO 12460-3:2016-03, „Holzwerkstoffe - Bestimmung der Formaldehydabgabe - Teil 3: Gasanalyse-Verfahren“

DIN EN ISO 15234:2011-02, „Beschichtungsstoffe - Prüfung von Formaldehyd emittierenden Beschichtungen und Melaminschaumstoffen - Bestimmung der Ausgleichskonzentration an Formaldehyd in einem kleinen Prüfraum,,

DIN EN ISO 4618, „Beschichtungsstoffe – Begriffe“

3. Begriffe, Definitionen und Abkürzungen

3.1. Freie Formaldehydkonzentration

Die Formaldehydkonzentration, die mit der Acetylaceton-Methode bestimmt wird. Sie entspricht der Menge an Formaldehyd in mg bezogen auf 1 kg Beschichtungsstoff bzw. Polymerdispersion, die zum Zeitpunkt der Derivatisierung ungebunden in der Probe zur Verfügung steht.

Anmerkung:

Die Einheit [mg/kg] entspricht der Einheit [ppm]. In diesem Dokument wird einheitlich die Einheit [mg/kg] verwendet.

3.2. Formaldehyddepotstoff

Formaldehydabspaltende Verbindung, die den Formaldehyd über einen längeren Zeitraum abgibt.

3.3. Gebundene Formaldehydkonzentration

Die Formaldehydkonzentration, in [mg/kg], die nach Einstellung des Gleichgewichtes zwischen freiem Formaldehyd und Depotstoff noch an dem Depotstoff gebunden ist und von einem Formaldehyddepotstoff potentiell abgespalten werden kann (Differenz zwischen der Gesamtformaldehydkonzentration und der freien Formaldehydkonzentration).

3.4. Gesamtformaldehydkonzentration

Die Konzentration in [mg/kg] an freiem und gebundenem Formaldehyd in dem Beschichtungsstoff.

3.5. Wasserverdünnter Dispersionsbeschichtungsstoff

Beschichtungsstoff, in dem das organische Bindemittel in Wasser dispergiert ist (DIN EN ISO 4618).

3.6. In-can-Formaldehydkonzentration

Gesamtformaldehydkonzentration, d. h. Summe der freien und gebundenen Formaldehydkonzentrationen im flüssigen Beschichtungsstoff im Gebinde.

3.7. In-film-Formaldehydkonzentration

Gesamtformaldehydkonzentration, d. h. Summe der freien und gebundenen Formaldehydkonzentration in der getrockneten Beschichtung.

4. Messprinzip

Bei Zugabe eines Formaldehyddepotstoffes zu einem Beschichtungsstoff stellt sich ein Gleichgewicht zwischen dem Formaldehyd, der an den Formaldehyddepotstoff gebunden ist, und dem freien Formaldehyd ein. Dieses Gleichgewicht ist vom pH-Wert, der Beschichtungsmatrix, dem Formaldehyddepotstoff und der Temperatur abhängig.

In einem Beschichtungsstoff ist zwischen der Gesamtformaldehydkonzentration (freies und gebundenes Formaldehyd) und der freien Formaldehydkonzentration zu unterscheiden. Im Zusammenhang mit dieser Richtlinie wird als freie Formaldehydkonzentration die Formaldehydkonzentration verstanden, die mit der Acetylaceton-Methode bestimmt wird. Dabei ist zu unterscheiden zwischen der Formaldehydkonzentration im Beschichtungsstoff (in-can-Formaldehydkonzentration) und in der Beschichtung (in-film-Formaldehydkonzentration), nachdem der Beschichtungsstoff appliziert und getrocknet ist. Bei der in-film Formaldehydkonzentration liegt das Formaldehyd im Wesentlichen gebunden vor.

4.1. Grundlage der Acetylaceton-Methode zur Bestimmung der freien in-can Formaldehyd-konzentration

Das freie Formaldehyd wird aus der Beschichtung mit Wasser extrahiert und mit Acetylaceton und Ammoniumionen zu 3,5-Diacetyl-1,4-dihydrolutidin derivatisiert (Hantzsch-Reaktion). Dieses besitzt ein Absorptionsmaximum bei 412 nm. Der Formaldehydgehalt wird fotometrisch bestimmt.

4.2 Grundlage der Bestimmung der Gesamt-in-can-Formaldehyd-konzentration mit saurer Wasserdampfdestillation

Die Gesamtformaldehydkonzentration wird mit saurer Wasserdampfdestillation bestimmt, da bei dieser Methode den gesamten verfügbaren Formaldehyd freigesetzt wird.

Der am Formaldehyddepotstoff gebundene Formaldehyd wird im sauren Milieu gespalten und zusammen mit dem freien Formaldehyd nach einer Wasserdampfdestillation als Gesamtformaldehyd erfasst. Die Bestimmung des Gesamtformaldehydgehaltes erfolgt fotometrisch nach Reaktion mit Acetylaceton 6.2.2 oder wahlweise nach Reaktion mit Chromotropsäure 6.2.3.

5. Geräte und Prüfeinrichtungen

5.1. Acetylaceton-Methode (Bestimmung des freien in-can Formaldehyd)

- Präzisionswaage, Ablesbarkeit mind. 0,001 g
- Spektralfotometer, geeignet für eine Wellenlänge von 412 nm
- Zentrifuge, z.B. Typ Suprafuge 22 von Heraeus
- Zentrifugenröhrchen aus Polycarbonat mit Schraubverschluß
- ggf. Centrisart-Röhrchen, Fa. Sartorius, oder ein vergleichbares Produkt
- graduierte Standzylinder, 25 ml, mit Schliff
- geeignete Pipetten
- geeignete Küvetten
- geeignete Messkolben zur Kalibrierung
- ggf. Einmalfilter, z.B. 0,2 µm
- Einmalspritze
- Acetylaceton-Reagenz, für ein Volumen von 500 ml wässrige Lösung:
 - 75 g Ammoniumacetat p.a.
 - 1 ml Acetylaceton (2,4-Pentandion) p.a.
 - 1,5 ml Essigsäure 100 %-ig p.a.
 - mit VE-Wasser auf 500 ml auffüllen
- VE-Wasser
- 30 - 40%-ige Formalinlösung
- Iodlösung, $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/l}$ (entspricht 12,69 g I_2/l)
- Natriumhydroxid-Lsg., $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$ (entspricht 40,00 g $NaOH/l$)
- Salzsäure, $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$ (entspricht 36,46 g HCl/l)
- Stärkelösung, 1 % löslich, nach Zulkowsky
- Natriumthiosulfat-Lösung, $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$
(entspricht 15,81 g $Na_2S_2O_3/l$)

Anmerkung 1:

Das Acetylaceton-Reagenz ist nicht beständig. Es darf bei Raumtemperatur höchstens 14 Tage für Bestimmungen verwendet werden.

Anmerkung 2:

VE-Wasser neigt zur mikrobiellen Verunreinigung. Es sollte VE-Wasser mit geringer mikrobieller Verunreinigung (keimbildende Einheiten < 100) eingesetzt werden oder geprüft werden, dass eine mikrobielle Verunreinigung des VE-Wassers keinen Einfluss auf das Messergebnis hat. Formaldehyd als Konservierungsstoff kann potentiell mit den mikrobiellen Keimen abreagieren.

5.2. Saure Wasserdampfdestillation (Bestimmung des Gesamt-in-can-Formaldehyd)

- Wasserdampfdestillierapparatur, z.B. Vapodest 20s (Fa. Gerhard)
- Messkolben 250 ml
- Präzisionswaage, Ablesbarkeit mind. 0,001 g
- Spektralfotometer geeignet für eine Wellenlänge von 412 nm
- graduierte Standzylinder, 25 ml, mit Schliff
- geeignete Pipetten
- geeignete Küvetten
- Schwefelsäure 25 %-ig (V/V),
z.B. aus 839 ml VE-Wasser und 160 ml konz. Schwefelsäure
- Acetylaceton-Reagenz, für ein Volumen von 500 ml wässrige Lösung:
 - 75 g Ammoniumacetat p.a.
 - 1 ml Acetylaceton (2,4-Pentandion) p.a.
 - 1,5 ml Essigsäure 100%-ig p.a.
 - mit VE-Wasser auf 500 ml auffüllen
- VE-Wasser

Anmerkung:

Das Acetylaceton-Reagenz ist nicht beständig. Es darf bei Raumtemperatur höchstens 14 Tage für Bestimmungen verwendet werden.

6. Durchführung

6.1. Acetylaceton-Methode (Bestimmung der freien Formaldehydkonzentration)

Es werden $(2,5 \pm 0,3)$ g wasserverdünnter Beschichtungsstoff (Einwaage auf 0,001 g genau notieren) in einen graduierten 25 ml-Standzylinder eingewogen, mit 10 ml Acetylaceton-Reagenz versetzt, mit VE-Wasser auf 25 ml aufgefüllt und geschüttelt. Nach 2 h Standzeit bei Raumtemperatur wird der Überstand mit einer Pipette in ein Zentrifugenröhrchen überführt, das Röhrchen verschraubt und für ca. 20 min bei 22000 U/min geschleudert. Entsteht bei dieser Umdrehungszahl kein klares Serum, muss eine Zentrifuge mit 30000 U/min oder wahlweise Centrisart I-Röhrchen der Firma Sartorius (max. 4300 U/min für 20 min) (oder ein vergleichbares Produkt) verwendet werden. Nach dem Zentrifugieren wird der klare Überstand in die Messküvette überführt. Beim Auftreten einer Trübung kann der Überstand vor der Überführung in die Küvette z.B. mit einer Spritze durch einen 0,2 µm Einmalfilter filtriert werden.

Parallel dazu wird eine Blindlösung hergestellt, indem 10 ml Acetylaceton-Reagenz in einen graduierten Standzylinder pipettiert werden, der auf 25 ml mit VE-Wasser aufgefüllt und geschüttelt wird. Die Standzeit der Lösung bis zum Vermessen beträgt 2 h bei Raumtemperatur.

Beide Lösungen werden bei 412 nm gegeneinander im Spektrofotometer vermessen.

Arbeitsbereich:

Bei Formaldehydkonzentrationen über 100 mg/kg beginnt das Diacetyldihydrolutidin auszukristallisieren und die klare Lösung wird trüb. In diesem Fall muss eine geringere Einwaage an Beschichtungsstoff gewählt werden.

Abhängig vom eingesetzten Fotometer werden Bestimmungsgrenzen bis zu 0,1 mg/kg erreicht. Die Bestimmungsgrenze ist bezogen auf die eingesetzten Arbeitsgeräte zu ermitteln bzw. es ist sicherzustellen, dass der zu erwartende Messwert innerhalb des Arbeitsbereiches der Methode liegt.

Anmerkung:

Gemäß des Standardverfahrens der VdL-RL 03 werden die Proben mit Wasser angesetzt. Erhält man nach dem Zentrifugations-Schritt keinen klaren Überstand, kann die fotometrische Bestimmung einen systematischen Fehler aufgrund der Trübung enthalten. In diesem Fall können auch andere geeignete Lösemittel (z.B. Methanol) verwendet werden. Aufgrund der Tatsache, dass das freie Formaldehyd im Gleichgewicht mit gebundenem Formaldehyd vorliegt und das Gleichgewicht vom Lösemittel beeinflusst werden kann, kann der bestimmte Gehalt an freiem Formaldehyd in Wasser von dem in einem anderen Lösemittel abweichen. Diese Änderung des Lösemittels ist im Prüfbericht zu dokumentieren und das Ergebnis an freiem Formaldehyd mit dem abweichenden Lösemittel auszuweisen.

Die Proben und die Blindlösung müssen immer im gleichen Lösungsmittel angesetzt werden!

Bei der Wahl eines anderen Lösemittels als Wasser muss eine Kalibrierkurve für Formaldehyd in diesem Lösemittel erstellt werden

6.2. Bestimmung der Gesamt-Formaldehydkonzentration

6.2.1. Saure Wasserdampfdestillation

Ca. (10 ± 5) g einer Probe (Einwaage auf 0,001 g genau notieren) werden auf der Analysenwaage in den Destillierkolben eingewogen und mit ca. 50 ml VE-Wasser versetzt. Nach vorsichtiger Zugabe von 20 - 30 ml der 25%-igen Schwefelsäurelösung (Achtung: Aufschäumen) wird die Probe einer Wasserdampfdestillation unterzogen, wobei ca. 245 ml Lösung überdestilliert werden. Das Destillat wird mit VE- Wasser bis zur Marke bei 250 ml aufgefüllt.

6.2.2. Fotometrische Bestimmung mit Acetylaceton-Reagenz

($2,5 \pm 0,5$) g des Destillats werden in einen graduierten, 25 ml Standzylinder eingewogen und mit 10 ml Acetylaceton-Reagenz versetzt. Gleichzeitig wird eine Blindlösung mit VE-Wasser und 10 ml Acetylaceton-Reagenz in einem weiteren 25 ml Standzylinder angesetzt. Die Standzeit der Lösungen bis zum Vermessen beträgt 2 h bei Raumtemperatur. Beide Lösungen werden bei 412 nm gegeneinander im Spektralfotometer vermessen.

6.2.3. Bestimmung nach dem Chromotropsäureverfahren

Von der Fa. Merck KGaA wird das Chromotropsäureverfahren zur Bestimmung des Formaldehydgehaltes in Proben angeboten. Dieses Verfahren kann alternativ zum Acetylaceton-Verfahren zur Bestimmung des Gesamtformaldehydgehaltes in Proben nach einer sauren Wasserdampfdestillation eingesetzt werden. Das Verfahren ist nicht geeignet zur Bestimmung der in-can-Formaldehyd-Konzentration. Das Chromotropsäureverfahren wird entweder als Küvettentest oder als Reagenzientest von der Fa. Merck KGaA angeboten.

6.3. Bestimmung der in-film Formaldehydkonzentration

Die Bestimmung der in-film Formaldehydkonzentration wird wie folgt durchgeführt:

Der Beschichtungsstoff wird auf einem geeignet beschichteten Probenträger (Glas, Aluminium) mit einem Rakel mit 250 μm Spalthöhe ausgebracht und bei 23°C und 50 % relativer Luftfeuchte gelagert. Nach der gewünschten Anzahl Tagen, mindestens jedoch nach Abschluss der Trocknungszeit, wird der Film der Beschichtung vom Träger entfernt, zerkleinert und die Formaldehydkonzentration mit einer sauren Wasserdampfdestillation (vgl. 6.2.1) ermittelt.

Die Bestimmung des Formaldehydgehaltes in der Vorlage erfolgt fotometrisch nach Reaktion mit Acetylaceton (vgl. 6.2.2) oder nach Reaktion mit Chromotropsäure (6.2.3).

7. Kalibrierung

7.1. Erstellen einer Kalibriergeraden - Acetylaceton-Methode zur Bestimmung der freien in-can Formaldehyd-konzentration

Aus einer 30 - 40 %-igen Formalinlösung wird durch Verdünnung mit VE-Wasser eine ca. 1 g/l Formalin-Lösung als Stammlösung hergestellt (Einwaage auf 0,001 g genau notieren)

Der genaue Formaldehydgehalt dieser Lösung wird durch Titration wie folgt bestimmt:

Zu 20 ml dieser Lösung werden gegeben:

25 ml Iodlösung, $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/l}$ (entspricht 12,69 g I_2/l), und

10 ml Natriumhydroxid-Lsg., $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$ (entspricht 40,00 g $NaOH/l$),

Nach 5 min wird die Lösung mit

11 ml Salzsäure, $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$ (entspricht 36,46 g HCl/l), und

einigen Tropfen einer Stärkelösung, 1 % löslich, nach Zulkowsky, versetzt.

Der Überschuss an Iodlösung wird mit Natriumthiosulfat-Lösung,

$c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ (entspricht 15,81 g $Na_2S_2O_3/l$), zurücktitriert.

Der Gehalt an Formaldehyd berechnet sich nach folgender Gleichung:

$$\text{Formel 1: } c(f_{CH_2O}) \left[\frac{g}{l} \right] = \frac{(V_{Jod}[ml] - V_{Thio}[ml]) \times c_{Thio} \left[\frac{mol}{l} \right] \times M_{CH_2O} \left[\frac{g}{mol} \right]}{V_{CH_2O}[ml] \times 2}$$

mit

$c(f_{CH_2O})$ Konzentration an Formaldehyd der Standard-Stammlösung, in g/l

V_{Thio} Volumen an Natriumthiosulfat-Lösung in ml, auf 0,1 ml genau

V_{Jod} Volumen an Jodlösung, in ml

V_{CH_2O} Volumen an Formaldehydstammlösung, in ml

c_{Thio} Konzentration der Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l)

M_{CH_2O} Molare Masse von Formaldehyd (30,031 g/mol)

Bei Einsatz von 20 ml Formaldehydstammlösung, und den Lösungen mit den oben definierten Konzentrationen und Volumina vereinfacht sich die Berechnung zu:

$$\text{Formel 2: } c(f_{CH_2O}) \left[\frac{g}{l} \right] = (25 \text{ ml} - V_{Thio}[ml]) \times 0.075 \left[\frac{g}{l \times ml} \right]$$

Aus der Formalin-Stammlösung werden Kalibrierlösungen hergestellt, die den Messbereich abdecken, z.B. von 0,1 mg/kg bis 100 mg/kg. Je 2,5 g dieser Lösungen werden mit 10 ml Acetylacetonreagenz versetzt und auf 25 ml mit VE-Wasser aufgefüllt. Nach 2 h Standzeit bei Raumtemperatur wird in einem Spektrofotometer die Extinktion dieser Lösung bei 412 nm gegen eine Blindprobe ermittelt. Mit Subtraktion der Extinktion der Blindprobe von der Extinktion der Probe wird die durch das Hinzugeben der Reagenzien bedingte Eigenfärbung der Kalibrierlösungen kompensiert.

Die Konzentrationen der Kalibrierlösungen werden gegen die entsprechenden Extinktionswerte aufgetragen und die Regressionsgerade unter Berücksichtigung des Nullpunkts ermittelt. Die Steigung b der Geraden wird nach folgender Gleichung bestimmt:

$$\text{Formel 3: } b \left[\frac{\text{a.u.}}{\text{mg/kg}} \right] = \frac{\sum E_i [\text{a.u.}]}{\sum x_i [\text{mg/kg}]}$$

mit

b Steigung der Kalibriergeraden in a.u./ (mg/kg)

i Index der Kalibrierlösung

x_i Formaldehydkonzentration, in mg/kg, der Kalibrierlösungen

E_i Extinktion der jeweiligen Kalibrierlösungen

Die Konzentration einer Probe x_p kann anschließend aus der Extinktion E_p der Probe nach folgender Gleichung ermittelt werden:

$$\text{Formel 4: } x_p \left[\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right] = \frac{E_p [\text{a.u.}]}{b \left[\text{a.u.} / \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) \right]}$$

mit

x_p Formaldehydkonzentration der Probe in mg/kg

E_p Extinktion der Probe in a. u. (arbitrary units / dimensionslos)

7.2. Erstellen einer Kalibriergeraden – Bestimmung der Gesamt-Formaldehydkonzentration

Die Erstellung der Kalibriergeraden erfolgt analog den Ausführungen unter 7.1. Abweichend von den unter 7.1 gemachten Angaben ist aus der Standard-Stammlösung eine Verdünnungsreihe aufzustellen, deren Einzelwerte abgestuft zwischen 0,001 mg bis 0,1 mg Formaldehyd je 10 ml Lösung liegen (Konzentrationsbereich 0,1 mg/l bis 10 mg/l).

8. Berechnung der Ergebnisse

8.1. Bestimmung der freien Formaldehydkonzentration (Acetylaceton-Methode)

Die freie Formaldehydkonzentration w in der Probe wird nach folgender Gleichung bestimmt:

$$\text{Formel 5: } w(f_{CH_2O}) \left[\frac{mg}{kg} \right] = \frac{E(f_{CH_2O})[a.u.]}{b \left[\frac{a.u.}{mg/kg} \right]} \times \frac{2,500 g}{m_p[g]}$$

mit

$w(f_{CH_2O})$ freie Formaldehydkonzentration, in mg/kg (ppm), in der Probe

$E(f_{CH_2O})$ Extinktion der Lösung, gemessen nach 6.1

b Steigung der Kurve nach 7.1

m_p Einwaage der Probe auf 0,001 g genau

8.2. Bestimmung der Gesamt-Formaldehydkonzentration (Saurer Wasserdampfdestillation)

8.2.1. Auswertung Gesamt-Formaldehydkonzentration gemäß der Acetylaceton-methode nach 6.2.2

Die nach 6.2 ermittelte Gesamt-Formaldehydkonzentration w der Probe wird für die Acetylaceton-Methode gemäß 6.2.2 unter Berücksichtigung des 250 ml Vorlagenvolumens und der Einwaage an Beschichtungsstoff wie folgt berechnet:

$$\text{Formel 6: } w^A(\Sigma CH_2O) \left[\frac{mg}{kg} \right] = \frac{E_p[a.u.]}{b^A \left[\frac{a.u.}{mg/l} \right]} \times \frac{V_{ges}}{m_p[g]}$$

mit

$w^A(\Sigma CH_2O)$ Gesamt-Formaldehyd Gehalt der Probe, in mg/kg (in-can), gemäß Acetylacetonverfahren

E_p Extinktion der Probe in a. u.

b^A Steigung der Kalibrierung des Acetylacetonverfahrens 6.2.2 in a. u./(mg/l)

m_p Einwaage der Probe in g

V_{ges} Volumen des Messkolbens (Gesamtvolumen der Lösung) in l

8.2.2 Auswertung Gesamt-Formaldehydkonzentration gemäß des Chromotropsäureverfahrens nach 6.2.3

Der Gesamt-Formaldehydgehalt der Lösung wird mittels Chromotropsäureverfahren, z. B. HCHO-Schnelltest von Merck (oder vergleichbarer Test) bestimmt.

Der Gesamt-Formaldehydgehalt berechnet sich wie folgt:

$$\text{Formel 7: } w^{\text{Chr}}(\Sigma \text{CH}_2\text{O}) \left[\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right] = \frac{E_p[\text{a.u.}]}{b^{\text{Chr}} \left[\frac{\text{a.u.}}{\text{mg/l}} \right]} \times \frac{V_{\text{ges}}[\text{l}]}{m_p[\text{g}]} \times 1000 \left[\frac{\text{g}}{\text{kg}} \right]$$

mit

$w^{\text{Chr}}(\Sigma \text{CH}_2\text{O})$ Gesamt-Formaldehydgehalt der Probe, in mg/kg (in-can)

E_p Extinktion der Probe in a.u.

b^{Chr} Steigung der Kalibrierung des Chromotropsäureverfahrens in a.u./(mg/l)

m_p Einwaage der Probe in g

V_{ges} Volumen des Messkolbens (Gesamtvolumen der Lösung) in l

Bei vorgegebener Kalibrierfunktion und direkter Anzeige der Formaldehydkonzentration der Probe in [mg/l] statt der Extinktion in a. u. vereinfacht sich die Gleichung zu:

$$\text{Formel 8: } w^{\text{Chr}}(\Sigma \text{CH}_2\text{O}) \left[\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right] = A \left[\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right] \times \frac{V_{\text{ges}}[\text{l}]}{m_p[\text{g}]} \times 1000 \left[\frac{\text{g}}{\text{kg}} \right]$$

mit

A Anzeige der ermittelten Konzentration an Formaldehyd in mg/l

$w^{\text{Chr}}(\Sigma \text{CH}_2\text{O})$ Gesamt-Formaldehydgehalt der Probe, in mg/kg (in-can)

m_p Einwaage der Probe in g

V_{ges} Volumen des Messkolbens (Gesamtvolumen der Lösung) in l

9. Prüfbericht

Prüfberichte zu Ergebnissen der VdL-Richtlinie 03 müssen mindestens folgende Informationen enthalten:

- a) alle notwendigen Informationen zur Identifikation der geprüften Probe
- b) ein Zitat dieses Dokumentes (VdL-RL 03, Ausgabe Februar 2018)
- c) bestimmte Messgröße(n):
 - a. Freie in-can Formaldehydkonzentration
 - b. Gesamt in-can Formaldehydkonzentration
 - c. In-film Formaldehydkonzentration
- d) die verwendete Methode:
 - a. Fotometrisches Verfahren (freies Formaldehyd)
 - b. Saure Wasserdampfdestillation (Gesamt-Formaldehyd)
 - c. Chromotropsäureverfahren
(Gesamt-Formaldehydkonzentration)
- e) die Ergebnisse der bestimmten Messgrößen
- f) alle Abweichung zu dem beschriebenen Verfahren
- g) alle beobachteten Unregelmäßigkeiten
- h) Datum des Tests

10. Literatur

E. Bagda, T. Brenner, M. Wensing, FARBE&LACK 103(1997), Nr. 8.