

Bestimmung von Aldehyden und Ketonen in der Umgebungsluft



Carbonylverbindungen tragen nachweislich zur Bildung von photochemischem Ozon bei. Außerdem verursacht ein kurzzeitiger Kontakt mit diesen Verbindungen Reizungen der Haut, der Augen und der Schleimhäute im oberen Atemwegsbereich. Aus diesem Grund sind Aufsichtsbehörden, wie US EPA, NIOSH, ASTM, ISO und JPMHLW, weltweit an Überwachungstechniken für Carbonylverbindungen interessiert. Waters Probenvorbereitungssprodukte, Packungsmaterialien und Instrumente erfüllen bzw. übertreffen die Anforderungen an die Analyse und Quantifizierung dieser Analyten. In vielen Ländern werden derzeit Überwachungsrichtlinien entworfen und Tests durchgeführt.

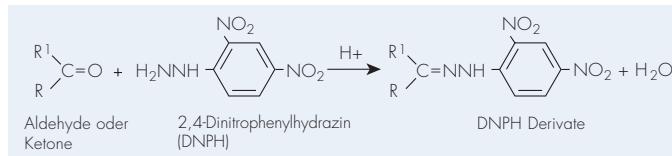


Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen zur Analyse von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen in der Luft

Formaldehyd und andere Carbonylverbindungen stehen immer mehr im Brennpunkt des Interesses – zum einen, weil die Substanzen selbst toxisch sind, zum anderen, weil sie wesentlich zur photochemischen Bildung von Ozon in der Luft beitragen. In Wohngebäuden wird Formaldehyd oft aus Sperrholz- und Spanplattenisolierungen, Verbrennungsgeräten, Tabakrauch und diversen anderen Produkten freigesetzt. Aldehyde werden außerdem mit Fahrzeugabgasen und aus anderen Geräten freigesetzt, bei denen Treibstoffe unvollständig verbrannt werden.

Die nachweisempfindlichste und spezifischste Methode zur Analyse von Aldehyden und Ketonen basiert auf deren Umsetzung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin (DNPH) und der anschließenden Analyse der gebildeten HydrazoneDerivate mittels Reversed-Phase HPLC. Die Hydrazone können durch Absorption im ultravioletten Bereich detektiert werden, wobei die größte Genauigkeit zwischen 350 und 380 nm erzielt wird.

Wenn carbonylhältige Verbindungen aus Luftproben in DNPH-Silika-Kartuschen absorbiert werden, erfolgt eine Derivatisierung nach folgendem Schema:

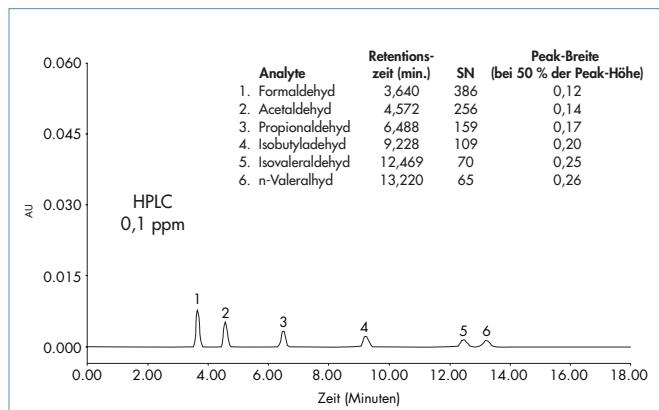


Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen erfüllen die Anforderungen an Analysemethoden gemäß EPA TO-11A, JPM HLW und ISO 16000 und stellen eine bequeme Alternative für die Probenahme dar. Mithilfe einer Vakuumpumpe wird eine Luftprobe durch die neue Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartusche gesaugt. Aldehyde und Ketone reagieren mit dem DNPH und bilden Hydrazonderivate, die in der Kartusche verbleiben. Anschließend werden die Hydrazone mit Acetonitril aus der Kartusche eluiert und mittels HPLC oder der ACQUITY UPLC® Technologie von Waters analysiert. So können aus einer Probe von 100 Litern sehr geringe Konzentrationen von 3 ppbv nachgewiesen werden.

Vorteile der Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen von Waters

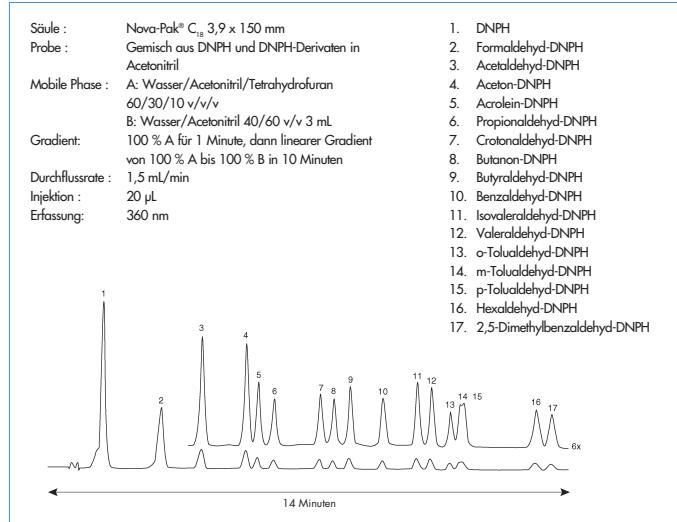
Gegenüber anderen Techniken, wie z.B. der Benutzung von Impinger, bieten die Kartuschen signifikante Vorteile beim Analysieren von Aldehyden und Ketonen. Darüber hinaus können Sie bei Nutzung der innovativen UPLC® Technologie hohe Analysegeschwindigkeiten und Auflösungen erwarten, mit der Möglichkeit zur Quantifizierung im niedrigen ppB Bereich.

Beispiel für hohe Konzentration: HPLC-Methode: Aldehydprofil aus verdünnten Autoabgasen

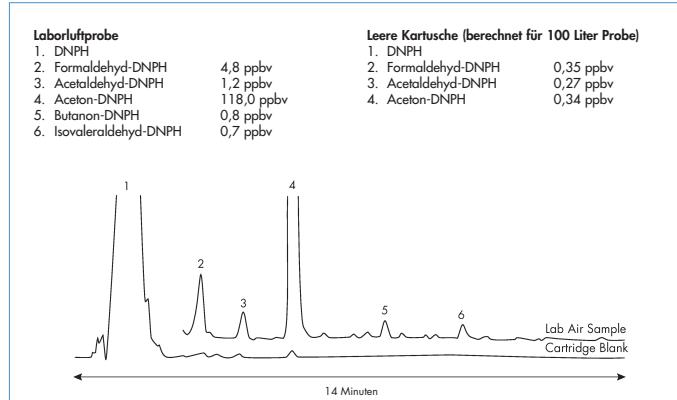


- Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen erfüllen die Anforderungen an die Analysemethoden gemäß EPA TO-11A und ASTM-D-5791-1.
- Die mit Impinger und Kartuschen erzielten Ergebnisse stimmen überein.
- Der Lösungsmittelverbrauch und der Kontakt damit, sowie der anfallende Sondermüll werden auf ein Minimum reduziert.
- Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen sind besonders anwendungs-freundlich und reproduzierbar und somit optimal für Analysen vor Ort und für die Prozessüberwachung geeignet.
- Mit Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen sparen Sie Zeit und arbeiten produktiver.
- Hohe Nachweisempfindlichkeit aufgrund geringerer Interferenzen

HPLC-Trennung von DNPH-Derivaten gängiger Aldehyde und Ketone



Beispiel für niedrige Konzentration: Aldehydprofil in Laborluft



Die Probe wurde in einem chemischen Forschungslabor mithilfe einer tragbaren Probenpumpe entnommen. 100 Liter Luft wurden mit einer Flussrate von 0,65 L/min durch die Kartusche angesaugt. Dabei wurden niedrige Konzentrationen von Formaldehyd (4,8 ppbv), Acetaldehyd (1,2 ppbv) und Methylketon (0,8 ppbv) und eine vergleichsweise hohe Konzentration von Aceton (118 ppbv) nachgewiesen. In Laboratorien werden oftmals hohe Konzentrationen von Aceton nachgewiesen, da dieses als Lösungsmittel sehr verbreitet ist.

Ozon-Scrubber-Kartusche zum Entfernen von Ozoninterferenzen bei Außenluftmessungen

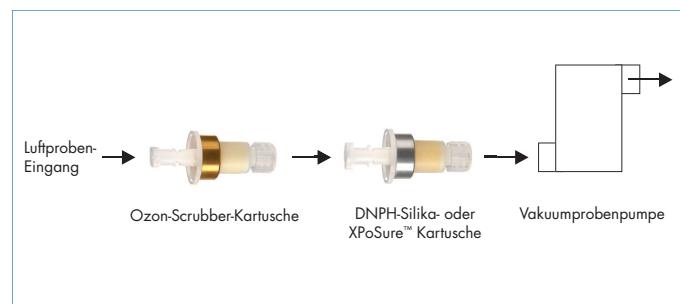
Ozon verursacht nachweislich Interferenzen bei der Analyse von Carbonylverbindungen in Luftproben, die durch mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin (DNPH) beschichtete Silika-Kartuschen angesaugt werden. Die Ozon-Scrubber-Kartuschen von Waters wurden eigens zum Entfernen von Ozoninterferenzen konzipiert.

Die Einweg-Geräte sind für den Gebrauch mit Sep-Pak® DNPH-Silika- oder XPoSure™ Aldehyd-Probenkartuschen gedacht. Eine Ozon-Scrubber-Kartusche ersetzt einen Kupfer-Ozon-Denuder von 0,6 cm Durchmesser und 90 cm Länge im erhitzen Bereich des Analysesystems bei Außenluftmessungen (PAMS-Programm).

Ozon-Scrubber-Kartuschen enthalten jeweils 1,4 g Kaliumjodid in Granulaform. Wenn das in der Luft enthaltende Ozon durch das Sorbens gesaugt wird, erfolgt eine Oxidation des Jodids zu Jod nach folgender Gleichung:



Flussschema des Luftanalysesystems



Das theoretische Fassungsvermögen einer Kartusche beträgt 4,2 mMol Ozon (200 µg). Die Partikelgröße des Kaliumjodidgranulats ist so angepasst, dass optimale Massenübertragungs- und Durchflusscharakteristika erzielt werden.

XPoSure™ Aldehyd-Probenkartuschen zum Messen von Aldehydkonzentrationen in der Raumluft

XPoSure™ Aldehyd-Probenkartuschen wurden auf Basis der DNPH-Beschichtungstechnologie weiterentwickelt und sind damit die präzisesten Aktiv-Sampler, die derzeit auf dem Markt verfügbar sind.

Extrem hohe Nachweisempfindlichkeit

Im Vergleich zu herkömmlichen Probenröhrchentechnologien, bei denen hohe und variierende Interferenzen auftreten, können mit XPoSure™ Kartuschen sehr geringe Aldehydinterferenzen gewährleistet werden – bei allen Kartuschen und allen Chargen.

Hohe Effizienz

Sie können für alle Aldehyde bei Durchflussraten bis zu einem Liter pro Minute eine Effizienz von > 95 % erzielen.

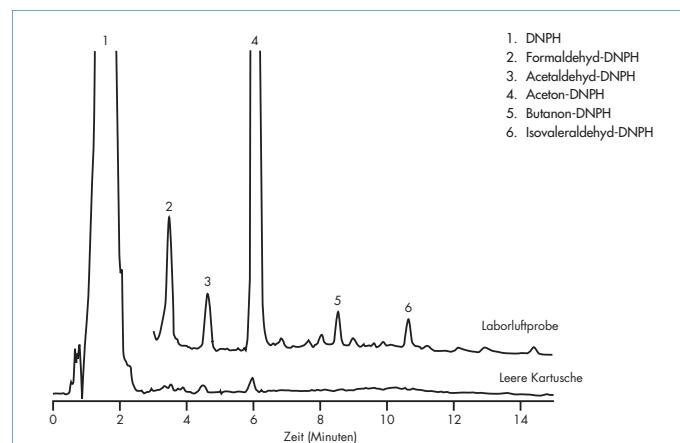
Geringer Druckabfall – Einsatz mit tragbaren Probenpumpen

Aufgrund der großen Partikelgröße und der höheren Porosität sind XPosure™ Kartuschen ideal für tragbare Probenpumpen geeignet.

Einfache Verwendung

Einfach die Probe nehmen und eluieren. Sie brauchen keine Glasröhrchen mehr zu öffnen und mit diesen zu arbeiten. Da die Kartuschen aus HDPE, einem Polyethylen mit hoher Dichte, hergestellt werden, sind sie auch nicht zerbrechlich.

Beispiel für niedrige Konzentration: Aldehydprofil in Laborluft



Obige Probe wurde in einem chemischen Forschungslabor mithilfe einer tragbaren Probenpumpe entnommen. 100 Liter Luft wurden mit einer Flussrate von 0,65 L/min durch die Kartusche angesaugt. Das Chromatogramm zeigt Konzentrationen von Formaldehyd (4,8 ppbv), Acetaldehyd (1,2 ppbv), Aceton (118 ppbv), Butanon (0,8 ppbv) und Isovaleraldehyd (0,7 ppbv).

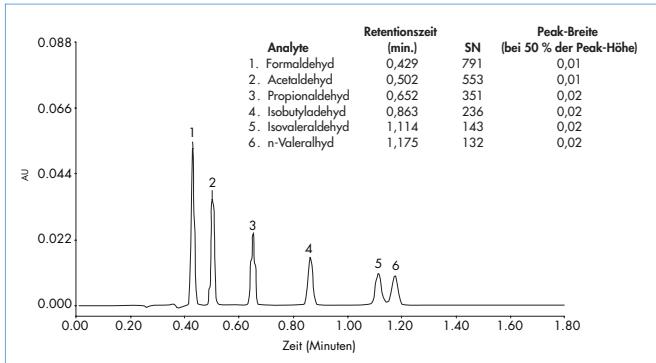
Schnelle Analyse von Aldehyden und Ketonen mit der ACQUITY UPLC® Technologie

Aldehyde und Ketone lassen sich in Form von DNPH-Derivaten schnell und effizient mithilfe der ACQUITY UPLC® Technologie von Waters analysieren. Dabei erzielen Sie viel schnellere Ergebnisse als mit herkömmlichen HPLC-Technologien.



Waters® ACQUITY UPLC® System

Beispiel für hohe Konzentration: UPLC®-Methode: Aldehydprofil aus verdünnten Autoabgasen



Sep-Pak® DNPH-Silika-Kartuschen

	Beschreibung	Teilenummer	Masse/ Volumen/Typ	Packungsmaterialien
DNPH Short	DNPH und XPoSure™ enthalten angesäuertes Dinitrophenylhydrazin, das auf ein Silikasorbens aufgebracht ist. Es wird eingesetzt zur Quantifizierung von Aldehyden und Ketonen aus Luft. Mittels der Bildung von Hydrazonderivaten erfolgt eine Analyse mit HPLC. DNPH-Silika ist bei diversen EPA-Verfahren zur Analyse von Carbonylverbindungen in der Luft genannt.	WATO37500 Karton mit 20	350 mg / 0,7 mL / Plus Short	1. Partikelgröße - 55-105 µm 2. Porengröße 125Å 3. Beschichtung 14 µmol/g oder 5 µmol/ Kartusche
DNPH Long	DNPH und XPoSure™ enthalten angesäuertes Dinitrophenylhydrazin, das auf ein Silikasorbens aufgebracht ist. Es wird eingesetzt zur Quantifizierung von Aldehyden und Ketonen aus Luft. Mittels der Bildung von Hydrazonderivaten erfolgt eine Analyse mit HPLC. DNPH-Silika ist bei diversen EPA-Verfahren zur Analyse von Carbonylverbindungen in der Luft genannt	WATO39550 Karton mit 20	800 mg / 1,6 mL / Plus Long	1. Partikelgröße - 55-105 µm 2. Porengröße 125Å 3. Beschichtung 14 µmol/g oder 10 µmol/ Kartusche

Ozon-Scrubber

	Beschreibung	Teilenummer	Masse/ Volumen/Typ	Packungsmaterialien
Ozon- Scrubber Kalium/Jod	Zum Entfernen von Ozoninterferenzen bei der Analyse von Carbonylverbindungen. Verwendung zusammen mit Sep-Pak® DNPH- oder XPoSure™ Kartuschen.	WATO54420 Karton mit 20	1,4 g / 1,6 mL / Plus Short	1. 1,4 g Kaliumjodid 2. Kapazität 4,2 mMol Ozon / Kartusche
XPoSure™	Größere Partikel von mit Dinitrophenylhydrazin beschichtetem Silika zur Verwendung mit tragbaren Luftanalysesystemen.	WATO47205 Karton mit 20	350 mg / 0,7 mL / Plus Short	1. Partikelgröße 500 - 1000 µm

Empfohlene HPLC/UPLC™ Säulen für die Trennung von DNPH-Derivaten

Beschreibung	Abmessungen	Partikelgröße	Teilenummer
Nova-Pak® C ₁₈	3,9 x 150 mm	4 µm	WATO86344
Symmetry® C ₁₈	3,9 x 150 mm	5 µm	WATO45905
ACQUITY UPLC® BEH Phenyl	2,1 x 100 mm	1,7 µm	186002885
ACQUITY UPLC® BEH Phenyl (3er-Packung)	2,1 x 100 mm	1,7 µm	186002885

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

www.waters.com

Austria and European Export (Central South Eastern Europe, CIS and Middle East) 43 1 877 18 07, Australia 61 2 9933 1777, Belgium 32 2 726 1000, Brazil 55 11 5094 3788, Canada 1 800 252 4752 x2205, China 86 10 8586 8899, CIS/Russia 7 095 336 7000, Czech Republic 420 2 617 1 1384, Denmark 45 46 59 8080, Finland 09 5659 6288, France 33 1 30 48 72 00, Germany 49 6196 400600, Hong Kong 852 29 64 1800, Hungary 36 1 350 5086, India and India Subcontinent 91 80 2837 1900, Ireland 353 1 448 1500, Italy 39 02 27 421 1, Japan 81 3 3471 7191, Korea 82 2 820 2700, Mexico 52 55 5200 1860, The Netherlands 31 76 508 7200, Norway 47 6 384 60 50, Poland 48 22 833 4400, Puerto Rico 1 787 747 8445, Singapore 65 6273 1221, Spain 34 93 600 9300, Sweden 46 8 555 11 500, Switzerland 41 62 889 2030, Taiwan 886 2 2543 1898, United Kingdom 44 208 238 6100

All other countries: Waters Corporation U.S.A. 1 508 478 2000/1 800 252 4752



Das Qualitätsmanagementsystem der Waters-Werke in Taunton, Massachusetts, und Wexford, Irland, erfüllt die Anforderungen des internationalen Standards ISO 9001:2000 für Qualitätsmanagement und -sicherung. Das Qualitätsmanagementsystem von Waters wird regelmäßig von der Registrationsbehörde im Hinblick auf die Einhaltung der Anforderungen überprüft.

©2007 Waters Corporation.
Waters, ACQUITY, UPLC, ACQUITY UPLC, Nova-Pak, Sep-Pak, Symmetry und XPoSure sind Marken von Waters Corporation.
May 2007 720001988GE MC-GW