

Determinación de Formaldehído Residual en Vacunas por Cromatografía de Gases

PATRICK MOYNA y ALDO BOLOGNA

*Laboratorio de Instrumental, Instituto de Ingeniería Química,
Facultad de Ingeniería, Herrera y Reissig 556, Montevideo, Uruguay*

RESUMEN. Se describe un método de cromatografía de gases para determinar el formaldehído residual en vacunas.

ABSTRACT. A gas-chromatographic method for the determination of residual formaldehyde in vaccines is described.

INTRODUCCION

Según las normas vigentes en Uruguay¹ y otros países, el contenido de formaldehído residual en vacunas no debe superar el 0.02% (p/v). Para su control se utilizan métodos químicos que incluyen una medición colorimétrica²⁻⁷. Estos métodos utilizan un equipamiento básico elemental, pero usualmente requieren una serie de reactivos, exigen una adecuada manualidad en el operador y toman un tiempo cercano a la media hora de trabajo antes de dar la lectura final.

La determinación de formaldehído es de especial interés en el estudio de la contaminación ambiental y existen numerosas publicaciones en que se describen las condiciones de trabajo para determinar su presencia en muestras gaseosas mediante el uso de métodos de cromatografía gaseosa⁸⁻¹⁰. Este método tiene la ventaja de su especificidad y rapidez.

MATERIALES Y METODOS

Materiales. Se utilizó formaldehído al 37% puro (Thomas Nash & Co., calidad analítica), con metanol al 13% como estabilizador. Se tituló para determinar su concentración real².

Vacunas. Se utilizaron muestras de Vacuna Doble DT (partida 25-1 del Instituto de Higiene, Facultad de Medicina de Montevideo) y Vacuna Triple DTP (partida 26-1 del Instituto de Higiene, Facultad de Medicina de Montevideo).

Instrumental. Se utilizó un cromatógrafo de gases Pye 304 con detector de llama dual (FID); integrador Pye CDP1; registrador Philips 8251.

Columna. Se utilizó una columna PEG 20M al 10% sobre Diatomite M AW 100-120 mallas, de 1,5 m de longitud y 3 mm de diámetro interno.

Condiciones de operación. Flujo de gas portador: N₂ a 30 ml/min; temperatura de columna, 80 °C; tempera-

PALABRAS CLAVE: Vacunas, formaldehído residual, cromatografía gaseosa.

KEY WORDS: Vaccines, residual formaldehyde, gas chromatography.

tura de inyector y detectores, 175 °C.

Soluciones patrón. Se prepararon soluciones de formaldehído al 0.05, 0.02, 0.01 y 0.001% por dilución con agua destilada.

Corridas. Se inyectoron 5 µl de

cada solución tipo para establecer la escala básica, observándose el pico de formaldehído a los 65 segundos y el de metanol a los 150 segundos.

Se inyectoron 5 µl de muestras de vacuna sin preparación previa.

RESULTADOS

Solución	formaldehído (65s) ^a	metanol(150s) ^a
0.05 %	3490 ± 90 UA ^b	9040 ± 90
0.02 %	1430 ± 40	3630 ± 45
0.01 %	710 ± 15	1800 ± 25
0.001 %	68 ± 5	175 ± 10

a: Tiempo de retención observado.

b: UA Unidades de Area registradas en el integrador. Promedio de diez determinaciones.

Tabla I. Determinación de formaldehído en las soluciones patrón.

Vacuna	formaldehído
DT	280 ± 10 UA (equivalente a 0.004%)
DTP	210 ± 8 UA (equivalente a 0.003%)

Tabla II. Determinación de formaldehído residual en vacunas

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se puede deducir que el método de cromatografía gaseosa es apto para la determinación de formaldehído residual, en particular al existir un valor máximo de residuo permitido, que está por encima del límite de detección del equipo.

Como ha sido señalado anteriormente ¹¹, el índice de respuesta del formaldehído en el FID es más bajo que el de otras sustancias orgánicas (la sensibilidad para el metanol es aproximadamente diez veces superior según nuestros resultados). Si bien se recomienda el uso del catarómetro como detector

adecuado al formaldehído ⁸, en este caso la señal derivada del agua de la muestra impide su uso. El FID no es sensible a la presencia de agua.

El mayor inconveniente del método propuesto deriva del uso de muestras acuosas que contienen productos no volátiles. El deterioro de las columnas debido a la presencia de agua ¹² es reducido trabajando a bajas temperaturas en el horno de columnas; el debido a componentes no volátiles es inevitable, pero es aceptable teniendo en cuenta las ventajas derivadas de la rapidez y simplicidad del método.

AGRADECIMIENTOS. Los autores agradecen la colaboración y apoyo recibidos del Dr. L. Colensky y el I.Q. M. Caldevilla, del Instituto de Higiene de la Facultad de Medicina de Montevideo. Una valiosa donación de equipos de

laboratorio de la firma Philips (Uruguay) al Instituto de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de Montevideo hizo posible el trabajo.

RESEÑA BIBLIOGRAFICA

1. Colensky, L., *Comunicación personal*.
2. Jacobs, M. B., E.L. Eastman, y D.L. Shepard, (1951) *J. Amer. Pharm. Assoc.* 40: 365-7
3. Taylor, E. M. y P. J. Moloney, (1957). *J. Amer. Pharm. Assoc.* 46: 229-301
4. Bertrand, P., J. C. Godfrain, y L. Llandier, (1957) *Ann. Inst. Pasteur* 93: 525-31
5. Romano, E. (1958) *Riv. ist. sieroterapeut. ital.* 33: 145-9
6. Chandler, M.D. y G.N. Frerichs, (1980) *J. Biol. Stand.* 8: 139-44
7. Chandler, M.D. y G.N. Frerichs, (1980) *J. Biol. Stand.* 8: 145-9
8. Mindrup, L. (1978) *J. Chromatog. Sci.* 16: 380-9
9. Yokouchi, Y., T. Fujii, Y. Ambe y K. Fuwa (1979) *J. Chromatog.* 180: 133-8
10. Dumas. T. (1982) *J. Chromatog.* 247: 289-95
11. *Fundamentals of Gas-Chromatography* (1982). Philips-Pye 7041 047 27311, Cambridge
12. *Supelco Bulletin 739H* (1978) Supelco, Bellefonte, EE.UU.