

Methoden zur Untersuchung von Papier, Karton und Pappe für Lebensmittelverpackungen und sonstige Bedarfsgegenstände

5 Bestimmung von Einzelsubstanzen

5.13 2-Brom-2-nitropropandiol (1,3)

1. Allgemeine Angaben

$C_3H_6BrNO_4$ M = 199.99 g/mol

Bezeichnung in den Empfehlungen XIV und XXXVI: 2-Brom-2-nitropropandiol (1,3)

Ordnungsnummer in der Empfehlung XIV: Nr. 2 Buchst. f

Ordnungsnummer in der Empfehlung XXXVI: B VII 13, Schleimbekämpfungsmittel

Stand: Mai 1983

Analytisches Messprinzip: Gaschromatographie

2. Grundlagen des Verfahrens

Von der zu untersuchenden Probe wird ein Kaltwasserextrakt hergestellt und dieser unter Zusatz von 2-Nitrophenol am Rotationsverdampfer zur Trockne eingengt.

2-Brom-2-nitropropandiol (1,3) wird in den entsprechenden Siliconether überführt und anschließend gaschromatographisch mittels Flammenionisationsdetektor bestimmt.

3. Chemikalien und Lösungen

Es sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ bzw. „für die Chromatographie“ und destilliertes Wasser oder Wasser gleicher Reinheit zu verwenden.

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
Methanol	k. A.	k. A.
Acetonitril (CH_3CN)	k. A.	k. A.
Triethylamin ($(C_2H_5)_3N$)	k. A.	k. A.
N-Methyl-N-(trimethylsilyl)- 2,2,2-trifluoracetamid ($C_6H_{12}F_3NOSi$; MSTFA)	k. A.	k. A.
2-Nitrophenollösung	k. A.	2-Nitrophenol ($(NO_2)C_6H_4OH$) ist innerer Standard, Retentionszeit: 4,7 min. 50 mg 2-Nitrophenol werden auf 0,1 mg genau gewogen und in 100 ml Methanol gelöst.
Eichstandard	17,7%ige Lösung von 2-Brom-2-nitropropandiol	k. A.

Tabelle 1 Chemikalien und Lösungen

4. Geräte

- 4.1 Gaschromatographiergerät mit Flammenionisationsdetektor und Auswertegerät
- 4.2 Stahlsäule ($l = 2 \text{ m}$, $d_1 = 0,3 \text{ mm}$), Füllung 2% Silicon SE 30 auf Chromosorb WAW - DMCS 80-100 mesh ASTM
- 4.3 Mikroliterspritze, Inhalt 2 μl
- 4.4 Analysenwaage, Messgenauigkeit 0.0001 g
- 4.5 Rotationsverdampfer
- 4.6 Aluminiumfolie oder ähnliche Abdeckfolie
- 4.7 Becherglas, 1000 ml, DIN 12331
- 4.8 Messkolben mit Kegelschliffhülse und Stopfen, 1000 ml, 100 ml, 5 ml, DIN 12664
- 4.9 Trichter, DIN 12445
- 4.10 Saugflasche, 1000 ml, DIN 12476
- 4.11 Glasfilternutsche, Porosität G 2
- 4.12 Messzylinder, 500 ml, DIN 12680 Teil1
- 4.13 Messpipetten, 50 ml, 2 ml, 1 ml, DIN 12 697
- 4.14 Stoppuhr
- 4.15 Rundkolben, 1000 ml, 100 ml, DIN 12347

5. Probenahme und Probenvorbereitung

5.1 Probenahme

Die Probenahme ist im Prüfbericht (11) genau zu beschreiben. Damit keine Veränderung der Probe bis zur Durchführung der Prüfung eintritt, ist die Probe in Aluminiumfolie einzuschlagen.

5.2 Probenvorbereitung

Aus der Probe sind mindestens 2 Probenstücke von je 10 dm² für die Durchführung der Prüfung zu entnehmen. Außerdem sind für die Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104 Teil 1 und zur Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103 gesondert mengengerechte Anteile zu berücksichtigen.

5.2.1 Probe für Kaltwasserextrakt

10 dm² der Probe werden in etwa 2 cm² große Stücke zerschnitten.

6. Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104 Teil 1

7. Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103

8. Herstellung des Kaltwasserextraktes

Die Probe nach 5.2.1 wird in ein 1000 ml-Becherglas gegeben und mit 500 ml Wasser von 20°C bedeckt. Das Becherglas wird mit z.B. Aluminiumfolie verschlossen. Der Ansatz wird unter gelegentlichem Umschütteln 24 h stehengelassen und dann durch eine Glasfilternutsche abgesaugt. Man wäscht mit etwas Wasser nach und verwendet das klare Filtrat für die Bestimmung.

9. Durchführung

9.1 Aufbereitung des Kaltwasserextraktes

Der Kaltwasserextrakt (8) wird in einen 1000 ml-Rundkolben übergeführt und mit 10 ml einer methanolischen 2-Nitrophenollösung (siehe Tabelle 1) versetzt. Die Lösung wird am Rotationsverdampfer bis zur Trockne eingeeengt. Man nimmt den Rückstand in 1-2 ml Acetonitril (siehe Tabelle 1) auf und überführt ihn in einen 5 ml Messkolben. Nach der Zugabe von 0,5 ml Triethylamin (siehe Tabelle 1) und 0,5 ml MSTFA (siehe Tabelle 1) wird der Kolben sofort verschlossen und 10 min bei Raumtemperatur zur Reaktion stehen gelassen. Man füllt bis zur Marke mit Acetonitril auf. 2 µl dieser Lösung werden gaschromatographiert.

9.2 Gaschromatographische Bedingungen

Temperaturen:	Injektorblock 260°C Detektor 265°C Säule Temperaturprogramm 120-200°C, 4°C/min Initial Time 4 min
---------------	--

Gase, Strömungen	Stickstoff (Trägergas) 60 ml/min
------------------	----------------------------------

9.3 Herstellung der Stammlösung

10 g Eichstandard (siehe Tabelle 1) werden auf 1 mg genau gewogen und in 1 l Methanol (siehe Tabelle 1) gelöst. 1 ml dieser Lösung wird in einen 100 ml-Messkolben pipetiert und mit Methanol aufgefüllt. Davon werden 30 ml in einen 100 ml-Rundkolben pipetiert, mit 10 ml einer methanolischen 2-Nitrophenollösung (siehe Tabelle 1) versetzt und am Rotationsverdampfer bis zur Trockne eingeeengt. Der Rückstand wird mit 1-2 ml Acetonitril (siehe Tabelle 1) in einen 5 ml Messkolben übergeführt. Nach der Zugabe von 0,5 ml Triethylamin (siehe Tabelle 1) und 0,5 ml MSTFA (siehe Tabelle 1) wird der Kolben sofort verschlossen und bei Raumtemperatur 10 min zur Reaktion stehen gelassen. Man füllt bis zur Marke mit Acetonitril auf. 2 µl dieser Lösung werden gaschromatographiert.

10. Auswertung

Es sind Parallelbestimmungen von mindestens 2 Proben durchzuführen.

Retentionszeit:	2-Brom-nitropropaniol	4,3 min
	2-Nitrophenol	5,9 min

Die gaschromatographische Auswertung erfolgt über die vom Integrator errechneten oder der ausgemessenen Peakflächen der Probe im Vergleich zur Peakfläche der Standardsubstanz.

Der Gehalt G_{BNP} an 2-Brom-2-nitropropaniol (1,3) beträgt

a) bezogen auf die Flächenmasse mg/d²:

$$G_{BNP1} = \frac{FE_p \cdot 53,1}{FE_s \cdot A_p \cdot 1000}$$

b) bezogen auf die Trockenmasse der Probe in mg/kg:

$$G_{BNP2} = \frac{FE_P \cdot 53,1 \cdot 100}{FE_S \cdot A_P \cdot m_A}$$

Hierin bedeuten:

FE_P = Flächeneinheiten der Probe

FE_S = Flächeneinheiten des Standards

A_P = Fläche Papier in dm²

m_A = Flächenmasse der Probe nach DIN 53104 Teil1 in g/m²

11. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe

Anzahl der Parallelbestimmungen

Trockengehalt der Probe nach DIN 53103

Flächenmasse der Probe in g/m² nach DIN 53104 Teil 1

Kaltwasserextrakt

Gehalt an 2-Brom-2-nitropropan-1,3-diol (1,3)

Einzelwerte und Mittelwert

Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift

Prüfdatum

12. Nachweisgrenze

2,5 µg 2-Brom-2-nitropropan-1,3-diol (1,3)/dm²

13. Wiederfindungsrate

ca. 70-80%

14. Literatur

Nach M. Willemart von Roussel Uclaf-Romainville

9. Mitteilung der Kunststoffkommission des Bundesgesundheitsamtes zur Untersuchung von Kunststoffen, Methoden zur Prüfung von Papieren, Kartons und Pappen, 1. AI Herstellung von Wasserextrakten, Bundesgesundheitsblatt 10, S. 101 (1967).