

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

5. Bestimmung von Einzelsubstanzen

5.17 3.5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion

1. Allgemeine Angaben

$C_5H_{10}N_2S_2$ M = 162,29 g/mol

Bezeichnung in der Empfehlung XXXVI: 3.5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion

Ordnungsnummer: B VII 4, Schleimbekämpfungsmittel

Stand: 1972

Analytisches Messprinzip: Photometrie

6. Teil*

Bestimmung von 3.5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion

2. Grundlagen des Verfahrens

3.5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion spaltet bei der hydrolytischen Zersetzung mit Schwefelsäure Schwefelkohlenstoff ab. Dieser wird abdestilliert und im Destillat mit Kupferacetat-Diethanolamin-Reagens als gelbfarbiges Cu-N.N-bis-(2-hydroxyäthyl)dithiocarbamat photometrisch bestimmt.

3. Chemikalien

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
1:1 verdünnte Schwefelsäure	k. A.	Schwefelsäure konz. : Wasser (1:1 v/v)
Methanol	k. A.	reinst
Zinkacetat $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot H_2O]$	20% ige wässrige Lösung	k. A.
Farbreagens	k. A.	4,0 mg Kupfer-(II)-acetat $[Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O]$ werden in einem 250 ml-Messkolben in 10 ml reinstem Methanol und 25 ml reinstem Diethanolamin gelöst. Anschließend wird mit reinstem Methanol bis zur Marke aufgefüllt.

* 9 E. Mitteilung zur Untersuchung von Kunststoffen: BGesundhBl. 15, 135 (1972).

5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion-Standardlösung	k. A.	500 mg 3.5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion werden in einem 50 ml-Messkolben in etwa 10 ml reinstem Chloroform gelöst. Anschließend wird mit reinstem Chloroform bis zur Marke aufgefüllt. Zur Herstellung der Standardlösung wird 1,0 ml dieser Lösung in einem 100 ml-Messkolben mit reinstem Chloroform bis zur Marke aufgefüllt.
Stickstoff	k. A.	komprimiert

Tabelle 1 Chemikalien und Lösungen

4. Geräte

4.1 Destillationsapparatur. Diese besteht aus folgenden Einzelteilen:

250 ml-Dreihals-Rundkolben (Mittelhals NS 29, Seitenhalse schräg, NS 14,5).

1 Tropftrichter zu 150 ml, NS 14,5.

1 Gaseinleitungsrohr, NS 14,5, das bis auf den Boden des Dreihals-Rundkolbens reicht.

1 Rückflusskühler (NS 29, Mantellänge etwa 15 cm) mit rechtwinkelig gebogenem Abgangsrohr (Rohrende Kern NS 10).

2 Gasabsorptionsrohre (Sammelrohre) NS 24 als Vorlagen, Volumina 40-50 ml mit zwei dazugehörigen Aufsätzen (nach Art der Gaswaschflaschen-Aufsätze); Rohren den jeweils NS 10; Kerne für den Anschluss der Gasabsorptionsrohre jeweils NS 24.

Aufbau der Destillationsapparatur:

Auf den Mittelhals des 250 ml-Dreihals-Rundkolbens wird der Rückflusskühler aufgesetzt. Der eine Seitenhals des Dreihals-Rundkolbens wird mit dem Tropftrichter, der andere mit dem Gaseinleitungsrohr verschlossen. An das Abgangsrohr des Rückflusskühlers (NS 10) werden hintereinander beide Aufsätze mit den dazugehörigen Gasabsorptionsrohren angeschlossen.

4.2 25 ml-, 50 ml- und 250 ml-Messkolben.

4.3 Messpipetten.

4.4 Lichtelektrisches Photometer.

5. Aufstellung der Vergleichskurve

Man pipettiert 0,5 ml der 3.5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion-Standardlösung (siehe Tabelle 1) in den 250 ml-Dreihals-Rundkolben und entfernt das Lösungsmittel durch vorsichtiges Verdampfen. Anschließend wird die Destillationsapparatur, wie unter b) beschrieben, aufgebaut. In das erste Gasabsorptionsrohr, das an den Rückflusskühler angeschlossen ist, gibt man, um etwa vorhandene störende Schwefelverbindungen zu

beseitigen, 10 ml 20%ige Zinkacetatlösung (siehe Tabelle 1) und in das zweite Gasabsorptionsrohr 15 ml Farbreagens (siehe Tabelle 1). Durch den Tropftrichter gibt man ohne Unterbrechung 80-100 ml heiße 1:1 verdünnte Schwefelsäure (siehe Tabelle 1) in den Dreihals Rundkolben. Dann wird der Kolbeninhalt unter gleichzeitigem Einleiten von Stickstoff (siehe Tabelle 1) durch das Gaseinleitungsrohr (etwa 2 Blasen pro Sekunde) 60 Minuten zum Sieden erhitzt. Anschließend gibt man den Inhalt des zweiten Gasabsorptionsrohres (Farbreagens-Reaktionsgemisch) unter Nachspülen mit reinstem Methanol (siehe Tabelle 1) in ein 25 ml-Messkölbchen und füllt mit reinstem Methanol bis zur Marke auf.

Nach 15 Minuten langem Stehen wird die Extinktion der Lösung bei 420 nm in einer 50 mm-Küvette gegen eine Mischung von 15 ml-Farbreagens (siehe Tabelle 1) und 10 ml reinstem Methanol (siehe Tabelle 1) gemessen.

In weiteren Versuchsreihen werden die Extinktionen für 100, 150 und 200 µg 3,5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion gemessen, indem man jeweils 1,0, 1,5 und 2,0 ml-Standardlösung (siehe Tabelle 1) in den 250 ml-Dreihals-Rundkolben einpipettiert und wie oben beschrieben weiter verfährt..

6. Bestimmung von 3,5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion

3 g klein zerschnittenes Papier werden in den 250 ml-Dreihals-Rundkolben gegeben und 80-100 ml heiße 1:1 verdünnte Schwefelsäure (siehe Tabelle 1) durch den Tropftrichter hinzugefügt. Anschließend verfährt man wie unter 5. beschrieben.

3,5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion darf nicht nachweisbar sein.

7. Auswertung

Gehalt an 3,5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion

$$\text{in ppm} = \frac{A}{E}$$

$$\text{in \%} = \frac{A}{E} \cdot 0,0001$$

Hierbei bedeuten:

A = µg 3,5-Dimethyl-tetrahydro-1,3,5-thiadiazin-2-thion, an Hand der Eichkurve ermittelt,

E = Einwaage in Gramm.