

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

5. Bestimmung von Einzelsubstanzen

5.6 Benzylalkohol

1. Allgemeine Angaben

$C_6H_5CH_2OH$ MG = 108,13

Bezeichnung in der Empfehlung XXXVI:
 Addukt aus 70 % Benzylalkohol und 30 % Formaldehyd

Ordnungsnummer: B VIII 5, Konservierungsstoffe

Stand: März 1979

Analytisches Messprinzip: Gaschromatographie

Bearbeiter: H.-J. Bother*, E. Petermann und I. Vetter**

* Bayer AG, Werk Uerdingen, Postfach 166, 4150 Krefeld 11.

** Herzberger Papierfabrik, Ludwig Osthusenrich GmbH & Co. KG, Andreasberger Straße 1, 3420 Herzberg/Harz.

2. Grundlagen des Verfahrens

Die zu untersuchende Probe wird mit Cyclohexan extrahiert und der im Extrakt vorliegende Benzylalkohol gaschromatographisch bestimmt.

3. Chemikalien

Es sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „für die Chromatographie“ zu verwenden.

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
Benzylalkohol	k. A.	k. A.
Cyclohexan	k. A.	k. A.
Natriumsulfat	k. A.	wasserfrei

Tabelle 1 Chemikalien

4. Geräte

- 4.1 Gaschromatographiergerät mit Flammenionisationsdetektor mit Auswertegerät
- 4.2 Stahlsäule. Länge = 1 m, Durchmesser 1/8", gefüllt mit 15% Äthylenglykolsuccinat (EGS) auf Kieselgur 0,15-0,2 mm, 70-100 mesh ASTM
- 4.3 Mikroliterspritze, Inhalt 1 µl
- 4.4 Injektionsflaschen, 20 ml, mit cyclohexanbeständigem Septum und Aluminiumkappen
- 4.5 Verschlusszange für Injektionsflaschen
- 4.6 Analysenwaage, Messgenauigkeit 0,0001 g
- 4.7 Vollpipette, 10 ml, DIN 12691
- 4.8 Messkolben mit Kegelschliffhülse und Stopfen, 100 ml, 10 ml, DIN 12664

4.9 Messpipetten, 10 ml, DIN 12621

5. Probenahme und Probenvorbereitung

5.1 Probenahme

Die Probenahme erfolgt nach DIN 53101. Damit keine Veränderung der Probe bis zur Durchführung der Prüfung eintritt, ist die Probe in Aluminiumfolie einzuschlagen.

5.2 Probenvorbereitung

Die Probe wird in Schnitzel von ca. 0,5 X 0,5 cm Kantenlänge zerschnitten. Außerdem sind für die Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104, Teil 1, und zur Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103 gesondert mengengerechte Anteile zu entnehmen.

6. Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104, Teil 1

7. Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103

8. Extraktion der Probe

Von der geschnitzelten Probe wird 1 g auf 0,0001 g genau gewogen, in eine Injektionsflasche (4.4) gegeben und mit ca. 0,2 g Natriumsulfat (siehe Tabelle 1) versetzt. Nach Zugabe von 10 ml Cyclohexan (siehe Tabelle 1) wird die Injektionsflasche verschlossen und die Probe 24 h bei 200 C unter gelegentlichem Umschütteln extrahiert.

9. Durchführung

9.1 Gaschromatographische Bedingungen

Injektortemperatur:	250° C
Säulentemperatur:	11 min isotherm bei 130° C, dann Temperatursteigerung* mit 8° C/min auf 180°C
Detektortemperatur:	300° C
Stickstoff (Trärgas):	30 ml/min
Wasserstoff:	30 ml/min
Luft:	240 ml/min

9.2 Aufstellung der Vergleichskurve

9.2.1 Herstellung der Stammlösung

0,1 g (genau gewogen) Benzylalkohol (siehe Tabelle 1) wird in einen 100 ml-Messkolben gegeben und mit Cyclohexan zur Eichmarke aufgefüllt.

9.2.2 Herstellung der Verdünnungen

Die Konzentrationen der Verdünnungen sind so zu wählen, dass der zu erwartende Benzylalkoholgehalt im Extrakt der Probe im Bereich der Verdünnungen liegt. Von der Stammlösung (9.2.1) werden drei verschiedene Mengen in je einen 10 ml-

* Temperatursteigerung ist nur erforderlich, wenn mit innerem Standard (5. Anmerkung 1.) gearbeitet wird. Das Einschalten des Temperaturprogramms zur Nachreinigung (Ausheizen) der Säule wird jedoch empfohlen.

Messkolben pipettiert, mit Cyclohexan zur Eichmarke aufgefüllt (Standardlösungen 1, 2, 3) und gut durch gemischt.

Von jeder Standardlösung wird jeweils 1 µl dreimal injiziert unter den gleichen gaschromatographischen Bedingungen wie bei der Durchführung der Bestimmung für die Probe. Die Peakflächen der Messkomponenten werden bestimmt, und aus den drei jeweils zusammengehörenden Flächen bildet man das arithmetische Mittel. Dieses trägt man gegen die zugehörigen Konzentrationen (bezogen auf 10 ml Volumen) in einem Diagramm auf. Die erhaltenen Punkte müssen sich durch eine Gerade verbinden lassen, die durch den Koordinaten-Nullpunkt verläuft. Aus dem Vergleichsdiagramm kann die zu einer Peakfläche gehörende Konzentration (bezogen auf 10 ml Volumen) abgelesen werden.

9.3 Bestimmung des Benzylalkoholgehaltes

Aus der Extraktionsflasche (Injektionsflasche) wird mit einer Mikroliterspritze Extrakt entnommen und genau 1 µl in den vorbereiteten Gaschromatographen eingespritzt. Die Analyse wird mindestens noch zweimal mit dem gleichen Extrakt wiederholt. Die Peakflächen der Messkomponenten werden bestimmt und das arithmetische Mittel gebildet.

Anmerkung:

1. Werden regelmäßige Untersuchungen durchgeführt, empfiehlt es sich, mit einem inneren Standard zu arbeiten. Als innerer Standard hat sich Phthalsäurediäthylester bewährt. Als Auswertemethode gilt Abszissenachse = Benzylalkohol, Ordinatenachse = Verhältnis Fläche Benzylalkehol/Fläche Phthalsäurediäthylester.
2. Generell gelten für die Auswertung von Gaschromatogrammen die Hinweise in: Analytische Methoden zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Allgemeine Vorbemerkungen Gaschromatographie, Bd. 1, S. 104-133 (1976), Verlag Chemie, Weinheim.

10. Auswertung

Es sind Parallelbestimmungen von mindestens zwei Proben durchzuführen. Der Gehalt an Benzylalkohol G_{B-OH} beträgt

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

$$G_{B-OH\ 1} = \frac{m_B}{m_{Tr} \cdot 1000}$$

b) bezogen auf die Flächenmasse der Probe in mg/m²:

$$G_{B-OH\ 2} = \frac{m_A \cdot m_B}{m_E}$$

Hierin bedeuten:

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

m_E = Einwaage der Probe in g

m_B = Masse an Benzylalkohol in mg, bezogen auf 10 ml Volumen, entnommen aus dem Vergleichsdiagramm

m_{Tr} = Einwaage der Probe in g, berechnet auf Trockengewicht nach DIN 53103

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
Benzylalkoholgehalt in mg/kg bzw. in mg/m² nach Abschnitt 10 a oder 10 b
Einzelwerte und Mittelwert
Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift
Prüfdatum

12. Wiederfindungsrate

ca. 93 %

13. Nachweisgrenze

1 x 10⁻⁸ g Benzylalkohol