

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

## 5. Bestimmung von Einzelsubstanzen

### 5.11 o-Phenylphenol

#### 1. Allgemeine Angaben

$C_{12}H_{10}O$        $M = 170,21 \text{ g/mol}$

Stand: 1972

Analytisches Messprinzip: Gaschromatographie

#### 7. Teil\*

#### *Gaschromatographische Bestimmung von o-Phenylphenol*

Vorbemerkung:

Die im Abschnitt B V des 1. Teiles der Methoden zur Prüfung von Papieren, Kartons und Pappen [BGesundhBl. 10 (1967) Nr. 7, S.104] beschriebene kolorimetrische Methode zur Bestimmung von o-Phenylphenol mit 4-Amino-Antipyrin wird bei Gegenwart von Holzbestandteilen (Lignin) gestört. Um diese Störungen zu umgehen, empfiehlt es sich, o-Phenylphenol bei Holzschliff enthaltenden Papieren, Kartons und Pappen nach der folgenden direkten gaschromatographischen Methode zu bestimmen.

#### 2. Isolierung von o-Phenylphenol aus Papieren, Kartons und Pappen sowie aus deren Kaltwasserextrakten

- a) Direkte Isolierung aus Papieren, Kartons und Pappen  
10 dm<sup>2</sup> Papier, Karton oder Pappe werden in etwa 2 cm<sup>2</sup> große Stücke zerschnitten und mit 250 ml Cyclohexan p.a. 1 Stunde lang unter Rückflusskühlung extrahiert. Der Cyclohexanextrakt wird durch Glaswolle abfiltriert, in einen Rundkolben übergeführt und im Vakuum-Rotationsverdampfer auf einige Milliliter eingeeengt. Den eingeeengten Extrakt gibt man unter Nachspülen mit Cyclohexan in einen 25 ml-Spitzkolben und engt auf etwa 1 ml ein. Nach Hinzufügen von 1 mg Diethylphthalat als innerer Standard, gelöst in 1 ml Cyclohexan, wird die Lösung für die gaschromatographische Prüfung auf o-Phenylphenol verwendet.
- b) Isolierung aus dem Kaltwasserextrakt von Papieren, Kartons und Pappen  
500 ml des nach Abschnitt A I des 1. Teils der Methoden zur Prüfung von Papieren, Kartons und Pappen [BGesundhBl. 10 (1967) Nr. 7, S. 101] hergestellten Kaltwasserextraktes werden dreimal mit je 100 ml Cyclohexan p. a. ausgeschüttelt. Der gesammelte Cyclohexanextrakt wird weiter wie unter a) beschrieben eingeeengt und nach Hinzufügen des inneren Standards (1 mg Diethylphthalat in 1 ml Cyclohexan) für die quantitative gaschromatographische Bestimmung verwendet.

---

\* 9 F. Mitteilung zur Untersuchung von Kunststoffen: BGesundhBl. 15, 215 (1972).

### 3. Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Säule:	4 m, Kupfer, Durchmesser (innen) 4 mm Trägermaterial: Kieselgur 60-100 mesh Stationäre Phase: Silicongummi SE-52 Belegung: 80 Tle. + 20 Tle. Temperatur: 195°C Einspritzblock: 250°C
Detektor:	FID, 300°C
Trägergas:	Stickstoff Gesamtströmung: 48 ml/min Strömungsteilung: 40:8 (am Detektor gemessen 8 ml/min)
Probenmenge:	10 µl
Auswertmethode:	Höhe mal Halbwertbreite Eichgrade: x-Achse = mg o-Phenylphenol y-Achse = Verhältnis Fläche o-Phenylphenol: Fläche Standard
Nachweisgrenze:	ca. 0,2 mg o-Phenylphenol