

5. Die Bedeutung der Ergebnisse für die Praxis, insbesondere für die Anwendungsmöglichkeit von Antibiotica-Konservierungsstoffgemischen zur Fischbeeisung werden diskutiert.

Die Untersuchungen wurden zu einem Teil mit Unterstützung des Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten, zu einem anderen Teil mit Unterstützung der Deutschen Forschungsgemeinschaft durchgeführt; beiden Stellen sei hierfür vielmals gedankt.

## Ultrarotspektroskopische Untersuchung von Kunststoff-Folien auf fettlösliche Weichmacher\*

Von

HUBERT WOLFGANG EICH\*\*

*Mitteilung aus dem Chemischen Untersuchungsamt für das Saarland, Saarbrücken*

Mit 11 Textabbildungen

*(Eingegangen am 2. Januar 1961)*

Kunststoff-Folien, die zur Verpackung von Lebensmitteln dienen, sollen nicht knittern und beim Knicken keinen Weißbruch zeigen, sondern eine gewisse Weichheit besitzen. Diese wird durch das Verarbeiten der Kunststoffe mit Weichmachern erreicht. Die Weichmacher sind ihrer chemischen Konstitution nach überwiegend Ester und zeigen im Gegensatz zu dem polymeren Grundstoff als monomer vorhandene Verbindung<sup>1</sup> meist gute Löslichkeit in Fetten und Ölen.

### *Arbeitsweise*

Der Nachweis, ob die Weichmacher aus der Folie und in welcher Menge auf die genannten Lebensmittel übergehen, bietet im Gegensatz zu ihrer Bestimmung in abdestillierbaren Flüssigkeiten Schwierigkeiten. Die gelöste Weichmachermenge ist nicht so groß, daß sie durch eine Veränderung der Kennzahlen des Fettes bzw. Öles erfaßt werden könnte. Auch bietet die Gewichtsveränderung der mit Fett behandelten Folie keine exakte Beurteilungsmöglichkeit, da die Folie trotz Weichmacheraufgabe an Gewicht zunehmen kann, bedingt durch Aufnahme von Fettsubstanz.

Eine gute Möglichkeit zur Beurteilung solcher Fragen ist durch die Ultrarotspektroskopie gegeben<sup>2</sup>. Wenn es auch mittels dieser Methode<sup>3</sup> nicht möglich war, Weichmacher in dem zur Extraktion benutzten Fett bzw. Öl nachzuweisen, so konnte hier unbeschadet einer Fettaufnahme der Folie der Austritt an Weichmacher durch Veränderung der für den Weichmacher charakteristischen Banden erkannt werden.

\* Die Arbeit wurde mit Mitteln des ERP-Sondervermögens durchgeführt, für deren Bereitstellung ich dem Bundesministerium des Innern und der Deutschen Forschungsgemeinschaft danke.

\*\* Es sei mir auch an dieser Stelle gestattet, Herrn Professor Dr. J. EISENBRAND für die Förderung dieser Arbeiten und sein stetes Interesse an ihnen meinen aufrichtigen Dank auszusprechen.

<sup>1</sup> EISENBRAND, J., u. H. W. EICH: Diese Z. **112**, 194—197 (1960).

<sup>2</sup> Die Spektren wurden mit dem Perkin-Elmer-IR-Spektrophotometer, Modell 21, aufgenommen.

<sup>3</sup> LUTHER, H., H. MEYER u. H. LOEW: Z. analyt. Chem. **170**, 155—166 (1959).

Um festzustellen, welche Banden im IR-Spektrum dem in der Folie vorhandenen Weichmacher zuzuordnen sind, wurde das IR-Spektrum der Folie mit dem IR-Spektrum der gleichen Folie, die 5 Std lang mit Äther am Rückfluß gekocht worden war, verglichen. Bei dieser Ätherextraktion wird der Weichmacher nahezu quantitativ aus der Folie herausgelöst. Zur Identifizierung des Weichmachers wurde vom Rückstand der Ätherextraktion ein IR-Spektrum aufgenommen und dieses mit Weichmacherspektren verglichen<sup>1</sup>.

Da es sich bei den Weichmachern meistens um Ester handelt, fiel in den äther-extrahierten Folien vor allem das Fehlen der  $C=O$ -Bande im Bereich von  $5,75\ \mu$  ( $1740\text{ cm}^{-1}$ ) auf (Abb. 1, 5, 8). Diese Bande ist stets gut ausgeprägt und für Esterweichmacher charakteristisch. Deshalb wurde ihre Verkleinerung in den meisten Fällen zur quantitativen Bestimmung des durch Lagerung der Folie im Fett bedingten Austrittes von Weichmacher herangezogen. Erschwert sind die Auswertungen der Bandenveränderung durch die auftretende Untergrundabsorption, die bei Kunststoffen als technischen Produkten, bedingt durch die Vielzahl vorhandener Stoffe, in starkem Maße auftritt.

Zur quantitativen Auswertung der Bandenveränderung unter Berücksichtigung der Untergrundabsorption sind mehrere Methoden bekannt, z. B. das Grundlinien- oder Baseline-Verfahren, die Verwendung des isobestischen Punktes oder das Einführen des kompensierten Extinktionskoeffizienten<sup>2</sup>. Diese teils umständlichen Verfahren konnten bei den hier beschriebenen Untersuchungen umgangen werden, indem die Untergrundabsorption der Absorption der mit Äther extrahierten Folie gleichgesetzt wurde im Wellenlängenbereich der für den Weichmacher charakteristischen Banden.

So wurde bei der quantitativen Auswertung der Veränderung der Weichmacherbanden die Extinktion in Abzug gebracht, die die ätherextrahierte Folie im betreffenden Wellenlängenbereich aufweist. Bei der Errechnung des Weichmacherverlustes wurde von der Annahme ausgegangen, daß der Gehalt an Weichmacher direkt proportional der Höhe der Banden ist, die für den Weichmacher spezifisch sind.

Als Extraktionsmittel wurden Schmalz und Erdnußöl benutzt. Die Lagerung der Folie in diesen Lebensmitteln fand teils bei Zimmertemperatur, teils bei  $60^\circ$  und  $100^\circ\text{ C}$  statt.

### Untersuchung einer Folie aus Polyvinylidenchlorid

Abbildung 1, Kurve I, zeigt das IR-Spektrum einer Folie aus Polyvinylidenchlorid (Dicke:  $0,3\text{ mm}$ ), zu erkennen an den Banden bei  $7,4$ ,  $9,35$ ,  $9,6$ ,  $11,3$  und  $13,3\ \mu$  ( $1351$ ,  $1070$ ,  $1042$ ,  $885$ ,  $752\text{ cm}^{-1}$ ) und vor allem an der nach größeren Wellenlängen

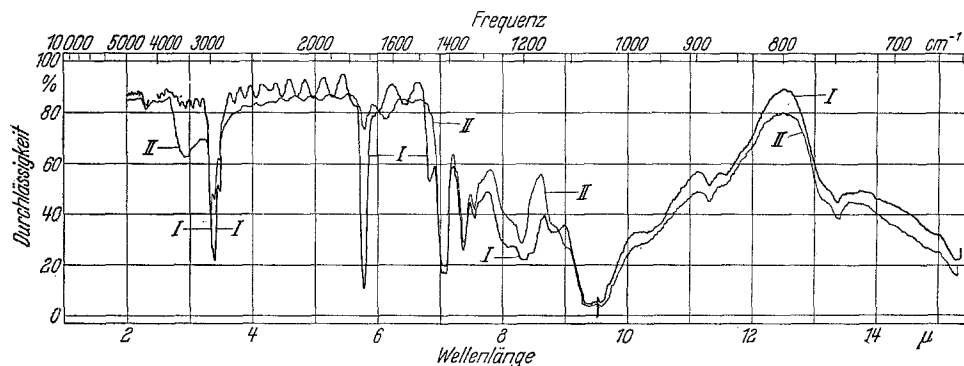


Abb. 1. IR-Spektrum einer Polyvinylidenchloridfolie mit Butylstearat als Weichmacher. I: Originalfolie; II: Folie nach Extraktion des Weichmachers durch 5stündiges Kochen in Äther

<sup>1</sup> HUMMEL, D.: Kunststoff-, Lack- u. Gummianalyse. Tafelband. München: Carl Hanser 1958.

<sup>2</sup> BRÜGEL, W.: Einführung in die Ultrarotspektroskopie. S. 270. Darmstadt: Steinkopff 1957.

hin verschobenen  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande bei  $7,1 \mu$  ( $1408 \text{ cm}^{-1}$ ). Bei Polyvinylchlorid ist diese Bande ebenfalls zum Längerwelligen hin verschoben, denn auch hier

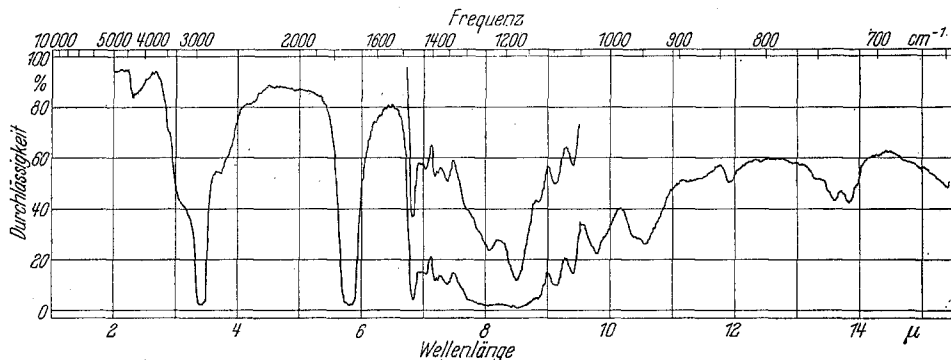


Abb. 2. IR-Spektrum des Weichmachers der Polyvinylidenchloridfolie (Butylstearat) aus dem Rückstand der Ätherextraktion

steht die  $\text{CH}_2$ -Gruppe in Nachbarschaft zu einem Cl-substituierten C-Atom. Beim PVC ist die  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande jedoch aufgespalten<sup>1</sup>.

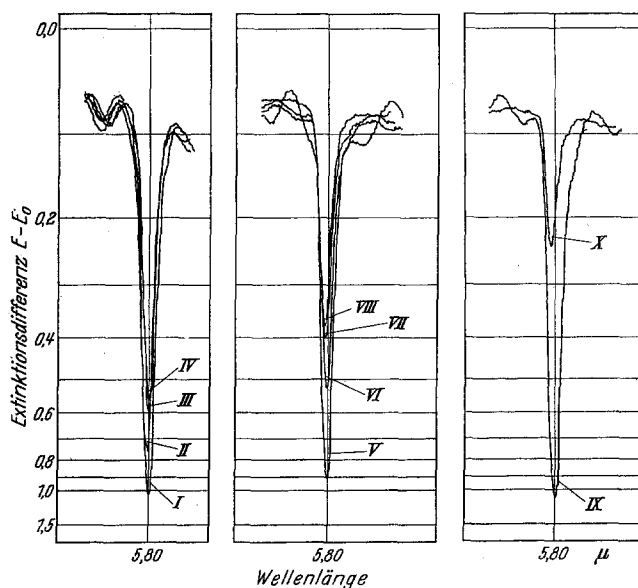


Abb. 3. Veränderung des IR-Spektrums der Polyvinylidenchloridfolie im Bereich von  $5,25$ — $6,25 \mu$  beim Lagern in Schmelz. I, V, IX: Originalfolien; II: 3 Tage bei Zimmertemperatur; III: 6 Tage bei Zimmertemperatur; IV: 9 Tage bei Zimmertemperatur; VI: 2 Std bei  $60^\circ \text{C}$ ; VII: 4 Std bei  $60^\circ \text{C}$ ; VIII: 6 Std bei  $60^\circ \text{C}$ ; X: 2 Std bei  $100^\circ \text{C}$

Die stark ausgeprägte Bande bei  $5,80 \mu$  ( $1724 \text{ cm}^{-1}$ ), die im Spektrum der mit Äther behandelten Folie fast fehlt (Abb. 1, Kurve II), ist dem in der Folie vorhandenen Weichmacher zuzuschreiben und charakterisiert diesen als einen Ester. Die Bande bei  $6,85 \mu$  ( $1460 \text{ cm}^{-1}$ ), die ebenfalls nach der Ätherextraktion nicht mehr erscheint, ist die  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande des Weichmachers, die hier im Gegensatz zur  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande des Polyvinylidenchlorids bei der charakteristischen Wellenlänge liegt.

Das Spektrum des Weichmachers (Abb. 2) mit Banden bei  $5,72$ ,  $8,55$  und  $13,88 \mu$  ( $1748$ ,  $1170$  und  $720 \text{ cm}^{-1}$ ) ist das eines

Esters mit langer aliphatischer Kette<sup>2</sup>. Durch Vergleich des Spektrums mit Spektren solcher Esterweichmacher ließ sich der Weichmacher als Butylstearat identifizieren.

<sup>1</sup> HUMMEL, D.: Zit. S. 84, Anm. S. 180; Textband.

<sup>2</sup> HUMMEL, D.: Zit. S. 285 Textband.

Abb. 4. Veränderung des IR-Spektrums der Polyvinylidenchloridfolie im Bereich von  $5,25-6,25 \mu$  beim Lagern in Erdnußöl. I, V, IX: Originalfolien; II: 3 Tage bei Zimmertemp.; III: 6 Tage bei Zimmertemp.; IV: 9 Tage bei Zimmertemp.; VI: 2 Std bei  $60^\circ \text{C}$ ; VII: 4 Std bei  $60^\circ \text{C}$ ; VIII: 6 Std bei  $60^\circ \text{C}$ ; X: 2 Std bei  $100^\circ \text{C}$

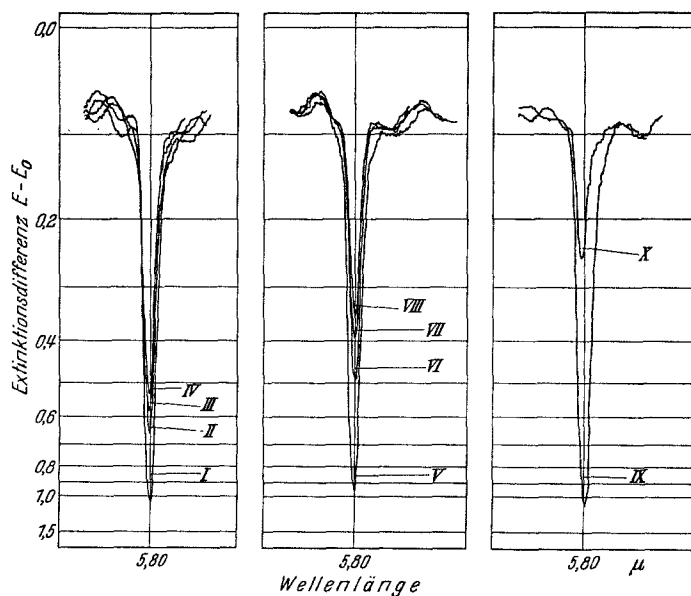


Tabelle 1. Weichmacherverlust einer Folie aus Polyvinylidenchlorid beim Lagern in Schmalz bzw. Erdnußöl bei Zimmertemperatur,  $60^\circ$  und  $100^\circ \text{C}$

Extraktionsmittel	Extraktionszeit	Temperatur	$E - E$ Untergrundabsorption	Abnahme an Weichmacher <sup>1</sup> in %
<i>Originalfolie (Ausgangswert) 0,95</i>				
Schmalz	3 Tage	Zimmertemperatur	0,68	28,4
„	6 „	„	0,51	46,4
„	9 „	„	0,47	50,5
<i>Originalfolie (Ausgangswert) 0,82</i>				
Schmalz	2 Std	$60^\circ \text{C}$	0,44	46,3
„	4 „	„	0,32	61,0
„	6 „	„	0,29	64,6
<i>Originalfolie (Ausgangswert) 0,97</i>				
Schmalz	2 Std	$100^\circ \text{C}$	0,16	83,5
<i>Originalfolie (Ausgangswert) 0,95</i>				
Erdnußöl	3 Tage	Zimmertemperatur	0,58	39,0
„	6 „	„	0,50	47,3
„	9 „	„	0,45	52,6
<i>Originalfolie (Ausgangswert) 0,86</i>				
Erdnußöl	2 Std	$60^\circ \text{C}$	0,41	52,3
„	4 „	„	0,31	63,9
„	6 „	„	0,27	68,6
<i>Originalfolie (Ausgangswert) 0,97</i>				
Erdnußöl	2 Std	$100^\circ \text{C}$	0,17	82,5

<sup>1</sup> Den Zahlenwerten liegt die Annahme zugrunde, daß der Weichmachergehalt direkt proportional der Bandenlänge ist.

Zur quantitativen Bestimmung des Überganges von Weichmacher in Schmalz bzw. in Erdnußöl wurde die Verkleinerung der  $C=O$ -Bande bei  $5,80\ \mu$  herangezogen.

Die Abb. 3 und 4 zeigen die Abnahme des Butylstearats in der Folie beim Lagern in Schmalz bzw. Erdnußöl bei Zimmertemperatur,  $60^\circ$  und  $100^\circ\text{C}$ . Die Ergebnisse der einzelnen Extraktionen sind in Tab. 1 zusammengestellt.

Aus Tab. 1 geht hervor, daß bei der ersten Lagerung der Folie in Schmalz bzw. Erdnußöl der Austritt von Butylstearat am größten ist und bei weiterem Lagern der Folie in den genannten Fetten stark abnimmt. Ein Grund hierfür wird darin zu suchen

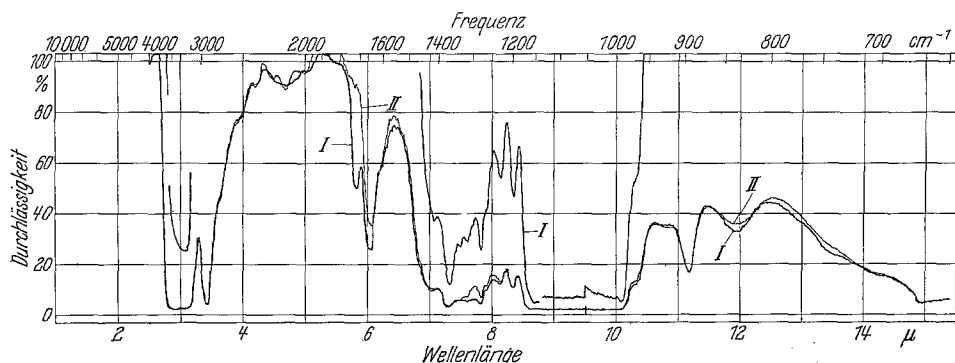


Abb. 5. IR-Spektrum einer Zellglasfolie mit Dicyclohexylphthalat als Weichmacher. I: Originalfolie; II: Die gleiche Folie nach Extraktion des Weichmachers durch 5stündiges Kochen in Äther. Zur besseren Auflösung ist die Originalfolie teilweise mit abgeschwächtem Vergleichsstrahl aufgenommen

sein, daß der Weichmacher bei der ersten Lagerung aus den Randzonen der Folie herausgelöst wird, während bei weiteren Extraktionen eine Wanderung desselben von innen nach außen erfolgen muß. Weiter ist ersichtlich, daß der Verlust an Weichmacher durch Behandeln der Folie mit Schmalz oder mit Erdnußöl weitgehend gleich ist. In beiden Fällen nimmt der herausgelöste Anteil bei höherer Temperatur trotz sehr verkürzter Lagerungszeit stark zu.

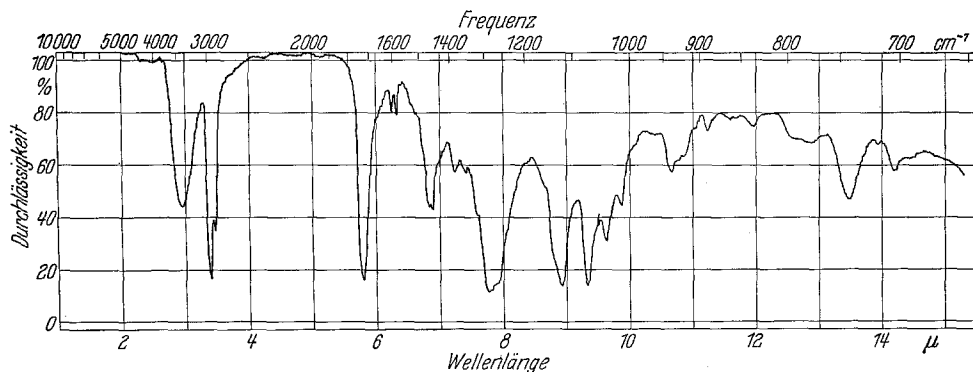


Abb. 6. IR-Spektrum des Weichmachers der Zellglasfolie (Dicyclohexylphthalat) aus dem Rückstand der Ätherextraktion

### Untersuchung einer Folie aus Cellulose

Abbildung 5, Kurve I, gibt das IR-Spektrum einer Zellglasfolie wieder, Kurve II zeigt das Spektrum der gleichen Folie nach 5stündigem Kochen in Äther. Die untersuchte Folie ist mit einer Dicke von  $0,3\text{ mm}$  nicht geeignet, ein gutes Cellulosespektrum

zu geben. Trotz starker Abschwächung des Vergleichsstrahles konnte im Bereich von  $8,5\text{--}10\ \mu$  keine Differenzierung erreicht werden.

Trotzdem ist das gewonnene Spektrum für eine Cellulosefolie charakteristisch. Im Gegensatz zu den Celluloseestern (Celluloseacetat, -acetobyrat, -diacetat u. a.<sup>1</sup>) fehlt im Spektrum die intensive Absorption der  $C=O$ -Gruppe bei  $5,75\ \mu$  ( $1739\text{ cm}^{-1}$ ). Dagegen erscheint sehr stark ausgeprägt die Bande der hier freien OH-Gruppe, die ungefähr bei  $2,9\ \mu$  ( $3448\text{ cm}^{-1}$ ) liegt und an Intensität die  $CH_2$ -Bande bei  $3,4\ \mu$  ( $2940\text{ cm}^{-1}$ ) wesentlich übertrifft. Die schwache Bande bei  $5,80\ \mu$  ( $1724\text{ cm}^{-1}$ ), die in dem Spektrum der ätherextrahierten Folie fehlt (Abb. 5, Kurve II), ist die  $C=O$ -Bande des Weichmachers. Aus den beiden Kurven in Abb. 5 ergibt sich, daß die Veränderung dieser Bande zur Beurteilung des Weichmacheraustrittes heranzuziehen ist.

Vom Rückstand der Ätherextraktion wurde zur Identifizierung des Weichmachers ebenfalls ein IR-Spektrum aufgenommen (Abb. 6). Dieses zeigt die bei Phthalsäureestern auftretende, sehr charakteristische Doppelbande bei  $6,25$  und  $6,35\ \mu$  ( $1600$  und  $1580\text{ cm}^{-1}$ ) und deutet bei Vergleich mit Spektren von Phthalsäureestern vor allem auf Dicyclohexylphthalat hin<sup>2</sup>, das vielleicht durch das Vorhandensein eines zweiten Weichmachers etwas modifiziert ist.

Wie aus Tab. 2 hervorgeht, wird in kurzer Zeit bei Lagerung der Folie in Schmalz bzw. Erdnußöl bei Zimmertemperatur derart viel Weichmacher herausgelöst, daß auf Extraktion bei höheren Temperaturen verzichtet werden könnte. Ebenfalls ist ersichtlich, daß durch die Lagerung der Folie in Schmalz wesentlich mehr Weichmacher extrahiert wird als bei entsprechender Lagerung in Erdnußöl.

#### Untersuchung einer Folie aus Polyvinylchlorid (PVC)

Abbildung 8, Kurve I, zeigt das IR-Spektrum einer Folie aus PVC (Dicke  $0,5\text{ mm}$ ). Bereits bei Polyvinylidenchlorid wurde auf die zum Langwelligen hin verschobene

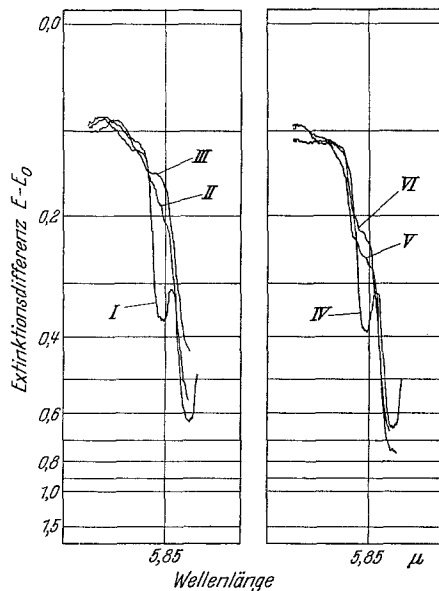


Abb. 7. Veränderung des IR-Spektrums der Zellglasfolie im Bereich von  $5,25\text{--}6,00\ \mu$  beim Lagern der Folie in Schmalz bzw. Erdnußöl bei Zimmertemperatur. I, IV: Originalfolien; II bzw. III: 4 Std bzw. 8 Std in Schmalz; V bzw. VI: 4 Std bzw. 8 Std in Erdnußöl

Tabelle 2. Weichmacherverlust einer Folie aus Zellglas beim Lagern in Schmalz bzw. Erdnußöl bei Zimmertemperatur

Extraktionsmittel	Extraktionszeit Std.	$E - E_{\text{Untergrund}}$ absorption	Abnahme an Weichmacher <sup>3</sup> in %
Originalfolie (Ausgangswert): 0,26			
Schmalz	4	0,08	69,2
	8	0,04	84,6
Originalfolie (Ausgangswert): 0,28			
Erdnußöl	4	0,15	46,5
	8	0,11	60,6

<sup>1</sup> BRÜGEL, W.: S. 351; Abb. 150.

<sup>2</sup> HUMMEL, D.: S. 139; Abb. 417, Tafelband.

<sup>3</sup> Vgl. diese Arbeit S. 49, Anm. 1.

Bande der  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande hingewiesen, die hier bei  $7\ \mu$  ( $1430\ \text{cm}^{-1}$ ) liegt und die für PVC charakteristische Aufspaltung aufweist<sup>1</sup>. Nach der Ätherextraktion der Folie, welche etwa 40% Weichmacher enthielt, ist im IR-Spektrum (Abb. 8, Kurve II) ein starker Bandenverlust festzustellen. Die Doppelbande bei  $6,25$  und  $6,35\ \mu$  ( $1600$  und  $1580\ \text{cm}^{-1}$ ) und deren Verlust beim Kochen mit Äther deuten bereits darauf hin, daß es sich beim Weichmacher um einen Ester der Phthalsäure handelt.

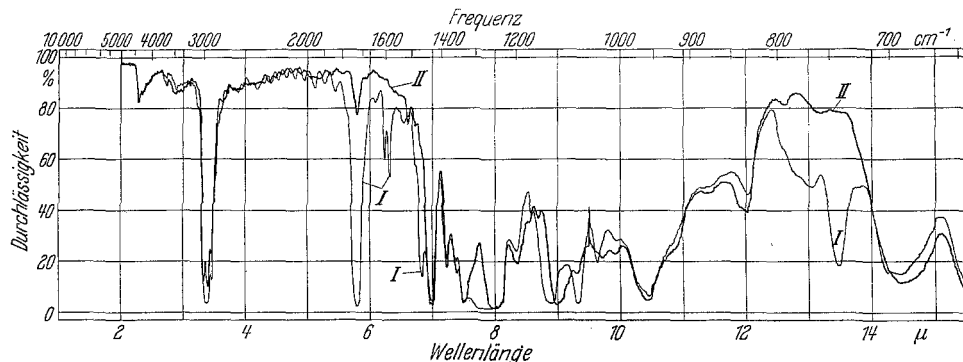


Abb. 8. IR-Spektrum einer PVC-Folie mit Dioctylphthalat als Weichmacher. I: Originalfolie; II: Die gleiche Folie nach Extraktion des Weichmachers durch 5stündiges Kochen in Äther

Das IR-Spektrum des Weichmachers (Abb. 9), gewonnen aus dem Ätherextrakt, charakterisiert diesen als Dioctylphthalat. Bezeichnend ist die Bande der  $\text{CH}_3$ -Schwingung bei  $7,27\ \mu$  ( $1376\ \text{cm}^{-1}$ ), die im Dicyclohexylphthalat (Abb. 6) fehlt. Weiter sind kennzeichnend die weniger stark ausgeprägten vier Banden zwischen  $10$  und  $11,2\ \mu$  und die Schulter an der aromatischen  $\gamma$ -Schwingung bei  $13,5\ \mu$  ( $741\ \text{cm}^{-1}$ )<sup>1</sup>.

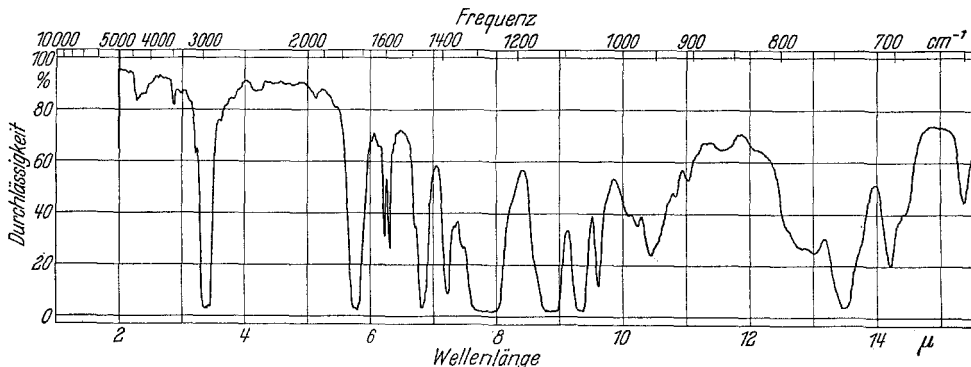


Abb. 9. IR-Spektrum des Weichmachers der PVC-Folie (Dioctylphthalat) aus dem Rückstand der Ätherextraktion

Im Gegensatz zu den anderen untersuchten Folien bieten sich hier mehrere für den Weichmacher charakteristische Banden an, um dessen Austritt beim Behandeln der Folie mit Fett quantitativ zu bestimmen: Die  $\text{C}=\text{O}$ -Bande bei  $5,80\ \mu$  ( $1724\ \text{cm}^{-1}$ ), die Doppelbande bei  $6,25$  und  $6,35\ \mu$ , die  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande, die hier im Gegensatz zur aufgespaltenen  $\text{CH}_2$ -Deformationsbande des PVC bei  $6,85\ \mu$  ( $1460\ \text{cm}^{-1}$ ) liegt und die Bande der aromatischen  $\gamma$ -Schwingung bei  $13,5\ \mu$ .

<sup>1</sup> HUMMEL, D.: Zit. S. 289 Textband.

Bei den Extraktionsversuchen wurden die Veränderungen aller genannten Banden vergleichsweise registriert, indem die Wellenlängenbereiche von  $5,5\text{--}7\text{ }\mu$  und von  $12\text{--}14\text{ }\mu$  aufgenommen wurden (Abb. 10 und 11).

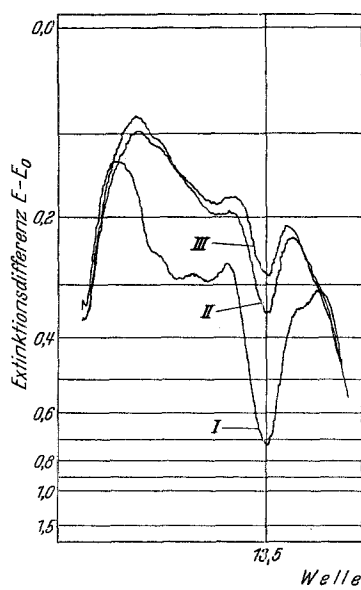


Abb. 10

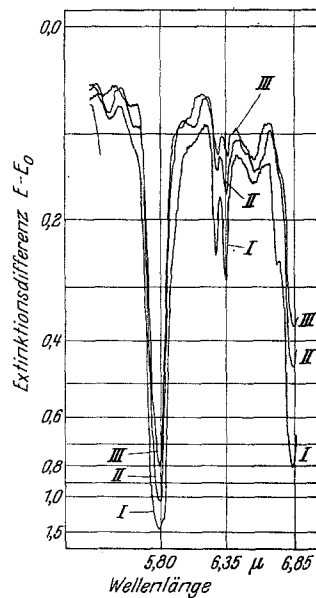
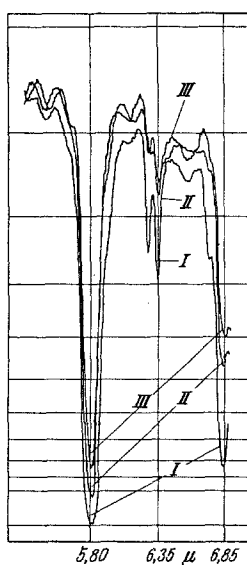


Abb. 11

Abb. 10. Veränderung des IR-Spektrums der PVC-Folie im Bereich von  $5,25\text{--}7\text{ }\mu$  und von  $12\text{--}14\text{ }\mu$  beim Lagern der Folie in Schmalz bei  $100^\circ\text{ C}$ . I: Originalfolie; II bzw. III: 2 Std bzw. 4 Std. in Schmalz

Abb. 11. Veränderung des IR-Spektrums der PVC-Folie im Bereich von  $5,25\text{--}7\text{ }\mu$  beim Lagern der Folie in Erdnußöl bei  $100^\circ\text{ C}$ . I: Originalfolie; II bzw. III: 2 Std bzw. 4 Std. in Erdnußöl

Eindeutig registrierbare Weichmacherverluste wurden bei dieser Folie nur durch Lagerung in Schmalz und Erdnußöl bei einer Temperatur von  $100^\circ\text{ C}$  erzielt. Die Ergebnisse sind in Tab. 3 zusammengestellt.

Tabelle 3. Weichmacherverlust einer PVC-Folie beim Lagern in Schmalz bzw. Erdnußöl (Temperatur  $100^\circ\text{ C}$ ) gemessen bei  $5,8$ ,  $6,35$ ,  $6,85$  und  $13,5\text{ }\mu$ .  $E_2 - E_0 = E$ -Folie 2 Std extrahiert —  $E_2$  Untergrundabsorption;  $E_4 - E_0 = E$ -Folie 4 Std extrahiert —  $E$  Untergrundabsorption

$\lambda$ in $\mu$	Extraktions- mittel	$E$ -Originalfolie — $E$ Unter- grund- absorption	$E_2 - E_0$	Abnahme des Weichmachers in %	$E_4 - E_0$	Abnahme des Weichmachers in % <sup>1</sup>
5,8	Schmalz	1,28	0,91	(28,9)	0,71	(44,6)
6,35		0,12	0,24	5,00	0,10	58,4
6,85		0,69	0,33	52,2	0,27	60,8
13,50		0,62	0,26	58,0	0,20	67,7
5,8	Erdnußöl	1,28	0,89	(30,5)	0,68	(47,0)
6,35		0,24	0,12	5,00	0,07	70,8
6,85		0,69	0,32	53,6	0,24	65,2

<sup>1</sup> Vgl. diese Arbeit S. 49, Anm. 1.



Wie aus Tab. 3 hervorgeht, zeigen die bei den Wellenlängen 6,35, 6,85 und 13,5  $\mu$  ermittelten Werte für den Weichmacherverlust beim Lagern der Folie in Schmalz und die Werte bei 6,35 und 6,85  $\mu$  beim Lagern in Erdnußöl Übereinstimmung. Sehr stark abweichend davon sind die Werte, die durch Auswertung der  $C = 0$ -Bandenverkleinerung (5,8  $\mu$ ) gefunden wurden. Letzteres dürfte auf die ungenaue Registrierung bei großen Extinktionen ( $E > 1,2$ ) zurückzuführen sein.

Die mittleren Werte für den Weichmacherverlust, wobei die Ergebnisse der Messungen bei 5,8  $\mu$  nicht berücksichtigt sind, liegen bei der Extraktion der Folie bei 100° C mit Schmalz bei 53,4 bzw. 62,3 %, mit Erdnußöl bei 51,8 bzw. 73,0 %.

Herrn Prof. Dr. H. BERGER, Ludwigshafen, möchte ich für wertvolle Hinweise bei der Durchsicht des Manuskriptes meinen verbindlichen Dank aussprechen.

### *Zusammenfassung*

Zur Untersuchung der Weichmacheraabgabe von Folien, bei deren Lagern in Fetten und Ölen wird eine IR-Methode angegeben. Der Weichmacherverlust wird bestimmt durch die Veränderung der für den Weichmacher charakteristischen Banden. Zur Berücksichtigung der Untergrundabsorption bei der quantitativen Auswertung der Banden wird ein für diese Untersuchungen geeignetes Verfahren aufgezeigt. Bei einigen Folien wird der Weichmacherverlust beim Lagern in Schmalz und Erdnußöl nachgewiesen.

## **Gaschromatographie des Isopropanol-Äthanol-Methanol-Wassersystems**

Von

**TAPIO SALO**

*Mitteilung aus den Forschungslaboratorien des Staatlichen Alkoholmonopols (Alko)  
Helsinki, Finnland*

Mit 3 Textabbildungen

*(Eingegangen am 25. Februar 1961)*

Als Nebenerscheinung des Branntweinmißbrauches wurde bereits in den dreißiger Jahren in Norwegen und Kanada die Verwendung von Isopropanol neben Alkohol zu Genußzwecken festgestellt. Seither wurde in diesen Ländern die Überwachung der Isopropanolverwendung auf gesetzgeberischem Wege organisiert. In der letzten Zeit wurde auch in Finnland die mißbräuchliche Verwendung von Isopropanol konstatiert. Aus diesem Grunde bildete einerseits die quantitative Bestimmung des Isopropanols bei Anwesenheit von Äthanol, Methanol und Wasser und andererseits die quantitative Bestimmung kleiner Äthanolmengen von 1–3 % in Isopropanol ein aktuelles Problem.

Gaschromatographisch ist es gelungen, verschiedene aliphatische Alkohole voneinander zu trennen<sup>1</sup>. Jedoch kann das in Frage stehende Problem nicht direkt auf Grund dieser schon bekannten Methoden gelöst werden. Vorläufige Untersuchungen haben gezeigt, daß sich Äthanol und Isopropanol — obgleich Methanol

<sup>1</sup> KEULEMANS, A. I. M., A. KWANTES u. P. ZAAL: *Analyt. chim. Acta* (Amsterdam) **13**, 357 (1955). — TENNEY, H. M.: *Analytic. Chem.* **30**, 2 (1958). — GYGI, R., u. M. POTTERAT: *Mitt. Lebensmitt.-Untersuch. Hyg.* **48**, 497 (1957).