

Analysenbericht zur Rückstandsanalyse AESUB blue

Proben

Folgende Proben wurden zur Analyse erhalten:

Scanningspray „AESUB blue“ /Chargennr.:1126583

Spraydose mit Steigleitung, Ventil und Sprühkopf

Untersuchungsumfang

Nachweis und Identifikation möglicher Rückstände aus vorgegebener Scanningspray- Rezeptur, die auf einer Oberfläche als Rückstand verbleiben können.

Vorgehensweise

Lösemittel

Die der Rezeptur zugrunde liegenden Lösemittel wurden direkt gaschromatographisch mit massenspektrometrischer Detektion untersucht.

Folgende Geräte und Geräteparameter wurden verwendet:

1. Gaschromatograph Agilent 7890

Injektion: 1µl Splitless

KAS: 50°C nach 320°C mit 12°/sec, 3min 320°C

Säule: VF-5 MS, 30m x 0,25mm x 0,5µm, Fluß 0,8 ml/min Helium

Temperatur: 50°C, 3min, nach 150°C mit 30°/min, nach 320°C mit 10°/min, 3 min 320°C

2. Massenspektrometer Agilent 5975 Inert MSD

Solventdelay: 5 min

Scanbereich: 35-350 u mit 2,33 Scans/sec

SEV: 2250 V

Prof. Dr. Martin Jäger, Professor für Instrumentelle Analytik
Dipl.-Ing. Joachim Horst
Frankenring 20, 47798 Krefeld, T: 02151 822 4188, www.hs-niederrhein.de/chemie/forschung

Die Auswertung der Chromatogramme erfolgte nur für Verbindungen mit einem Siedepunkt $>200^{\circ}\text{C}$, die als semiflüchtig gelten.

Produktgemisch

Das abfüllfähige Gemisch aus Wirkstoff und Lösemittel wurde im Rotationsverdampfer bei 750 mbar und 60°C vom Lösemittel befreit. Um den Wirkstoff durch Sublimation zu entfernen, wurde der Feststoffanteil anschließend bei 105°C 15 Stunden im Umlufttrockenschrank getrocknet. Der verbleibende Rückstand wurde anschließend in 1ml Chloroform rückstandsfrei aufgenommen.

Die nachfolgende GC-MS- Analyse erfolgte mit der oben beschriebenen Methode.

Die Quantifizierung der nachgewiesenen Einzelstoffe erfolgte mittels Methylstearat-Standards als Referenz. Alle eingesetzten Lösemittel und Apparaturen wurden im Vorfeld auf Blindwerte untersucht.

Produktführende Kunststoffbauteile der Spaydose

Alle produktführenden Kunststoffbauteile der Spraydose wurden 6 Stunden bei Raumtemperatur mit dem im Spray verwendeten Lösemittelgemisch auf einem Laborschüttler extrahiert. Der Extrakt wurde anschließend wie oben beschrieben analysiert.

Diese Extraktion wurde auf maximale Extraktion ausgelegt, d.h. in der Praxis werden niedrigere Werte erwartet, da geringere Extraktionraten auftreten werden. Insbesondere der Sprühkopf incl. Düse und das Ventil haben in der technischen Ausführung keinen der Extraktion entsprechenden intensiven und dauerhaften Kontakt mit dem verwendeten Lösemittel.

Sprühversuch zur Ermittlung der applizierten Wirkstoffmenge

Eine mit Aluminiumfolie ummantelte Glasplatte von 10x10 cm wurde nach Anleitung flächendeckend besprüht. Durch Wiegen der Platte vor dem Sprühen, nach dem Sprühen und nach Sublimation wurden aufgesprühte Wirkstoffmenge und Rückstand bestimmt. Die Platte wurde außerdem auch visuell auf verbleibende Spuren untersucht.

Die Wägegenauigkeit betrug 0,1 mg.

Ergebnisse

Lösemittel

In den untersuchten Lösemitteln konnten keine relevanten semiflüchtigen Verbindungen nachgewiesen werden, die Rückstände auf besprühten Oberflächen hinterlassen könnten.

Prof. Dr. Martin Jäger, Professor für Instrumentelle Analytik
Dipl.-Ing. Joachim Horst
Frankenring 20, 47798 Krefeld, T: 02151 822 4188, www.hs-niederrhein.de/chemie/forschung

Insbesondere konnten keine Weichmacher und Silikonverbindungen als typische rückstandsbildende Spezies nachgewiesen werden.

Wirkstofflösung

In der Wirkstofflösung wurden in Summe 3,6 mg/kg semiflüchtige Verbindungen mit Siedepunkt >200°C nachgewiesen.

Kunststoffbauteile

Im Lösemittelextrakt wurden 6,1 mg/kg als Summe aller extrahierbaren semiflüchtigen Verbindungen ermittelt.

In der Summe ließen sich 9,7 mg/kg semiflüchtige Verbindungen im Scanningspray „AESUB blue“ nachweisen

Sprühversuch

Im Sprühversuch wurde für die 100 cm² große Platte eine Belegung von 150 mg Produkt ermittelt. Die aufgebrauchte Menge sublimierte ohne erkennbare optische Rückstände, wie in Abb. 1 und 2 zu sehen ist. Das Auswiegen der Platte bestätigte den optischen Eindruck, es konnte keine Gewichtsänderung ermittelt werden.

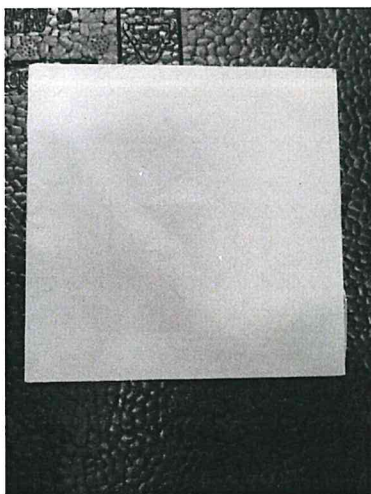


Abb. 1: Produkt aufgesprüht auf eine mit Aluminiumfolie beschichtete Glasplatte



Abb. 2: Beschichtete Glasplatte aus Abb. 1 nach Sublimation des Produktes

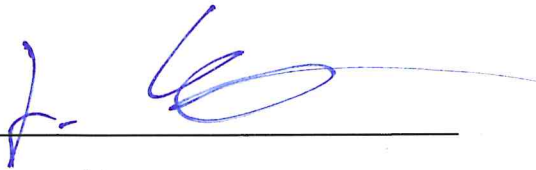
Prof. Dr. Martin Jäger, Professor für Instrumentelle Analytik
Dipl.-Ing. Joachim Horst

Frankenring 20, 47798 Krefeld, T: 02151 822 4188, www.hs-niederrhein.de/chemie/forschung

Zusammenfassung

Die nachgewiesene und quantifizierte Summe aller semiflüchtigen Verbindungen und die Identität der Einzelverbindungen lagen in einem zu erwartenden Bereich. Bezogen auf die Applikation von 1 - 2 mg/cm² bei Anwendung gemäß der aufgedruckten Beschreibung verbleiben rechnerisch etwa 10 ng Substanz/cm² auf dem besprühten Objekt. Ein solcher Rückstand ist weder optisch erkennbar, noch lässt er sich mit Oberflächenmesstechnik erfassen. Daher lässt sich das untersuchte Scanningspray“ AESUB blue“ als rückstandsfrei im Sinne der verwendeten analytischen Methoden bezeichnen.

Krefeld, den 07.06.2019



Dipl.-Ing. Joachim Horst



Prof. Dr. Martin Jäger