

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen
ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989/li
ZSA/P - M 325
Dr. Caesar/Dr. Schäfer
Tel. 5 46 02/5 45 70

Bericht 89.6.1

Bestimmung der Hydrolysegeschwindigkeit von Palatinol C in Abhängigkeit vom pH-Wert

Seite 1 von 9

1. Name der Prüfsubstanz:

Palatinol C
Di-n-butylphthalat

2. Herkunft der Prüfsubstanz:

Dr. Thil, CIW/E - H 200

3. Prüfeinrichtung:

BASF, ZSA - Analytisches Laboratorium
Stv. Abt.-Dir. Prof. Dr. H. Günzler

4. Prüfleiter:

BASF, ZSA/P - Analytisches Laboratorium
Dr. F. Caesar

5. Zeitlicher Ablauf:

13.09.1989 - 15.11.1989

6. Experimentelles:

Der Versuch wurde bei drei pH-Werten durchgeführt: 4,0; 7,0 und 9,0.

Zu diesem Zweck wurden gebrauchsfertige Lösungen der Fa. Riedel de Haen benutzt.

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

:

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 2 von 9

pH 4,0

Verwendete Pufferlösung: Pufferlösung pH 4,0 (Citronensäure/Natronlauge/
Natriumchlorid) mit Fungizid-Zusatz
Bestell-Nr. 33 543

pH 7,0

Verwendete Pufferlösung: Pufferlösung pH 7,0 (Kaliumdihydrogenphosphat/
di-Natriumhydrogenphosphat) mit Fungizid-Zusatz
Bestell-Nr. 33 546

pH 9,0

Verwendete Pufferlösung: Pufferlösung pH 9,0 (Borax/Salzsäure)
Bestell-Nr. 33 548

Prüfsubstanz

Palatinol C

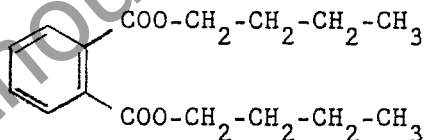
Partie: 66A/89 v. 07.05.89 Journal-Nr.: -912-

Summenformel: $C_{16}H_{22}O_4$

CAS-Nr.: 84-74-2

Molare Masse: 194,19 g/mol

Struktur:



In einem doppelwandigem (temperierten) Glasgefäß wurde 1 l Pufferlösung vorgegeben und unter kontinuierlichem Rühren ca. 1 ml einer Lösung von ca. 0,8 % (m/m) Palatinol C in Methanol zugegeben.

Dies entspricht einer Zugabe von ca. 6 - 7 ppm (m/m) Palatinol C zur Pufferlösung.

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 3 von 9

Nach einer Stabilisierungszeit von ca. 1 h wurde die erste Probe gezogen.
Die weiteren Probennahmen erfolgten in definierten Zeitabständen.

Die Temperatur wurde laufend kontrolliert. (SOP 4; Therm B 4)

Die quantitative Analyse erfolgte nach Extraktion der Pufferlösung über
Externen Standard mittels Gaschromatographie.

Hierzu wurden ca. 50 ml Pufferlösung mit ca. 3 ml Chloroform extrahiert und
in der Chloroformphase der Gehalt an Palatinol C bestimmt.

Die erhaltenen Werte wurden auf die zur Extraktion eingesetzte Pufferlösung
zurückgerechnet.

Die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante k_{obs} und die Halbwertszeit $t_{1/2}$
wurden lt. Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften Nr. L251/220 Pkt. 2
mittels Regressionsanalyse errechnet.

$$k_{\text{obs}} = - \text{Neigung} \times 2,303$$

$$t_{1/2} = \frac{0,693}{k_{\text{obs}}}$$

Die Messungen wurden nach den Vorschriften des Amtsblattes der Europäischen
Gemeinschaften Nr. L251/216 C.10 Abbaubarkeit durchgeführt.

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 4 von 9

GC-Bedingungen:

Trennphase:	Dimethylpolysiloxan-Kapillare (Ultra-1, HP)
Filmdicke:	0,5 µm
Innendurchmesser:	0,32 mm
Länge:	25 m
Ofentemperatur:	220 °C isotherm
Probengebertemperatur:	250 °C
Detektortemperatur:	250 °C
Trärgas:	Stickstoff
Trärgas-Eingangsdruck:	1,75 bar absolut
Gesamt-Flow:	60 ml/min
Einspritzmenge:	1,0 µl
Gerät:	HP 5890 mit Autosampler (SOP 15/9)
Detektor:	Flammenionisationsdetektor

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 5 von 9

7. Meßergebnisse:

pH 4,0 Vortest Versuchstemperatur 50 °C +/- 0,5 K

Gehalt an Palatinol C in der Pufferlösung				
Massenanteile in ppm				
Verweilzeit in h	1. Aufn.	2. Aufn.	3. Aufn.	Mittelwert
0	6,80	6,75	6,75	6,77
4	7,88	7,71	7,79	7,79
7	7,17	7,06	7,13	7,12
24	7,59	7,73	7,63	7,65
31	7,62	7,65	7,59	7,62
48	7,51	7,52	7,53	7,52
120	7,17	6,99	6,99	7,05
144	7,28	7,19	7,38	7,28

$$k_{\text{obs}} = 0,0001325 \text{ h}^{-1}$$

$$t_{1/2} = 5230 \text{ h (stabil unter den Versuchsbedingungen)}$$

Der errechnete Wert für k_{obs} und $t_{1/2}$ ist nur als Richtwert für die Entscheidung zu werten, ob weitere Versuche notwendig sind.

Aus dem Vortest ergab sich, daß nach 5 Tagen weniger als 10 % hydrolysieren. Es ist daher kein weiterer Versuch notwendig.

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen :

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 6 von 9

pH 7,0 Vortest Versuchstemperatur 50 °C +/- 0,5 K

Gehalt an Palatinol C in der Pufferlösung
Massenanteile in ppm

Verweilzeit in h	1. Aufn.	2. Aufn.	3. Aufn.	Mittelwert
---------------------	----------	----------	----------	------------

0	5,99	5,88	6,08	5,98
4	5,92	6,10	6,04	6,02
7	6,31	6,10	6,14	6,18
24	6,22	6,08	6,02	6,11
48	6,12	6,18	6,15	6,15
120	6,11	5,97	5,98	6,02
144	5,79	5,74	5,67	5,73

$$k_{\text{obs}} = 0,000280 \text{ h}^{-1}$$

$$t_{1/2} = 2468 \text{ h (stabil unter den Versuchsbedingungen)}$$

Der errechnete Wert für k_{obs} und $t_{1/2}$ ist nur als Richtwert für die Entscheidung zu werten, ob weitere Versuche notwendig sind.

Aus dem Vortest ergab sich, daß nach 5 Tagen weniger als 10 % Prüfsubstanz hydrolysieren. Es ist daher kein weiterer Versuch notwendig.

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 7 von 9

pH 9,0 Vortest Versuchstemperatur 50 °C +/- 0,5 K

Gehalt an Palatinol C in der Pufferlösung				
Massenanteile in ppm				
Verweilzeit in h	1. Aufn.	2. Aufn.	3. Aufn.	Mittelwert
0	12,08	11,88	12,07	12,01
5	10,24	10,05	10,42	10,24
[24	5,66	5,64	5,66	5,65] *
50	6,94	7,04	7,03	7,00
120	3,85	3,80	3,94	3,86
144	2,91	3,00	2,93	2,95

*) Der Meßwert nach 24 h wurde aus der Berechnung ausgegliedert.

$$k_{\text{obs}} = 0,00922 \text{ h}^{-1}$$

$$t_{1/2} = 75,2 \text{ h}$$

Aus dem Vortest ergab sich, daß nach 5 Tagen mehr als 10 % der Prüfsubstanz hydrolysieren. Es muß daher Test 1 durchgeführt werden.

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 8 von 9

pH 9,0 Test 1 Versuchstemperatur 50 °C +/- 0,5 K

Gehalt an Palatinol C in der Pufferlösung Massenanteile in ppm				
Verweilzeit in h	1. Aufn.	2. Aufn.	3. Aufn.	Mittelwert
0	7,21	7,22	7,31	7,25
2	7,29	7,18	7,22	7,23
4	7,18	7,27	7,24	7,23
21	6,00	6,04	6,04	6,03
25	5,73	5,84	5,84	5,80
29,5	5,45	5,43	5,51	5,46
46	4,64	4,67	4,75	4,69
54	4,17	4,11	4,17	4,15
70	3,53	3,52	3,57	3,54
77,5	3,27	3,26	3,28	3,27

$$k_{\text{obs}} = 0,01054 \text{ h}^{-1}$$

$$t_{1/2} = 65,8 \text{ h}$$

Aus Test 1 ergibt sich, daß es sich um eine Reaktion 1. Ordnung handelt.
Daraus folgert, das Test 3 durchgeführt werden muß.

pH 9,0 Test 3 Versuchstemperatur 39 °C +/- 0,5 K

Gehalt an Palatinol C in der Pufferlösung Massenanteile in ppm				
Verweilzeit in h	1. Aufn.	2. Aufn.	3. Aufn.	Mittelwert
0	6,03	6,06	5,92	6,00
24	5,74	5,77	5,72	5,74
50,5	5,35	5,33	5,36	5,35
72	4,89	4,89	4,92	4,90
96	4,68	4,76	4,74	4,73
145	3,58	3,61	3,45	3,55
[169	1,59	1,58	1,59	1,59] *

*) Der Meßwert nach 169 h wurde zur Berechnung ausgegliedert.

$$k_{\text{obs}} = 0,00353 \text{ h}^{-1}$$

$$t_{1/2} = 196,2 \text{ h}$$

Telefon (0621) 60-0 (Vermittlung)
Telefax (0621) 60-42525 (Zentrale)
Telex 46499-0 bas d (Vermittlung)
Teletex 62157 = BASF (Vermittlung)
Telegramme: BASF Ludwigshafenrhein

Bankverbindung: Landeszentralbank
6700 Ludwigshafen, Girokonto 54507300
(BLZ 54500000)
Sitz der Gesellschaft: D-6700 Ludwigshafen
Aufsichtsratsvorsitzender: Matthias Seefelder
Vorstand: Hans Albers, Vorsitzender;
Detlef Dibbern; Helmut Dörfel;

Wolfgang Jentzsch; Ingo Paetzke;
Ronaldo Schmitz; Dieter Stein;
Jürgen Strube; Dietmar Werner;
Hans Joachim Witt; Gerhard Wolf
Registergericht: Amtsgericht Ludwigshafen,
Eintragsnummer: HRB 3000

BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen

ZSA - Analytisches Laboratorium

14.12.1989

Bericht 89.6.1

Seite 9 von 9

8. Ergebniszusammenfassung:

pH-Wert	Versuchstemperatur	$t_{1/2}$	k_{obs}
4,0	50,0 °C	5230 h	$0,0001325 \text{ h}^{-1}$
7,0	50,0 °C	2468 h	$0,000280 \text{ h}^{-1}$
9,0	50,0 °C	65,8 h	$0,01054 \text{ h}^{-1}$
9,0	39,0 °C	196,2 h	$0,00353 \text{ h}^{-1}$

Die Untersuchungen wurden nach den OECD-Grundsätzen der Guten Laborpraxis (GLP) durchgeführt.

9. Archivierung:

Die Archivierung erfolgt bei ZSA/P - M 325.



Caesar



Schäfer



BASF Aktiengesellschaft · D-6700 Ludwigshafen
ZSZ - Analytik

17.01.90
ZHV/I - M 327
D.I. Maichel
Tel. 5 48 01

Erklärung der Qualitätssicherungseinheit (QAU) zum Bericht

Bericht-Nr.: 89.6.1

Substanzname: Palatinol C

Durchgeführte Prüfung

89.6.1 Bestimmung der Hydrolysegeschwindigkeit von Palatinol C in
Abhängigkeit vom pH-Wert.

Die Qualitätssicherung führte Inspektionen der Prüfungen und der Berichte durch
und berichtete dem Prüfleiter und dem Leiter der Prüfeinheit.

Datum	Inspektion
26.09.89	Laboratorien ZSA/P (Dr. Caesar) (Versuchsinspektion)
17.01.90	Rohdaten und Bericht

18.1.90
.....
Datum

Maichel
.....
Unterschrift