

Merkblätter für die Prüfung von Packmitteln

Herausgegeben von den Arbeitsgruppen der Industrievereinigung für Lebensmitteltechnologie und Verpackung e.V. am Fraunhofer-Institut für Lebensmitteltechnologie und Verpackung, Institut an der Technischen Universität München

Merkblatt 52

Zeitraffende Prüfung der Riechstoffdurchlässigkeit von Kunststoffhohlkörpern

Herausgegeben von der Untergruppe „Hohlkörper aus Kunststoffen“ der Arbeitsgruppe „Verpackungen aus Kunststoffen und Zellglas“ – Juni 1986

1. Zweck und Anwendung

Die bisherige Ermittlung der Riechstoffverluste von Packgütern in Kunststoffhohlkörpern als Packmittel infolge Permeation und Sorption ist in der Regel sehr zeitaufwendig. Die in diesem Merkblatt beschriebene „Folien-Methode“ liefert das Ergebnis unter sonst gleichen Versuchsbedingungen in sehr viel kürzerer Zeit und ermöglicht somit eine Optimierung der Kunststoffhohlkörper in einem Kurzversuch.

2. Beschreibung der „Folien-Methode“

Eine geringe Menge der riechstoffhaltigen Zubereitung – kurz Riechstofflösung oder Riechstoffprodukt genannt – wird zur Prüfung in einen verhältnismäßig großen, dünnwandigen Testbeutel, der aus dem gleichen Kunststoff besteht wie der zu untersuchende Hohlkörper, dicht eingeschweißt. Durch die große Oberfläche bei geringer Wanddicke und geringerem Produktvolumen ist der Riechstoffverlust auch bei Raumtemperatur viel größer als bei der dickwandigeren Originalverpackung, so daß die Prüfdauer diesem Verhältnis entsprechend abgekürzt werden kann.

Nach Verfahren A werden solche Beutel in der freien Atmosphäre gelagert. Nach praxisorientierter Prüfdauer wird eine eventuelle Veränderung des Beutelinhalts im Vergleich zur Nullprobe (Riechstoffprodukt vor Einlagerung) sensorisch ermittelt.

Nach Verfahren B wird ein Beutel in Ethanol als umgebendes Medium gegeben und der Konzentrationsanstieg an Riechstoffen nach dem Durchdringen der Folie im Ethanol gaschromatographisch gemessen. Hieraus ergeben sich Permeationsraten bzw. lassen sich Permeationskonstanten errechnen, die eine Aussage über den Riechstoffverlust des Riechstoffproduktes in der Originalverpackung für beliebige Lagerzeit gestatten.

Nach Verfahren C wird an Folienabschnitten eines gegebenen Packstoffes die Aufnahme (Sorption) von Riechstoffen ermittelt. Falls der Riechstoffverlust durch Sorption ein vertretbares Maß überschreitet, muß dies bei der Berechnung der Permeationskonstante bzw. des Riechstoffverlustes aus der Originalverpackung berücksichtigt werden.

3. Vorbereitung der Testbeutel für die Verfahren A und B

Von dem zu untersuchenden Kunststoff werden möglichst gleichmäßig dünne, porenfreie Folien (25 bis 100 µm) verwandt. Aus diesen Folien werden quadratische Stücke der Kantenlänge 12 cm geschnitten. Je zwei dieser Folienstücke werden aufeinander rundum zu einem Beutel verschweißt. Für die erforderliche Dichtheit sollte der Siegel-

rand 0,5 cm breit sein. Von dem allseitig verschlossenen Beutel wird eine Ecke so abgeschnitten, daß gerade eine Öffnung für eine Pipette entsteht. Der Beutel wird mit maximal 40 ml der Riechstofflösung gefüllt und wieder zugeschweißt. Eine verbleibende Luftblase im Beutel hat keinen Einfluß auf das Ergebnis. Die Versuchszeit beginnt bei hälftiger Füllung des Beutels mit dem Riechstoffprodukt.

4. Verfahren A, sensorische Prüfung

Die mit dem Riechstoffprodukt beschickten und zugeschweißten Beutel (beispielsweise zehn) werden in einem auf 23 °C temperierten dunklen Raum auf einem Drahtnetz oder -gitter gelagert. Unter den gleichen Bedingungen wird eine Nullprobe in einem Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen gelagert.

Die Entnahmezeiten der Proben aus den Beuteln orientieren sich an der für das Riechstoffprodukt bestimmten Originalverpackung und ergeben sich aus dem Verhältnis F_t , welches wie folgt definiert ist:

$$F_t = \frac{\frac{\text{Beuteloberfläche}}{\text{Volumen (Produkt im Beutel)} \times \text{Folienstärke}}}{\frac{\text{Oberfläche der Originalverpackung}}{\text{Volumen (Produkt in Originalverpackung)} \times \text{Wanddicke der Originalverpackung}}}$$

Um diesen Faktor F_t wird die Versuchsdauer in der Originalverpackung beim Test mit den Beuteln abgekürzt. Nach den so festgelegten Prüfzeiten wird je ein Beutelinhalt in einen Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen entleert und bis zum Prüfzeitpunkt (siehe Anhang A) mit den Nullproben weitergelagert. Die gesammelten Beutelinhalte werden zu gleicher Zeit mit einer Nullprobe sensorisch nach DIN 10951 (Teil 1 und 2) bewertet. Für jeden sensorischen Prüfpunkt wird somit ein Beutel und für jede Vergleichsprüfung eine Nullprobe benötigt. Der Test kann so lange fortgesetzt werden, bis die Proben gerade noch akzeptable sensorische Werte aufweisen. So kann schnell die zulässige Lagerdauer in der Originalverpackung ermittelt werden.

Das hier in der sensorischen Prüfung beschriebene Umrechnungsverfahren von Beutel auf Hohlkörper mittels eines Zeitfaktors beruht auf der Berechnung des Riechstoffverlustes mit Hilfe der vereinfachten Gleichung

$$c_t/c_0 = \exp(-P_r \cdot A \cdot t/[v \cdot l]),$$

die ein lineares Konzentrationsgefälle voraussetzt, mit c_0 und c_t gleich den Konzentrationen im Hohlkörper zur Zeit 0 bzw. t , P_r der relativen Permeationskonstante, A der Oberfläche, l der Wanddicke des Hohlkörpers, v dem Volu-

men des Riechstoffprodukts und t der Versuchsdauer. Dies ist bei den dünnen Folienbeuteln (25 – 100 μm) und den hier zur Diskussion stehenden Prüfgütern stets der Fall. Doch kann der Faktor F_t fehlerhaft sein, wenn auf einen Hohlkörper hochgerechnet wird, dessen Wanddicke relativ groß ist und der deshalb durch Sorption viel an Riechstoff aufnehmen kann.

Eine genaue Fehlerabschätzung läßt sich mit Hilfe des Faktors α vornehmen:

$$\alpha = A \cdot l \cdot S_r/v; \text{Bedeutung der Symbole wie in obiger Gleichung.}$$

S_r gibt das Verhältnis der im Kunststoff gelösten zu der im Riechstoffprodukt verbliebenen Konzentration eines Riechstoffs im Gleichgewicht an (siehe Anhang C).

Zum Beispiel ergibt sich für ein gewähltes Verhältnis von $A/v = 1 \text{ cm}^{-1}$ folgende Abschätzung:

Wanddicke (cm)	relative Löslichkeitskonstante S_r	α	maximaler Fehler in F_t
$\leq 0,1$	$\leq 1,0$	$\leq 0,1$	$\leq \sim 3\%$
$\leq 0,05$	$\leq 1,0$	$\leq 0,5$	$\leq \sim 15\%$
$\leq 0,1$	$\leq 10,0$	$\leq 1,0$	$\leq \sim 25\%$

für c_t/c_0 -Verhältnisse von 1,0 bis 0,2.

Für die Mehrzahl der Riechstoffprodukte liegt die relative Löslichkeitskonstante der Riechstoffe bei Werten $\leq 1,0$. Hier treten also bei der Hochrechnung auf den Hohlkörper, selbst bis zu 0,1 cm Wanddicke, vernachlässigbare Fehler auf. Eine Extremsituation ergibt sich allerdings bei stark wasserhaltigen Riechstoffprodukten für in Wasser sehr schlecht lösliche Riechstoffe (z. B. Limonen, Menthon). Hier kann die relative Löslichkeitskonstante Werte bis zu 10 annehmen. Der Fehler bei der Hochrechnung auf 0,05 bzw. 0,1 cm Wanddicke kann dann maximal 15 bzw. 25% betragen. Wenn man jedoch auf 2 bis 3 Jahre hochrechnet – die c_t/c_0 -t-Graphen der vereinfachten und exakten Gleichung nähern sich für große Zeiten an – reduziert sich der Fehler auf 7,5% bis 10% bei Wanddicken von 0,05 cm und 10% bis 15% bei Wanddicken von 0,1 cm. Dies ist angesichts der möglichen Genauigkeit der sensorischen Analyse als tolerabel anzusehen.

Nur bei rein wäßrigen Systemen, bei denen die S_r -Werte ≥ 10 werden können, versagt die vereinfachte Gleichung bei der Berechnung des c_t/c_0 -Verhältnisses. Hier empfiehlt sich dann die Bestimmung von S_r und P_r (Verfahren B und C). Allerdings treten diese Fälle in der Praxis sehr selten auf, da zur besseren Löslichkeit der Riechstoffe meist ein Lösungsvermittler (Alkohol oder Emulgator) zugegeben wird. Die Kenntnis von S_r und P_r ermöglicht immer eine genaue Hochrechnung auf Hohlkörper beliebiger Geometrie.

5. Verfahren B, gaschromatographische Bestimmung der Riechstoffdurchlässigkeit

Ein wie oben beschrieben vorbereiteter Beutel je Prüfreihe wird in 500 ml reines Ethanol (p. a.), das sich in einer 1-l-Weithalsstandflasche mit Teflonmanschette und Schliffstopfen befindet, gegeben. Ein völliges Eintauchen des Beutels ist nicht notwendig. Die Standflasche wird in einem auf 23 °C temperierten dunklen Raum gelagert. Ihr Inhalt wird mit Hilfe eines Magnetrührers dauernd gerührt. Nach Versuchsbeginn werden in Intervallen von zwei Stunden (am ersten Tag) dem Ethanol Proben normalerweise von je 0,5 ml entnommen und für die gaschromatographische Analyse bereitgestellt. Am ersten Tage sollten vier, am zweiten drei und am dritten zwei Proben entnommen werden. Nach der Zwischenauswertung dieser Proben können nach Bedarf weitere Proben gezogen werden. Mit Hilfe eines Kapillargaschromatographen (stationäre Phase Carbowax 20 M) werden die Proben auf ihren Gehalt an Riechstoffen analysiert.

Wenn die Riechstoffkonzentration oder die Permeation so gering ist, daß sie unterhalb der gaschromatographischen Nachweisgrenze liegt, müssen die Ethanolproben größer gewählt (z. B. 100 ml) und durch vorsichtiges Rektifizieren an einer Drehbandkolonne auf 1 bis 2 ml aufkonzentriert werden. Wegen des sonst zu großen Fehlers muß hier für jeden Meßpunkt ein neuer Beutel plus Flasche eingesetzt werden.

Zur Erleichterung der Versuchsauswertung ist die Kenntnis der Rezeptur oder zumindest der Konzentration der Riechstoffkomposition sowie eine Probe von dieser (für die Eichlösung) notwendig.

Durch Auftragen von $\ln c_\infty/(c_\infty - c_0)$ gegen die Zeit in einem Diagramm bzw. durch lineare Regression läßt sich aus der Steigung der so ermittelten Kurve die relative Permeationskonstante P_r ermitteln (siehe Anhang B). Diese Konstante P_r charakterisiert die Durchlässigkeit eines Kunststoffes für einen Riechstoff des Riechstoffproduktes.

Unter Umständen kann bei zu langer Prüfdauer zu viel Ethanol durch den Folienbeutel in das Riechstoffprodukt gelangen und die Ergebnisse verfälschen. Eine Bilanz der Massen im Beutel und des Ethanol-

unter Berücksichtigung der entnommenen Proben kann am Versuchsende hierüber Aufschluß geben.

6. Verfahren C, Ermittlung der Riechstoffaufnahme eines Kunststoffes

Kunststoffplättchen definierter Dicke und Fläche werden in eine definierte Menge des Riechstoffproduktes (z. B. 10 Kunststoffplättchen in 5 ml Riechstoffprodukt) in einem dicht verschließbaren Gefäß eingelegt. Nach zwei bis drei Tagen (gilt für LDPE; bei HDPE oder PP um den Faktor 5 bzw. 10 länger) werden die Abschnitte aus dem Riechstoffprodukt entnommen, in Ethanol oder Aceton kurz zur Entfernung des Riechstoffproduktes (2–3 Sekunden) geschwenkt, mit einem saugfähigen Tuch (z. B. Kleenex) abgetrocknet und danach in einem ebenfalls dicht verschließbaren Glasgefäß mit 5 ml n-Hexan (p. a.) versetzt. Nach 2 Tagen wird das n-Hexan gaschromatographisch auf seinen Gehalt an Riechstoffen analysiert (Auswertung siehe Anhang C). Die Auswertung dieser Messung ergibt die relative Löslichkeitskonstante (Verteilungskonstante) S_r , welche das Aufnahmevermögen des Kunststoffes an Riechstoffen aus dem entsprechenden Riechstoffprodukt charakterisiert.

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf dieses Merkblatt anzugeben:

A. Sensorische (qualitative) Prüfung:

- Beutelwerkstoff,
- Beutelmaße (Oberfläche, Foliendicke),
- Riechstoffprodukt,
- Füllvolumen,
- Anzahl der Proben,
- Prüftemperatur,
- Prüfzeiten und zugeordnete sensorische Bewertung.

B. Gaschromatographische Bestimmung der relativen Permeationskonstante P_r :

- Beutelwerkstoff,
- Beutelmaße (Oberfläche, Foliendicke),
- Riechstoffprodukt,
- Volumen des Riechstoffproduktes,
- Konzentration der Riechstoffkomposition oder der einzelnen Riechstoffe im Füllgut (Riechstoffprodukt),
- Anzahl der Proben (bzw. Beutel),
- Versuchszeiten und zugeordnete (gemessene) Konzentrationen der Riechstoffe im Ethanol (Außenlösung),
- errechnete relative Permeationskonstante P_r , gegebenenfalls Umsatz.

C. Bestimmung der relativen Löslichkeitskonstante S_r :

- Werkstoff der Probeplättchen,
- Anzahl und Maße (Fläche, Dicke) der Probeplättchen,
- Riechstoffprodukt,
- Volumen des Riechstoffproduktes,
- Konzentration der Riechstoffkomposition oder der einzelnen Riechstoffe im Füllgut (Riechstoffprodukt) und (gemessene) Konzentrationen der einzelnen Riechstoffe im Extraktionsmittel (Hexan),
- Einwirkdauer des Riechstoffproduktes auf die Probeplättchen,
- Volumen des Extraktionsmittels (Hexan),
- errechnete relative Löslichkeitskonstante S_r .

Anhang A (sensorische Prüfung)

Festlegung der Prüfzeiten:

Für die Auswahl der Zeitpunkte wird der Zeitfaktor F_t ermittelt:

$$F_t = \frac{A}{v \cdot l} \quad (\text{Beutel})$$

$$F_t = \frac{A'}{v' \cdot l'} \quad (\text{Originalverpackung})$$

mit A bzw. A' = Fläche des Beutels bzw. der Originalverpackung in cm^2 , v bzw. v' = Volumen des Riechstoffproduktes im Beutel bzw. in der Originalverpackung in cm^3 und l bzw. l' = mittlere Dicke der Beutelfolie bzw. der Wanddicke der Originalverpackung in cm.

F_t gibt an, um welchen Faktor die Versuchsdauer im Beutel gegenüber derjenigen in der Originalverpackung reduziert wird.

Beispiel:

		Beutel	Originalverpackung
Fläche	A bzw. A'	180 cm ²	200 cm ²
Volumen	v bzw. v'	40 cm ³	250 cm ³
Dicke	l bzw. l'	50 μm	250 μm
	$\frac{A}{v \cdot l}$ bzw. $\frac{A'}{v' \cdot l'}$	$\frac{180}{40 \cdot 0,005}$	$\frac{200}{250 \cdot 0,025}$

$$F_t = \left(\frac{180}{40 \cdot 0,005} \right) : \left(\frac{200}{250 \cdot 0,025} \right) = 28,1.$$

Hieraus folgt Versuchsdauer im Beutel $\times 28,1 =$ Versuchsdauer in der Originalverpackung, d. h., eine Woche Versuchsdauer im Beutel entspricht 28,1 Wochen Versuchsdauer in der Originalverpackung. Soll das Produkt nach 1, 3, 6 und 12 Monaten sensorisch untersucht werden, so müssen die entsprechenden Beutel 1/28,1, 3/28,1, 6/28,1 und 12/28,1 Monate, d. h., 1,06, 3,2, 6,4 und 12,8 Tage gelagert werden.

Anhang B (gaschromatographische Prüfung)

Auswertung:

Die Auswertung erfolgt mit folgender Gleichung, die für den quasi-stationären Zustand gilt:

$$\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a} = \frac{P_r \cdot A \cdot (v_i + v_a + S_r \cdot A \cdot l)}{l \cdot v_i (v_a + S_r \cdot A \cdot l/2)} \cdot t \quad (1).$$

Da die relative Löslichkeitskonstante im allgemeinen kleiner 10 ist, können alle Glieder mit S_r vernachlässigt werden; dies führt zu:

$$\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a} = \frac{P_r \cdot A (v_i + v_a)}{l \cdot v_i \cdot v_a} \cdot t \quad (2).$$

Hierin sind:

P_r = relative Permeationskonstante in cm²/s,

S_r = relative Löslichkeitskonstante,

A = Fläche des Beutels in cm²,

v_i = Volumen des Riechstoffproduktes im Beutel in cm³,

v_a = Volumen des Lösungsmittels in der Weithalsstandflasche in cm³,

l = Dicke der Beutelfolie in cm,

c_a = Konzentration des Riechstoffs in v_a in g/cm³,

c_∞ = $n_o / (v_i + v_a + S_r \cdot A \cdot l)$ bzw. $n_o / (v_i + v_a)$, wobei n_o die Menge des Riechstoffs in g im Beutel zur Zeit $t = 0$ ist,

t = Meßzeit in s.

Die Bestimmung der Konzentration c_a sowie die Berechnung von c_∞ erfordert die Kenntnis der Konzentration der einzelnen Riechstoffe im Riechstoffprodukt sowie die Konzentration der Riechstoffkomposition im zu untersuchenden Riechstoffprodukt. Die Auswertung läßt sich wesentlich vereinfachen, wenn eine Probe der Riechstoffkomposition zur Eichung vorhanden sowie die Konzentration dieser Komposition im Riechstoffprodukt bekannt ist. Da der unbekannte Faktor F_r , der angibt, zu wieviel Prozent der Riechstoff i in der Riechstoffkomposition gelöst ist, sowohl in der Konzentration c_a als auch in der Konzentration c_∞ enthalten ist, läßt sich dieser Faktor bei der Berechnung des Ausdrucks $\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a}$ wegzürzen.

Durch Auftragung von $\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a}$ gegen die Zeit, bzw. durch lineare Regression läßt sich aus der ermittelten Steigung m die relative Permeationskonstante P_r aus Gleichung (2) ermitteln, da

$$P_r = \frac{l \cdot v_i \cdot v_a}{A \cdot (v_i + v_a)} \cdot m.$$

Beispiel:

A = 182,5 cm², v_i = 40 cm³, v_a = 500 cm³, l = 49,2 μm,

n_o = $6,013 \cdot 10^{-4} \cdot 40 \cdot F_i$ g;

Eichlösung: $4,01 \cdot 10^{-4} \cdot F_i$ g/cm³, davon ergibt 1 μl 142264 counts (FID-Signal).

Meßprotokoll:

Zeit (h)	Counts der Probe, 1 μl	$c_a \cdot F_i$ g/cm ³	a)	b)
			$\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a}$	$\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a}$
5,37	745	$2,1 \cdot 10^{-6}$	0,048	0,048
22,75	2733	$7,7 \cdot 10^{-6}$	0,190	0,190
26,97	3159	$8,9 \cdot 10^{-6}$	0,223	0,223
47,25	5288	$14,9 \cdot 10^{-6}$	0,407	0,408
71,65	7524	$21,2 \cdot 10^{-6}$	0,646	0,648

a) Gleichung (2), b) Gleichung (1) $S_r = 1,1$.

m (lineare Regression) aus Gleichung (2):

$$m = 2,52 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1};$$

m (lineare Regression) aus Gleichung (1):

$$m = 2,53 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1};$$

Gleichung (1) und (2): $P_r = 2,5 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$.

Die Berechnung des Umsatzes U (Riechstoffverlustes) ergibt sich aus:

$$U \text{ in } \% = 100 \cdot c_a / c_\infty;$$

U für 71,65 h beträgt 47,6%.

Die relative Löslichkeitskonstante S_r , die zur Berechnung der relativen Permeationskonstante nach Gleichung (1) bekannt sein muß, wurde mit Hilfe der Sorptions/Desorptions-Methode ermittelt: $S_r = 1,1$. Das Ergebnis zeigt, daß S_r vernachlässigt werden kann. Nach erfolgter Berechnung der einzelnen P_r -Werte werden diese den entsprechenden Peaks im Gaschromatogramm zugeordnet (siehe Bild).

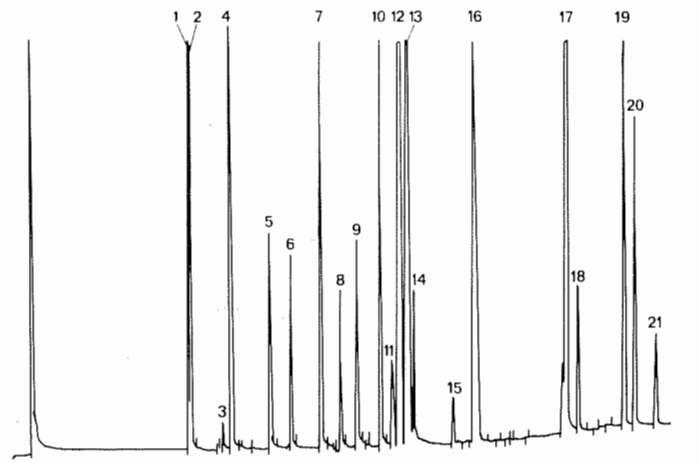


Bild: Beispiel eines Gaschromatogramms eines Riechstoffprodukts. Die gemessenen relativen Permeationskonstanten P_r werden den einzelnen Riechstoffen der Riechstoffkomposition zugeordnet: Riechstoff 1, P_{r1} ; Riechstoff 2, P_{r2} usw.

Bei der Auswertung werden folgende Vernachlässigungen gemacht:

- Die Volumenänderung v_a durch die Probenentnahme sowie die Einwanderung des Lösungsmittels aus v_a in v_i werden vernachlässigt.
- Weist das Diagramm $\ln \frac{c_\infty}{c_\infty - c_a}$ über die Zeit eine Krümmung auf, so ist dies ein Hinweis dafür, daß S_r nicht vernachlässigt werden darf.
- Die Bestimmung von S_r erfolgt mit Hilfe der Sorptions/Desorptions-Methode.

Anhang C (Sorptionsmessung)

Auswertung:

Die Berechnung von S_r erfolgt mit Hilfe folgender Gleichung:

$$S_r = \frac{c_K}{c_R^0 - c_K (V_K/V_R)} \quad (3).$$

Hierin sind:

c_K = Konzentration des Riechstoffs im Kunststoffplättchen in g/cm^3 im Gleichgewicht,

v_K = Volumen der (des) Kunststoffplättchen(s) in cm^3 ,

c_R° = Konzentration des Riechstoffs im Riechstoffprodukt in g/cm^3 vor Einstellung des Gleichgewichts,

v_R = Volumen des Riechstoffprodukts in cm^3 , das mit den Kunststoffplättchen in Kontakt steht.

Bestimmung bzw. Berechnung von c_R und c_K :

c_R° = Konzentration (Riechstoffkomposition im Riechstoffprodukt) $\cdot F_i$

c_K = Konzentration (Eichlösung) $\cdot F_i$
 $\cdot \frac{\text{counts (Riechstoffkomposition in Hexan)} \cdot \frac{v_{\text{Hexan}}}{v_K}}{\text{counts (Eichlösung)}}$

F_i hat die gleiche Bedeutung wie in Anhang B; daher müssen die Riechstoffkompositionen im Riechstoffprodukt und in der Eichlösung identisch sein.

Beispiel:

20 Plättchen der Gesamtmasse 0,619 g, einem Volumen v_K von $0,674 \text{ cm}^3$ entsprechend (LDPE = $0,918 \text{ g/cm}^3$), wurden 14 Tage in $v_R = 5 \text{ cm}^3$ des Riechstoffprodukts eingelagert. Danach wurde, wie oben

ausgeführt, in 5 cm^3 Hexan umgelagert. Die Konzentration der Riechstoffkomposition im Riechstoffprodukt betrug 0,601%, d. h. $6,01 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3$.

Eichlösung: $4,01 \cdot 10^{-4} \cdot F_i \text{ g/cm}^3$, davon ergibt $1 \mu\text{l}$ 142264 counts (FID-Signal).

Probe aus Hexan: $1 \mu\text{l}$ ergibt 282750 counts (FID-Signal).

Hieraus läßt sich S_r nach Gleichung (3) errechnen:

$$c_R^\circ = 6,01 \cdot 10^{-3} \cdot F_i \text{ g/cm}^3,$$

$$c_K = 4,01 \cdot 10^{-4} \cdot F_i \cdot \frac{282750}{142264} \cdot \frac{5}{0,674} = 5,91 \cdot 10^{-3} \text{ g/cm}^3,$$

$$S_r = \frac{5,91 \cdot 10^{-3} \cdot F_i \text{ g/cm}^3}{6,01 \cdot 10^{-3} \cdot F_i \text{ g/cm}^3 - 5,91 \cdot 10^{-3} \cdot F_i \text{ g/cm}^3 \cdot 0,674/5} = 1,1.$$

Literatur:

Becker, K., J. Koszinowski u. O. Piringer: Permeation von Riech- und Aromastoffen durch Polyolefine. Deutsche Lebensm.-Rundschau **79** (1983) Nr. 8, S. 257 – 266.

Koszinowski, J., u. O. Piringer: Messen der Riechstoffdurchlässigkeit an Kunststoffhohlkörpern. In: Sperrschichtbildung bei Kunststoffhohlkörpern. – VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1986. S. 155 – 175.