

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

## 2 Allgemeine Methoden zur Prüfung der Papierqualität

### 2.5 Polyvinylalkohol (qualitativer Nachweis)

#### 1. Allgemeine Angaben

Bezeichnung in der Empfehlung XXXVI: Polyvinylalkohol

Ordnungsnummer: C IV 3, Mittel zur Oberflächenveredelung und -beschichtung

Stand: Dezember 1978

Bearbeiter: H. Brabetz\* und I. Vetter\*\*

\* Wacker-Chemle GmbH, Postfach 12 60, 8263 Burghausen/Obb.

\*\* Herzberger Papierfabrik, Ludwig Osthusenrich GmbH & Co. KG, Andreasberger Straße 1, 3420 Herzberg/Harz.

#### 2. Grundlagen des Verfahrens

Die zu untersuchende Probe wird zerkleinert, mit Wasser extrahiert und im Extrakt Polyvinylalkohol (PVAL) nachgewiesen.

Polyvinylalkohol gibt mit Jod-Borsäure-Reagenz einen grünen bis tiefblauen Farbkomplex je nach Konzentration des PVAL. Bei gleichzeitiger Anwesenheit von Stärke im Extrakt muß diese vor dem Nachweis abgetrennt werden. Dies geschieht entweder enzymatisch durch Zugabe von Amyloglukosidase, welche Stärke zu Glukose abbaut oder durch dünn-schicht-chromatographische Trennung.

#### 3. Chemikalien und Lösungen

Es sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und bidestilliertes Wasser oder Wasser gleicher Reinheit, z. B. Deionat, zu verwenden.

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
Jod-Reagenz	k. A.	1,7 g Kaliumjodid und 1,2 g Jod werden in 1 l Wasser gelöst
Jod-Borsäure-Reagenz	k. A.	0,63 g Jod, 1,0 g Kaliumjodid und 32 g Borsäure werden unter Erhitzen in 1 l Wasser gelöst
Citrat-Pufferlösung	k. A.	0,44 g Citronensäure ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) und 0,85 g tri-Natriumcitrat-2-hydrat ( $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2 H_2O$ ) werden in 100 ml Wasser gelöst
Amyloglukosidase (AGS)	k. A.	Suspension 14 U/mg oder Amyloglukosidase 6 U/mg; 30 mg Lyophilisat mit 1,2 ml

Fließmittel	k. A.	Citratpuffer lösen Wasser wird mit Äthanol im Verhältnis 1:1 (v/v) gemischt
DC-Fertigplatte mit Kieselgel G	k. A.	z. B. Typ 60 Merck, Darm- stadt

**Tabelle 1** Chemikalien und Lösungen

#### 4. Geräte

- 4.1 Messpipetten, 1 ml, 0,1 ml, DIN 12621
- 4.2 Reagenzgläser mit Schraubverschluss
- 4.3 Wasserbad
- 4.4 Beheizbarer Magnetrührer mit Rührkern
- 4.5 Mikroliterspritze oder Kapillare
- 4.6 Flachbodenkammer mit übergreifendem Deckel für die Dünnschichtchromatographie
- 4.7 Laborsprüher
- 4.8 Bechergläser, HF 250, DIN 12331
- 4.9 Trichter, DIN 12445
- 4.10 Aufschlaggerät, z. B. Ultra Turrax
- 4.11 Glasfaserfilter (vor Gebrauch sind die Filter mehrmals mit heißem Wasser zu waschen)

#### 5. Probenahme und Probenvorbereitung

##### 5.1 Probenahme

Die Probenahme erfolgt nach DIN 53101. Damit keine Veränderung der Probe bis zur Durchführung der Prüfung eintritt, ist die Probe in Aluminiumfolie einzuschlagen.

##### 5.2 Probenvorbereitung

Die Probe wird in Schnitzel von ca. 1 x 1 cm Kantenlänge zerschnitten.

#### 6. Extraktion der Probe

Ca. 1 g der geschnitzelten Probe werden in ein 250 ml-Becherglas gegeben, mit ca. 50 ml Wasser übergossen und mit einem Aufschlaggerät zerkleinert. Die vorbereitete Probe wird mit einem beheizbaren Magnetrührer 15 min bei 60° C gerührt. Vor Durchführung der Prüfung wird die Probe über Glasfaserfilter filtriert, und der Extrakt wird für die Untersuchung eingesetzt.

#### 7. Durchführung

Zur orientierenden Voruntersuchung des Extraktes wird 1 ml in ein Reagenzglas pipettiert und mit 1 ml Jod-Reagenz (siehe Tabelle 1) versetzt. Bei Anwesenheit von Stärke im Extrakt färbt sich die Lösung blau. In diesem Fall wird nach Punkt 7.2 verfahren. Nimmt die Lösung lediglich den braunen Farbton des Jod-Reagenzes an, ist die Lösung frei von Stärke und es kann nach Punkt 7.1 geprüft werden. PVAL gibt mit Jod-Reagenz keine Farbreaktion.

##### 7.1 Nachweis von PVAL bei Abwesenheit von Stärke:

1 ml des Extraktes wird in ein Reagenzglas pipettiert und mit 1 ml Jod-Borsäure-Reagenz (siehe Tabelle 1) versetzt. Bei Anwesenheit von PVAL entsteht je nach Konzentration ein grüner bis tiefblauer Farbkomplex.

## 7.2 Nachweis von PVAL bei gleichzeitiger Anwesenheit von Stärke:

### 7.2.1 Enzymatische Methode

Zu 1 ml des Extraktes werden 0,5 ml Citrat-Pufferlösung (siehe Tabelle 1) und 0,02 ml Amyloglukosidase (siehe Tabelle 1) pipettiert, das Reagenzglas wird verschlossen. Die Probe wird 15 min bei 55-60° C im Wasserbad belassen. Nach dem Abkühlen wird 1 ml Jod-Borsäure-Reagenz (siehe Tabelle 1) zugegeben. Bei Anwesenheit von PVAL färbt sich die Lösung grün bis tiefblau je nach Konzentration des PVAL.

### 7.2.2 Dünnschichtchromatographische Trennung

Der Extrakt wird mit Hilfe einer Kapillare oder Mikroliterspritze punktförmig, gegebenenfalls mehrfach, auf eine DC-Kieselgelplatte aufgetragen. Nach dem Trocknen wird die DC-Platte zur Entwicklung in eine geschlossene Kammer gegeben. Als Fließmittel wird ein Ethanol/Wasser-Gemisch (siehe Tabelle 1) eingesetzt. Nach einer Laufstrecke von ca. 4 cm wird das Chromatogramm der Kammer entnommen, getrocknet und mit Jod-Borsäure-Reagenz (siehe Tabelle 1) besprüht. Bei alleiniger Anwesenheit von Stärke beobachtet man lediglich einen violetten, kreisförmigen Substanzfleck, dessen Mittelpunkt der Auftragspunkt ist. Bei gleichzeitiger Anwesenheit von PVAL und Stärke erhält man neben dem beschriebenen Substanzfleck einen weiteren tiefblauen Substanzfleck mit dem Rf-Wert 1.

## 8. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe

Nachweis von Polyvinylalkohol: positiv bzw. negativ

Anwesenheit von Stärke

Angabe des Prüfverfahrens

Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift

Prüfdatum

## 9. Nachweisgrenze

### 30 mg PVAL/kg Extrakt

(Stärkegehalt sollte unter 200 µg/ml liegen)

## 10. Literatur

Morishima, Y., Fujisawa, K., Nozakura, S., Sequence Length Required for Poly(vinyl acetate)- Iodine and Poly(vinyl alcohol)- Iodine Color Reactions, Polymer Journal, Vol. 10, p. 281-285 (1978)

Hayashi, S., Tanabe, Y., Hojo, N., The Color Reaction Between Partially Saponified Poly(vinyl acetate) and Iodine-Iodide in the Presence of Boric Acid, Makromol. Chem. 178, p. 1679-1687 (1977)

Vergleiche auch: 8. Methoden zur Untersuchung von Papieren, Kartons und Pappen, 3.4.1 Stärke