

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

## 2 Allgemeine Methoden zur Prüfung der Papierqualität

### 2.2 Echt-Pergament

#### 1. Allgemeine Angaben

Bezeichnung in der Empfehlung XLIV: Kunstdärme aus Echt-Pergament

Ordnungsnummer: II A, Grundmaterial

Stand: Oktober 1981

Analytischer Nachweis: Färbemethoden

Bearbeiter: E. Petermann\*

\* Verband Deutscher Papierfabriken e.V., Adenauerallee 55, 5300 Bonn 1.

#### 2. Grundlagen der Verfahren

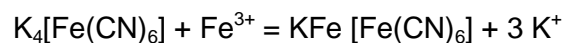
##### 2.1 Amyloid-Nachweis

Beim Pergamentieren der Zellulosefaser entstehen Amyloid genannte Umwandlungsprodukte.

Amyloid reagiert mit Jod unter Bildung blaufärbter Komplexe.

##### 2.2 Nachweis von gebleichtem Zellstoff

Im ungebleichtem Zellstoff sind Ligninreste enthalten, die Kaliumhexacyanoferrat(III) zu Kaliumhexacyanoferrat(II) reduzieren. Diese Verbindung wird durch Zusatz von Eisen(III)-Salz in Berlinerblau übergeführt.



Geblichter Zellstoff zeigt diese Reaktion nicht.

#### 3. Chemikalien und Lösungen

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

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
Kaliumpermanganat-Lösung	gesättigt	6,5 g Kaliumpermanganat (KMnO <sub>4</sub> ) werden in 100 ml Wasser gelöst
Oxalsäure	5 % m/m	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> • 2 H <sub>2</sub> O)-Lösung
Schwefelsäure-Lösung	k. A.	1 Gewichtsteil Schwefelsäure (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), ρ = 1,84 g/ml, wird in 4 Gewichtsteile Wasser eingetragen.
Schwefelsäure-Lösung	43% m/m	k. A.
Jod-Jodkalium-Lösung	k. A.	2,0 g Kaliumjodid (KI), 1,15 g Jod (I <sub>2</sub> ) werden in 20 ml Wasser gelöst und der Lösung 2 ml Glycerin C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O <sub>3</sub> )

Chlorzinkjod-Lösung	k. A.	zugesetzt Lösung I 50 g Zinkchlorid ( $\text{ZnCl}_2$ ) werden 50 ml Wasser gelöst Lösung II 0,75 g Kaliumjodid und 0,5 g Jod werden in 100 ml Wasser gelöst. Kurz vor Gebrauch mischt man gleiche Teile der Lösungen I und I
Färbelösung nach Bright	k. A.	Lösung A 2,7 g Eisen (III) Chlorid ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) werden in 100 ml Wasser gelöst. Lösung B 3,29 g Kaliumhexacyanoferrat(III) ( $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ) werden in 100 ml Wasser gelöst. Lösung C 0,125 g Benzopurpurin 4 B extra, sodafrei, werden in 100 ml 50 % m/m Ethanol unter mäßigem Erwärmen gelöst.

---

**Tabelle 1** Chemikalien und Lösungen

#### 4. Geräte

- 4.1 Mikroskop
- 4.2 Präparierbrücke
- 4.3 Präpariernadeln
- 4.4 Objektträger, Deckgläser
- 4.5 Sieb, feinmaschig (70 Maschen/cm<sup>2</sup>)
- 4.6 Reagenzgläser, z.B. 18 DIN 12395
- 4.7 Filterpapier bzw. Filterkarton, hart
- 4.8 Messer (Skalpell)

#### 5. Aufschluss

1 g des Echt Pergament wird in schmale Streifen geschnitten, in ein Reagenzglas gegeben, mit 50 ml Kaliumpermanganat-Lösung (siehe Tabelle 1) übergossen und ca. 60 - 75 min stehen gelassen. Nach dieser Zeit wird die Lösung abgegossen, und die Streifen werden mehrmals mit Wasser gewaschen. Zur Entfernung des ausgefällten Manganoxids behandelt man sie mit ca. 25 ml Oxalsäure-Lösung (siehe Tabelle 1), der wenige ml Schwefelsäure-Lösung (1/4 m/m mit Wasser (siehe Tabelle 1)) zugesetzt werden, so lange, bis sie entfärbt sind. Die Streifen werden mit Wasser salzfrei gewaschen. Sie lassen sich leicht durch Kneten zu einer Faserbreikugel verarbeiten.

Der Faserbrei wird geteilt.

Die eine Hälfte wird in einem Reagenzglas mit kalter Schwefelsäure (43% m/m (siehe Tabelle 1)) 1 – 2 min durchgeschüttelt, die Suspension auf das Sieb gegeben und mit Wasser säurefrei gewaschen.

## 6. Nachweise

### 6.1 Amyloid-Nachweis

#### 6.1.1 Makroskopisches Verfahren

In die kurz vor Gebrauch hergestellte Chlorzinkjod-Lösung (siehe Tabelle 1) taucht man einen Streifen der zu untersuchenden Probe. Echt Pergament färbt sich tiefblau violett bis blau. Andere Papiere färben sich gelbbraunlich bis hellrotviolett. Stärke, Dextrin und Polyvinylalkohol stören den Nachweis. Sollte der Verdacht auf Anwesenheit einer der aufgezählten Verbindungen bestehen, muss der mikroskopische Nachweis durchgeführt werden.

#### 6.1.2 Mikroskopischer Nachweis

Aus der anderen Hälfte des Faserbreies, gewonnen nach 5, jedoch ohne Schwefelsäurenachbehandlung, wird ein kleiner Teil auf einen Objektträger gebracht, mit 1 -2 Tropfen Jodjodkalium-Lösung versetzt (siehe Tabelle 1) und mit Präpariernadel verteilt. Nach einer Einwirkungszeit von einigen Sekunden wird die Jod-Lösung mit Filterpapier abgesaugt. Man gibt 2 - 3 Tropfen Wasser hinzu und beurteilt die Färbung bei einer 50fachen Vergrößerung. Amyloid zeigt sich durch Blaufärbung, die sich allmählich verstärkt und anschließend wieder langsam nachlässt (eventuell vorhanden Stärke kann an der Struktur (Stärkekörner) erkannt werden).

#### 6.1.3 Untersuchung auf gebleichten Zellstoff

6.1.3.1 Von dem zu untersuchenden Echt Pergament werden mit Hilfe eines Messers Fasern abgeschabt und diese nach 6.1.3.3 gefärbt. Falls die Reaktion zu Missverständnissen führt, ist nach 6.1.3.2 (also nach Aufschluss) und 6.1.3.3 weiter zu untersuchen.

6.1.3.2 Ein Teil der mit Schwefelsäure (43% m/m (siehe Tabelle 1)) nachbehandelten Faserprobe (aus 5) wird in ein Reagenzglas gegeben und mit einer Mischung aus je 20 ml Lösung A und Lösung B (siehe Tabelle 1) übergossen, gut durchgeschüttelt und 20 min stehen gelassen. Nach dieser Zeit wird abgesiebt und so lange mit Wasser ausgewaschen, bis das Waschwasser klar abläuft.

6.1.3.3 Eine Probe wird auf einen Objektträger gegeben, mit Filterpapier das überschüssige Wasser entfernt, auf die Fasern werden 3 - 4 Tropfen Lösung C (siehe Tabelle 1) gegeben und 2 min gefärbt. Dann wird die Farbstofflösung mit Filterpapier abgesaugt, etwas Wasser zugegeben und mikroskopiert.

Gebliche Zellstoffe sind **rot** gefärbt, ungebleichte Zellstoffe **blau**.

## 7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe

Amyloid-Nachweis

Nachweis auf gebleichtem Zellstoff

Prüfdatum

## 8. Literatur

- 8.1 Handbuch der Werkstoffprüfung, 4 (1953), Korn, R., Burgstaller, F., Papier- und Zellstoffprüfung, 2. erw. Aufl., S. 41, 42, 44, 51, 53, 360, 361, Springer-Verlag Berlin/Göttingen/Heidelberg
- 8.2 Harders-Steinhäuser, M., Faseratlas, Günther-Staib Verlag, Biberach/Riß (1974)
- 8.3 Chemisch-Technische Untersuchungsmethoden, Zellstoff und Papier, Verlag Chemie GmbH, Weinheim (Bergstraße) (1957)
- 8.4 Richter, M., Augustat, S., Schierbaum, F., Ausgewählte Methoden der Stärkechemie, S. 123 ff. (1968), Wissenschaftliche Verlagsanstalt mbH, Stuttgart
- 8.5 DIN 6730 Nr. 91, Mai 1976 – Papier und Pappe, Begriffe
- 8.6 Butter-Verordnung, Bekanntmachung der Neufassung der Butterverordnung vom 10. August 1970 (BGBl. I vom 25.08.1976, S. 1455)