

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

## 2 Allgemeine Methoden zur Prüfung der Papierqualität

### 2.6 Polyvinylalkohol (quantitative Bestimmung)

#### 1. Allgemeine Angaben

Bezeichnung in der Empfehlung XXXVI: Polyvinylalkohol

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

Stand: Januar 1980

Analytisches Messprinzip: Photometrie

Bearbeiter: A. Gürtler\*

\* Feldmühle Aktiengesellschaft, Forschung und Entwicklung, Postfach 10 02 40, 4060 Viersen 1.

#### 2. Grundlagen des Verfahrens

Die zu untersuchende Probe wird mit Wasser extrahiert und der im Extrakt gelöste Polyvinylalkohol (PVAL) mit Borsäure und Jod umgesetzt. Der gebildete grünblaue Farbkomplex wird spektralphotometrisch bei 670 nm bestimmt.

Als Vergleichssubstanz dient das zur Oberflächenveredelung eingesetzte PVALProdukt. Bei gleichzeitiger Anwesenheit von Stärke im Extrakt wird diese vor der Komplexbildung enzymatisch mit Amyloglukosidase abgebaut.

#### 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
Polyvinylalkohol, Vergleichssubstanz	k. A.	Der PVAL wird mit Methanol auf pH 7 gewaschen und anschließend bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (Aufbewahrung im Exsikkator)
Borsäurelösung	k. A.	4 g Borsäure ( $H_3BO_3$ ) werden in einen 100 ml-Messkolben gegeben und mit etwas Wasser unter Erwärmen gelöst; nach Abkühlung wird bis zur Marke aufgefüllt.
Jod-Kaliumjodidlösung	$c(J_2) = 0,05 \text{ mol/l}$	k. A.
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

Amyloglukosidase (AGS)	k. A.	in 100 ml Wasser gelöst Für die Suspension 14 U/mg oder Amyloglukosidase 6 U/mg werden 30 mg Lyophi- lisat mit 1,2 ml Citratpuffer gelöst
Methanol	k. A.	k. A.

**Tabelle 1** Chemikalien und Lösungen

#### 4. Geräte

- 4.1 Spektrallinienfilter-Photometer mit Messmöglichkeit bei 670 nm oder Spektralphotometer
- 4.2 Glasküvetten, Schichtdicke 1,0 cm, DIN 58963
- 4.3 Wasserbad
- 4.4 Kühlschranks
- 4.5 Analysenwaage, Messgenauigkeit 0,0001 g
- 4.6 Erlenmeyerkolben, 250 ml, DIN 12385
- 4.7 Messkolben mit Kegelschiffhülse und Stopfen, 500 ml, 250 ml, 100 ml, DIN 12664
- 4.8 Messzylinder, 100 ml, DIN 12680 Teil 1
- 4.9 Vollpipetten, 25 ml, 20 ml, DIN 12691
- 4.10 Volumenmessgeräte mit Hubkolben, 5 ml, 2 ml, 1 ml, DIN 12650 Teil 3
- 4.11 Trichter DIN 12445
- 4.12 Glasfaserfilter (vor Gebrauch sind die Filter mehrmals mit heißem Wasser zu waschen)
- 4.13 Uhrglas
- 4.14 Exsikkator DIN 12491

#### 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. 5 x 5 mm Kantenlänge zerschnitten. Außerdem sind für die Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103 und zur Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104 Teil 1 gesondert mengengerechte Anteile zu entnehmen.

#### 6. Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104 Teil1

#### 7. Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103

#### 8. Extraktion der Probe

Von der zerschnittenen Probe wird ca. 1 g auf 0,0001 g genau gewogen und in einen 250 ml-Erlenmeyerkolben gegeben. Nach Zusatz von 100 ml siedendem Wasser wird der Kolben mit einem Uhrglas bedeckt und 2 Stunden, unter gelegentlichem Umrühren, im Wasserbad bei 80°C belassen. Nach Abkühlung wird der Ansatz über Glasfaserfilter filtriert, das Filtrat in einen 250 ml-Messkolben übergeführt und bis zur Marke aufgefüllt.

## 9. Durchführung

### 9.1 Aufstellung der Vergleichskurve

Genau 250 mg der PVAL-Vergleichssubstanz werden in einen 500 ml-Messkolben gegeben und in Wasser, unter Erwärmung, auf dem Wasserbad gelöst. Der Messkolben wird anschließend bis zur Marke aufgefüllt. Von dieser Lösung werden 1, 2, 3, 4 und 5 ml, entsprechend einem Gehalt von 0,5, 1,0, 1,5, 2,0 und 2,5 mg PVAL in 100 ml-Messkolben pipettiert und auf etwa 50 ml verdünnt.

Diese Lösungen werden mit je 25 ml Borsäurelösung (siehe Tabelle 1) und 1 ml Jodlösung (siehe Tabelle 1) versetzt, gut durchgemischt und auf Messvolumen gebracht. Danach werden die Messkolben in einem Kühlschrank mindestens 8 Stunden bei  $8 \pm 1^\circ\text{C}$  belassen. Nach Herausnahme wird sofort die Extinktion in einem abgeglichenen Küvettenatz von 1,0 cm Schichtdicke bei 670 nm gegen Wasser gemessen. Parallel hierzu wird ein Blindversuch durchgeführt.

Die um den Blindwert korrigierten Messwerte werden gegen die zugehörigen PVAL-Konzentrationen in mg auf Millimeterpapier aufgetragen.

Anmerkung: Die beim enzymatischen Abbau von Stärke eingesetzten Chemikalien haben keinen Einfluss auf die Farbkomplexbildung. Die nach 9.1 erstellte Vergleichskurve ist damit auch bei der Bestimmung von PVAL in Anwesenheit von Stärke anwendbar.

### 9.2 Bestimmung des PVAL-Gehaltes bei Abwesenheit von Stärke

20 ml des nach 8 hergestellten Extraktes werden in einen 100 ml-Messkolben pipettiert. Anschließend wird entsprechend 9.1 verfahren.

### 9.3 Bestimmung des PVAL-Gehaltes bei Anwesenheit von Stärke

20 ml des nach 8 hergestellten Extraktes werden in einen 100 ml-Messkolben pipettiert, mit 3,5 ml Citrat-Pufferlösung (siehe Tabelle 1) und 0,35 ml Amyloglukosidase-Lösung (siehe Tabelle 1) versetzt. Nach einer Einwirkzeit von 15 Minuten bei  $55 - 60^\circ\text{C}$  im Wasserbad wird entsprechend 9.1 verfahren.

Anmerkung: Der PVAL-Gehalt der Messlösung soll einem Extinktionsbereich von 0,2-0,8 entsprechen. Abweichungen nach oben sind durch Verdünnen des Extraktes, Abweichungen nach unten durch Erhöhung der für die Extraktion eingesetzten Probemenge auszugleichen.

## 10. Auswertung

Es sind Parallelbestimmungen von mindestens zwei Proben durchzuführen. Der Gehalt  $G_{\text{PVAL}}$  beträgt bezogen auf die Trockenmasse der Probe in mg/kg:

$$G_{\text{PVAL}} = \frac{m_{\text{M}} \cdot V_1 \cdot 1000}{m_{\text{Tr}} \cdot V_2}$$

Hierin bedeuten:

$V_1$  = Volumen Extrakt

$V_2$  = Volumen für Photometrie

$m_{\text{M}}$  = Masse PVAL (mg) in  $V_2$

$m_{\text{Tr}}$  = Einwaage Probe (g) berechnet auf Trockenmasse

## 11. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:  
Art und Bezeichnung der Probe

Anzahl der Parallelbestimmungen  
Trockengehalt der Probe nach DIN 53103  
Flächenmasse der Probe in g/m<sup>2</sup> nach DIN 53104 Teil 1  
PVAL-Gehalt in mg/kg  
Einzelwerte und Mittelwert  
Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift  
Prüfdatum

## **12. Wiederfindungsrate**

**ca. 95%**

## **13. Literatur**

Morishima, Y., Fujisawa, K., Nozakura, S., Sequence Length Required for Poly-(vinyl acetate)-Iodine and Poly(vinyl alcohol)-Iodine Color Reactions, *Polymer Journal*, **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 und 3.5.4 Polyvinylalkohol (qualitativer Nachweis