

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

## 2 Allgemeine Methoden zur Prüfung der Papierqualität

### 2.6 Polysiloxan (qualitativer Nachweis)

#### 1. Allgemeine Angaben

Bezeichnung in der Empfehlung XXXVI: Mittel zur Oberflächenveredelung und -beschichtung

Ordnungsnummer: C IV 4, Siliconöle und/oder Siliconharze

Stand: Dezember 1979

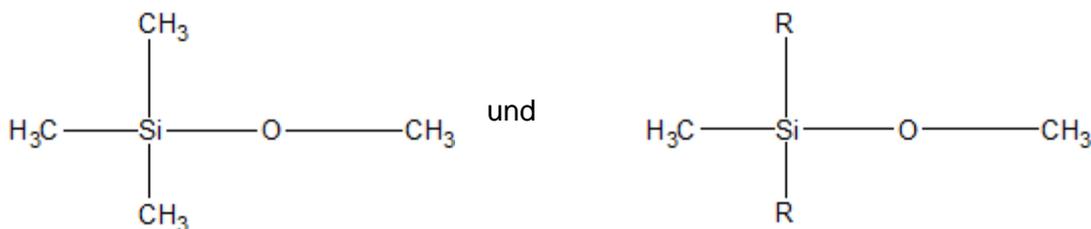
Analytisches Messprinzip: Infrarot-Spektrometrie

Bearbeiter: M. Kästner\*

\* Papiertechnische Stiftung, Heßstraße 130 a, 8000 München.

#### 2. Grundlagen des Verfahrens

Neben der einfachen Erkennbarkeit der Antihafteffekt einer Siliconbeschichtung auf Papieren (mit Klebestreifen oder Kugelschreiber) kann das Silicon durch charakteristische Banden im IR-Spektrum, zuzuordnen den Gruppierungen nachgewiesen werden.



Dies kann unmittelbar am beschichteten Papier, ohne Zerstörung der Probe, mit Hilfe der ATR-Technik (ATR = attenuated total reflection) erfolgen.

Steht die erforderliche Ausrüstung nicht zur Verfügung, kann der Nachweis mit jedem IR-Spektrometer durch Auftragen geringer Mengen des Papierextraktes auf ein Natriumchloridfenster geführt werden.

#### 3. Chemikalien und Lösungen

Es sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „für die Spektroskopie“ zu verwenden.

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
1.2-Dichlorbenzol	k. A.	k. A.
Ethylmethylketon	k. A.	k. A.
Toluol	k. A.	k. A.
Trichlorethylen	k. A.	k. A.

**Tabelle 1** Chemikalien und Lösungen

#### **4. Geräte**

- 4.1 Soxhlet DIN 12 602, Nenninhalt 100 ml mit Kegelschliffhülse nach DIN 12242 NS 71/51, Rundkolben DIN 12347, Nenninhalt 250 ml, Kugelkühler DIN 12581
- 4.2 Infrarot-Spektrometer
- 4.3 Infrarot-Strahler
- 4.4 NaCl-Fenster für IR-Spektroskopie
- 4.5 Rotationsverdampfer

#### **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. 1x1 cm Kantenlänge zerschnitten.

#### **6. Extraktion der Probe**

Ca. 10 der Probestücke auf 100 ml Extraktionsmittel werden in die Extraktionshülse des Soxhlet-Extraktors gegeben und mit einem der aufgeführten Lösungsmittel 10 Stunden extrahiert. Diese Extraktion sollte mit einem weiteren Lösungsmittel wiederholt werden.

#### **7. Durchführung**

Der Extrakt wird im Rotationsverdampfer zur Trockne eingengt und in 1 ml Trichlorethylen (siehe Tabelle 1) aufgenommen. Der konzentrierte Extrakt wird tropfenweise auf das NaCl-Fenster gegeben und das Lösungsmittel mit Hilfe eines IR-Strahlers verdampft. Das NaCl-Fenster wird in das IR-Spektrometer eingesetzt und das Spektrum im Bereich von 4000 bis 600  $\text{cm}^{-1}$  registriert.

#### **8. Auswertung**

Bei Anwesenheit von Polysiloxan (Silicon) zeigt sich eine sehr intensive Bande im Bereich von 1020 bis 1099  $\text{cm}^{-1}$ . Diese ist der antisymmetrischen Streckschwingung der Siloxankette zuzuordnen. Ferner zeigen die überwiegend verwendeten Methylpolysiloxane eine scharfe Bande bei 1266  $\text{cm}^{-1}$  (Beispiel siehe Anlage).

Zur näheren Identifizierung des verwendeten Polysiloxans können weitere charakteristische Banden herangezogen werden (siehe 9. Literatur).

#### **9. Prüfbericht**

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe

Verwendete Extraktionsmittel

Befund (IR-Spektrogramm)

Gegebenenfalls nähere Identifizierung des Polysiloxans

Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift

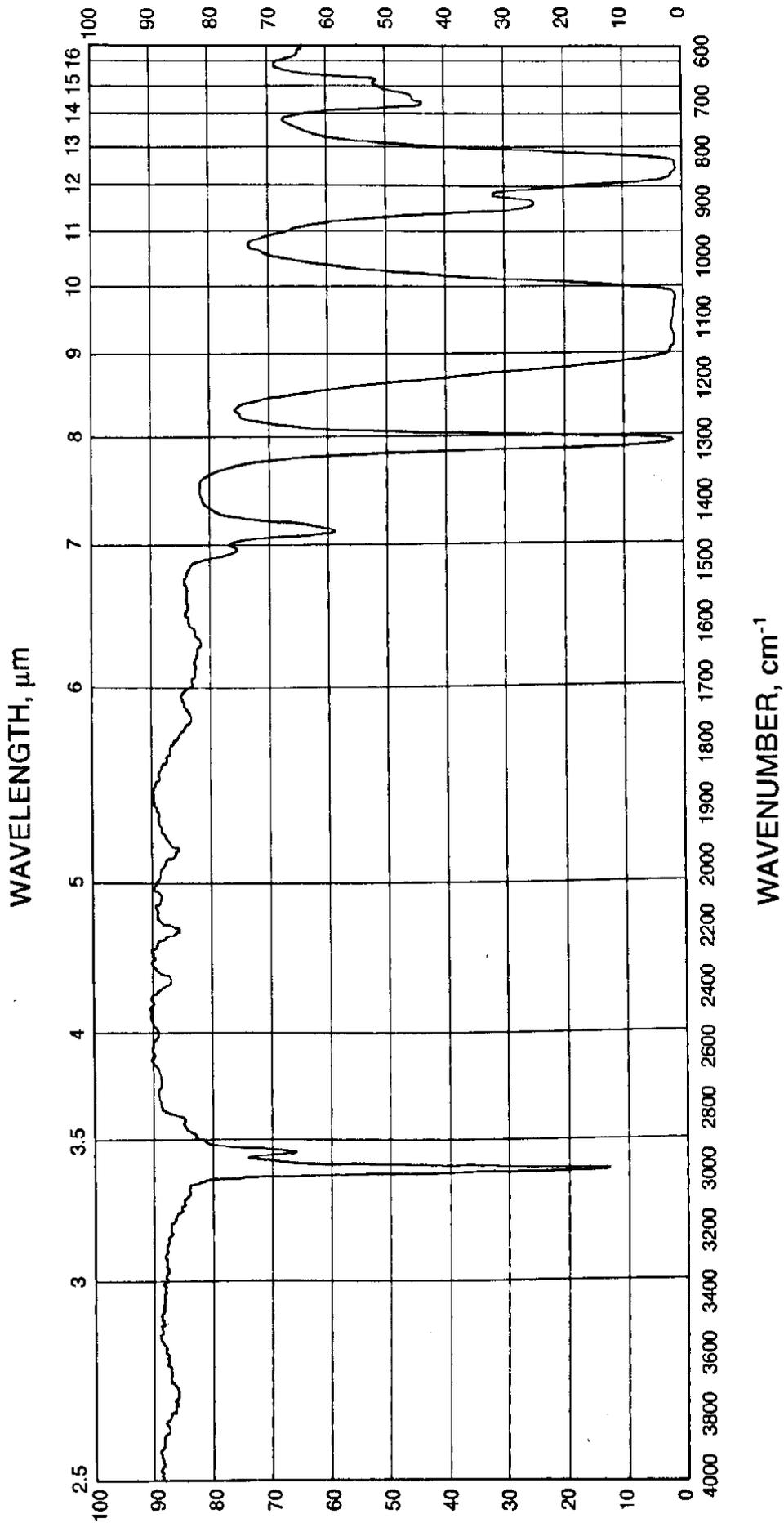
Prüfdatum

**10. Nachweisgrenze****10 mg/kg****11. Literatur**

Hummel/Scholl, Atlas der Polymer- und Kunststoff-Analyse, I (1968), Verlag Chemie Weinheim

43. Mitteilung der Kunststoffkommission des Bundesgesundheitsamtes zur Untersuchung von Kunststoffen, Untersuchung von Bedarfsgegenständen aus Silicon, Bundesgesundheitsblatt **22**, S. 339-343 (1979)

Beispiel I



## Beispiel II

## Beispiel II

