

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

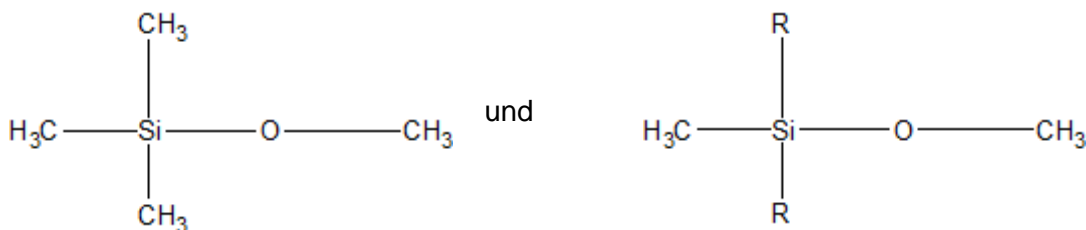
Analytisches Messprinzip: Infrarot-Spektrometrie

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 cm^{-1} registriert.

8. Auswertung

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

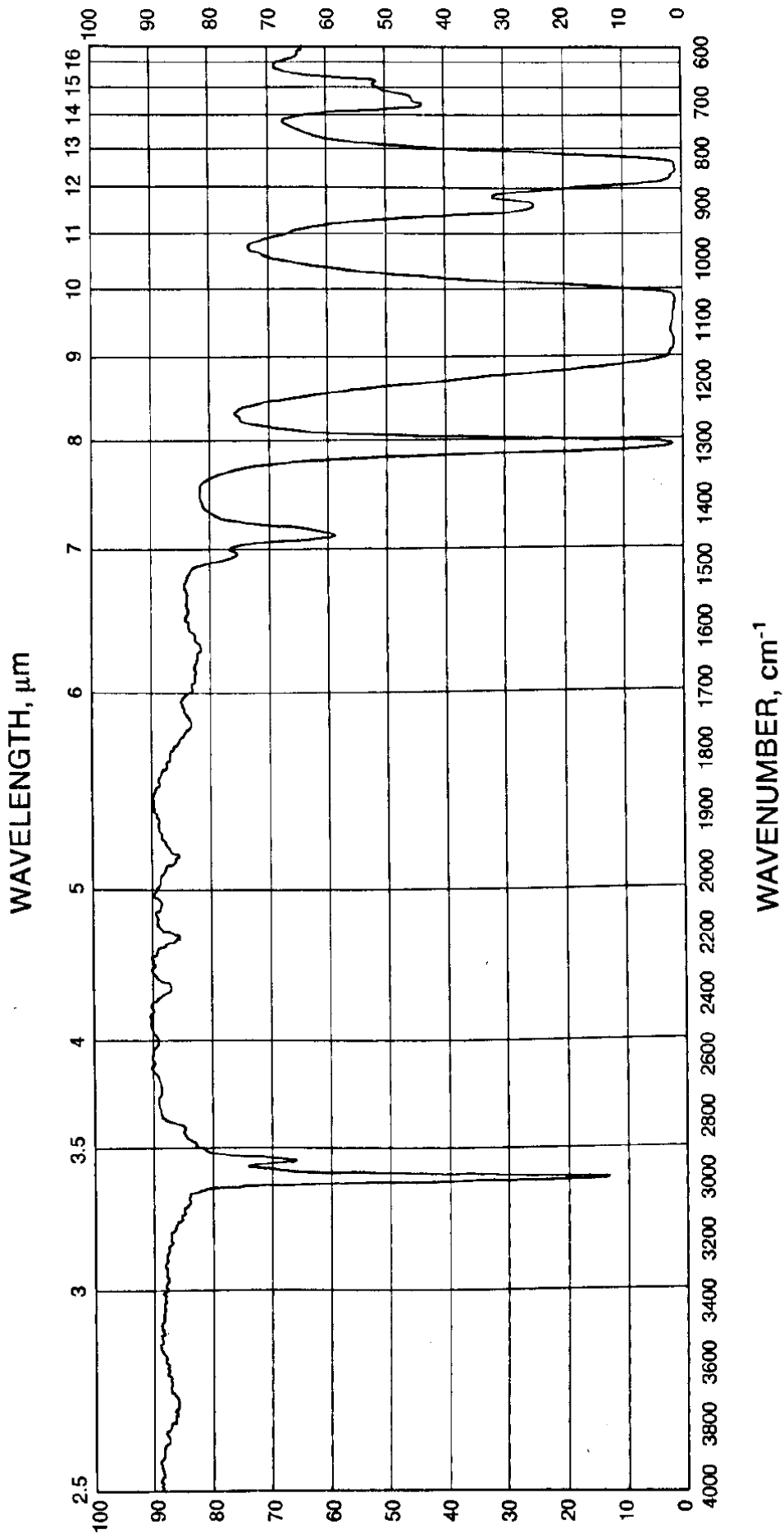
Prüfdatum

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

