

Prüfung von Papier und Pappe
Bestimmung von extrahierbaren Bestandteilen
 Bestimmung von Bitumen

DIN
52 924
 Teil 1

Testing of paper and board; determination of extractable constituents; determination of bitumen
 Essais des papiers et cartons; détermination des constituants extractibles; détermination des bitumes

Zusammenhang mit dem von der Forschungsgemeinschaft Kraftpapiere und Papiersäcke e. V. herausgegebenen Merkblatt 6/II/69 „Bitumen-Extraktion aus Bitumenpapier/Bestimmung des Bitumenauftragsgewichts durch Lösungsmittelextraktion“, siehe Erläuterungen.

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm legt die Bedingungen zur Extraktion und Bestimmung von Bitumen in Papier und Pappe fest. Es dient vorzugsweise der Bestimmung der flächenbezogenen Masse des Bitumenauftrags von Bitumenpapier und ist ohne Einschränkungen nur auf solche Papiere anwendbar, die außer Bitumen keine nennenswerten Mengen sonstiger vom Extraktionsmittel Trichloräthylen bzw. Dichlormethan extrahier- oder angreifbarer Stoffe enthalten, da nach dem angegebenen Verfahren alle in den genannten Extraktionsmitteln löslichen Stoffe als Bitumen erfaßt werden.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Proben werden klimatisiert, gewogen und im Soxhlet mit Trichloräthylen oder Dichlormethan extrahiert, bis der Rücklauf farblos ist. Die extrahierten Proben werden dann an ein Prüfklima nach DIN 50 014 angeglichen und danach zurückgewogen. Aus der Differenz zwischen den Probenmassen vor und nach der Extraktion wird der Bitumengehalt und mit Hilfe der mit Bitumen behandelten Oberfläche die flächenbezogene Masse des Bitumenauftrags je m² berechnet.

3 Geräte und Prüfhilfsmittel

Analysenwaage

Extraktionsgerät nach Soxhlet aus Geräteglas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111 ¹⁾ mit Extraktor 250 DIN 12 602 ²⁾ und Kolben RANS 500—29 DIN 12 348

Wasserbad oder Pilzheizhaube

Schneidgerät zum Schneiden der Proben, z. B. Kreisschneider 100 cm² oder Schneideschablone 10 cm x 10 cm

Marmorstücke von etwa 0,5 bis 1 cm Kantenlänge als Siedesteine und zum Neutralisieren von eventuell bei der Extraktion sich bildender Salzsäure

4 Extraktionsmittel

Trichloräthylen oder Dichlormethan (Methylenchlorid), reinst und absolut frei von Salzsäure, HCl.

Zur Prüfung auf HCl werden 20 ml des Extraktionsmittels mit der gleichen Menge destilliertem oder vollentsalztem

Wasser geschüttelt. Etwaige Säure geht in die wäßrige Phase über, die schwach mit Salpetersäure angesäuert und mit 1 bis 2 Tropfen einer 0,1 N Silbernitratlösung versetzt wird. Eine schwache Opaleszenz ist zulässig. Eine auftretende Trübung weist auf einen unzulässigen Gehalt an Cl-Ionen hin.

Anmerkung: Im Falle einer deutlichen Trübung können die Extraktionsmittel Trichloräthylen oder Dichlormethan durch Ausschütteln mit Natronlauge bis zur Säurefreiheit und durch anschließendes Destillieren über Marmorstücke gereinigt werden. Hierbei ist im Falle von Trichloräthylen die zwischen 86,5 °C und 87,5 °C übergehende Fraktion und im Falle von Dichlormethan die zwischen 41,0 °C und 42,5 °C übergehende Fraktion zu verwenden und wie im Abschnitt 4 angegeben auf Säurefreiheit zu prüfen.

5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Proben mit einer Gesamtfläche von mindestens 1000 cm² werden, soweit nicht anders vereinbart, nach DIN 53 101 entnommen und nach DIN 53 102 unter Zugrundelegung eines Prüfklimas nach DIN 50 014 vorbehandelt. Aus den vorbehandelten Probebögen sind mit dem Schneidgerät mindestens 5 Einzelproben mit der Fläche von je 100 cm² zu schneiden.

6 Durchführung

Es sind jeweils 2 voneinander unabhängige Bestimmungen von der gleichen Probe durchzuführen.

5 der nach Abschnitt 5 entnommenen und vorbereiteten Einzelproben werden auf 0,0001 g gewogen (Einwaage *m_E*) und im Soxhlet mit Trichloräthylen oder Dichlormethan solange extrahiert, bis der Rücklauf für das bloße Auge absolut farblos ist. Die Extraktionsdauer beträgt erfahrungsgemäß je nach Bitumenauftrag 4 bis 5 Stunden. Um eine Überhitzung des Extraktionsmittels zu vermeiden, wird die Extraktion auf dem Wasserbad bzw. der Pilzheizhaube durchgeführt. Es ist empfehlenswert, in den Extraktionskolben 1 bis 2 Marmorstücke zu geben. Bei der Extraktion ist anhaltende starke Belichtung, Heizen des Extraktionsgerätes mit offener Flamme oder elektrischer Heizplatte, das Eindringen von Säurespuren

¹⁾ Entwurf Ausgabe November 1974

²⁾ Entwurf Ausgabe Juni 1974

Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 2

fremder Herkunft in das Extraktionsgerät und die Anwesenheit von feinverteiltem Aluminium, z. B. eingebracht durch falsch eingestellte Schneidgeräte, unbedingt auszuschließen, da andernfalls durch Abspaltung von Salzsäure aus dem Extraktionsmittel die Ergebnisse verfälscht werden können.

Nach der Extraktion werden die extrahierten Proben im Klimaraum an das in Abschnitt 5 angewendete Prüfklima nach DIN 50 014 angeglichen und danach auf 0,0001 g zurückgewogen (Auswaage m_R)

7 Auswertung

Aus den gefundenen Werten wird der Bitumengehalt in Massengehalt in % nach Zahlenwertgleichung (1) und die flächenbezogene Masse des Bitumenauftrags in g/m^2 nach Zahlenwertgleichung (2) errechnet:

$$\text{Bitumengehalt} = \frac{(m_E - m_R)}{m_E} \cdot 100 \quad (1)$$

$$\text{Flächenbezogene Masse des Bitumenauftrags} = \frac{(m_E - m_R) \cdot 10\,000}{F} \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

F Mit Bitumen behandelte Oberfläche der Probe in cm^2

m_E Einwaage der klimatisierten Probe in g

m_R Masse der extrahierten und klimatisierten Probe in g

8 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm und die herangezogenen einschlägigen Normen anzugeben:

Ort und Zeit der Probenahme

Gegebenenfalls Art der vereinbarten Probenahme

Art und Bezeichnung der Probe, Angabe von Sorte, Aufdruck und Liefernummer

Oberfläche der Probe in cm^2

Bitumengehalt in Massengehalt in % und die flächenbezogene Masse des Bitumenauftrags der Probe in g/m^2

Einzelwerte und Mittelwerte, gerundet auf die 1. Dezimalstelle

Verwendetes Extraktionsmittel

Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Norm

Prüfdatum

Erläuterungen

Diese Norm ist vom Unterausschuß C 1 e „Chemische Prüfverfahren für Zellstoff und Papier“ im FNM ausgearbeitet worden. Die Norm beruht in wesentlichen Teilen auf dem Merkblatt 6/II/69, „Bitumenextraktion aus Bitumenpapier/Bestimmung des Bitumenauftragsgewichts durch Lösungsmittlextraktion“ das von der Forschungsgemeinschaft Kraftpapiere und Papiersäcke e. V. *) herausgegeben worden ist. Abweichend vom Merkblatt ist in der Norm lediglich der qualitative Nachweis von Chlorid mittels Silbernitrat aufgenommen worden, da die im Merkblatt angegebenen sonstigen Nachweis- und Bestimmungsverfahren für die Norm nicht für erforderlich gehalten wurden.

Der zuständige Ausschuß hat nach sorgfältiger Prüfung beschlossen, für die Bestimmung von extrahierbaren Bestandteilen die Normen DIN 52 924 Teil 1, Teil 2 und Teil 3 herauszugeben, um die Anwendung der 3 Verfahren für Bitumenpapier, Paraffinpapier und Wachspapier, die in verschiedenen Industriezweigen eingesetzt werden, anwendungsgerecht darzustellen. Die mit dieser Aufteilung in 3 Teile verbundenen Vorteile wiegen eine mögliche redaktionelle Zusammenfassung der 3 Teile in eine einzige Norm auf.

*) Anschrift: 62 Wiesbaden, Postfach 1407