

Prüfung von Papier und Pappe  
**Bestimmung von extrahierbaren Bestandteilen**  
 Bestimmung von Paraffin

**DIN**  
**52 924**  
 Teil 2

Testing of paper and board; determination of extractable constituents; determination of paraffin  
 Essais des papiers et cartons; détermination des constituants extractibles; détermination de paraffine

Zusammenhang mit der American Society for Testing and Materials (ASTM) Designation D 590 — 65 und dem TAPPI-Standard T 405 m — 60, siehe Erläuterungen.

Beim Umgang mit Tetrachlorkohlenstoff ist sicherzustellen, daß niemand durch die auftretenden Dämpfe gefährdet wird <sup>1)</sup>. Der MAK-Wert von 10 mg/kg <sup>2)</sup> darf am Arbeitsplatz nicht überschritten werden.

### 1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm legt die Bedingungen zur Extraktion und Bestimmung von Paraffin in Papier und Pappe fest. Es dient vorzugsweise der Bestimmung des Paraffingehaltes von paraffinimprägnierten oder Paraffinpapieren und ist ohne Einschränkung nur auf solche Papiere anwendbar, die außer Paraffin keine nennenswerten Mengen sonstiger, von Tetrachlorkohlenstoff extrahier- oder angreifbarer und in Petroleumbenzin löslicher Stoffe enthalten, da nach dem angegebenen Verfahren alle in den genannten Lösungsmitteln löslichen Stoffe als Paraffin erfaßt werden.

### 2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Proben werden klimatisiert, gewogen und im Soxhlet mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert. Nach beendeter Extraktion wird der Extrakt eingedampft, mit äthanolischer Kalilauge behandelt und nochmals eingedampft. Der trockene Rückstand wird mit Petroleumbenzin aufgenommen, diese Lösung wird mit Natriumchloridlösung ausgeschüttelt und mit Wasser gewaschen. Danach wird die organische Lösung zur Trockne eingedampft und die Masse des Rückstandes bestimmt. Aus der Probeneinwaage und der Masse des Rückstandes wird dann der Paraffingehalt und mit Hilfe der mit Paraffin behandelten Oberfläche die flächenbezogene Masse des Paraffinauftrags je m<sup>2</sup> berechnet.

### 3 Geräte

Analysenwaage

Extraktionsgerät nach Soxhlet mit Extraktor mit Normschliffen nach DIN 12 602 \*) und 250-ml-Rundkolben mit Normschliff, passend zum Extraktor

Wasserbad oder Pilzhelzhaube

250-ml-Scheidetrichter

100-ml-Abdampfschale aus Porzellan

Schneidgerät zum Schneiden der Proben, z. B. Kreisschneider 100 cm<sup>2</sup> oder Schneideschablone 10 cm x 10 cm

### 4 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „reinst“ und als Wasser ist destilliertes oder durch Ionenaustauscher vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verwenden.

Tetrachlorkohlenstoff CCl<sub>4</sub>, frei von Eindampfrückständen

Petroleumbenzin, Siedebereich 40 bis 60 °C, frei von Eindampfrückständen

Natriumchlorid NaCl, fest und als gesättigte wäßrige Lösung

Äthanolische Kalilauge: 2,8 g Kaliumhydroxid KOH werden in 100 ml 95 vol.-%igem Äthanol C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH gelöst

### 5 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Proben mit einer Gesamtfläche von mindestens 1000 cm<sup>2</sup> 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 Probenbögen sind mit dem Schneidgerät mindestens 5 Einzelproben mit der Fläche von je 100 cm<sup>2</sup> und, soweit möglich, einer Gesamtmasse von mindestens 6 g zu schneiden.

### 6 Durchführung

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

Mindestens 3 g der nach Abschnitt 5 entnommenen Einzelproben werden auf 0,001 g gewogen (Einwaage  $m_E$ ), anschließend in Streifen von etwa 12 mm Breite geschnitten und möglichst vielfach kreuzweise gefaltet.

*Anmerkung:* Das Falten ist notwendig, um eine schnelle und vollständige Extraktion sicherzustellen. Keinesfalls sollte die Probe in kleine Stücke gerissen werden, da letztere dazu neigen, aneinander zu kleben und dadurch ein vollständiges Extrahieren erschweren.

Die gewogene und gefaltete Probe wird im Extraktionsgerät erschöpfend mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert, was je nach Art und Menge des Paraffinauftrags 4 bis

\*) Folgeausgabe z. Z. noch Entwurf

1) Die besonderen Schutzmaßnahmen gemäß Anhang II zur Verordnung über gefährliche Arbeitsstoffe sind beim Umgang mit Tetrachlorkohlenstoff zu beachten.

2) Statt der Einheit mg/kg wird für die maximale Arbeitsplatzkonzentration (MAK) vielfach „parts per million“ (Kurzzeichen: ppm) verwendet.

Fortsetzung Seite 2  
 Erläuterungen Seite 2

6 Stunden erfordert. Hierbei ist zu beachten, daß alle Papierstreifen vom Extraktionsmittel bedeckt sind, wenn der Extraktor mit dem Extraktionsmittel gefüllt ist. Das eingesetzte Volumen an Tetrachlorkohlenstoff soll etwa doppelt so groß sein wie das Fassungsvermögen des Extraktors.

Nach beendeter Extraktion wird der Extrakt zur Trockne eingedampft, der Rückstand mit etwa 25 ml äthanolischer Kalilauge behandelt und noch einmal zur Trockne eingedampft.

Nach dem Abkühlen wird der trockene Rückstand quantitativ mit etwa 25 ml Petroleumbenzin und etwa 150 ml Wasser in den Scheidetrichter überführt. Dazu wird 1 g Natriumchlorid gegeben, um eine Emulsionsbildung zu verhindern, und anschließend gründlich geschüttelt. Nach dem Absitzen wird die wäßrige Phase in einen 2. Scheidetrichter abgezogen, und mit weiteren 25 ml Petroleumbenzin unter Zugabe von einigen ml gesättigter wäßriger Natriumchloridlösung nochmals ausgeschüttelt. Diese Operation des Ausschüttelns mit frischem Petroleumbenzin ist 3mal zu wiederholen. Die vereinigten Petroleumbenzinextrakte werden unter Zugabe von gesättigter Natriumchloridlösung so oft mit jeweils etwa 100 ml Wasser gewaschen, bis beide Phasen klar und scharf getrennt sind. Danach wird die Petroleumbenzinphase abgezogen, in der auf 0,001 g gewogenen Abdampfschale (Masse  $m_1$ ) zur Trockne eingedampft, anschließend 1 Stunde lang bei  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$  getrocknet und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur auf 0,001 g gewogen (Masse  $m_2$ ).

## 7 Auswertung

Aus den gefundenen Werten wird der Paraffingehalt in Massengehalt in % nach Zahlenwertgleichung (1) und die

flächenbezogene Masse des Paraffinauftrags in  $\text{g/m}^2$  nach Zahlenwertgleichung (2) errechnet:

$$\text{Paraffingehalt} = \frac{(m_2 - m_1)}{m_E} \cdot 100 \quad (1)$$

$$\text{Flächenbezogene Masse des Paraffinauftrags} = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 10\,000}{F} \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

$F$  Oberfläche der Probe in  $\text{cm}^2$

$m_1$  Leermasse der Abdampfschale in g

$m_2$  Masse der Abdampfschale mit Extraktionsrückstand in g

$m_E$  Einwaage der 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  $\text{cm}^2$

Paraffingehalt als Massengehalt in % und die flächenbezogene Masse des Paraffingehalts der Probe in  $\text{g/m}^2$ , Einzelwerte und Mittelwert, gerundet auf die 1. Dezimalstelle

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 der von der American Society for Testing and Materials (ASTM) herausgegebenen ASTM-Designation D 590 — 65 „Standard method of test for petroleum wax in Paper“ bzw. dem TAPPI-Standard T 405 m — 60 „Paraffin in waxed paper“.

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.