

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

DIN
52 924
 Teil 3

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

Zusammenhang mit dem von der Arbeitsgruppe „Wachspapiere, Wachskaschierungen und gewachste Verpackungen“ beim Institut für Lebensmitteltechnologie und Verpackung an der Technischen Universität München, herausgegebenen Merkblatt 8 „Bestimmung des Wachsaufrags von Wachspapieren oder wachskaschierten Packstoffen durch Lösungsmittelextraktion, Teil 1: Prüfmethode für Schiedsanalysen“, siehe Erläuterungen.

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm legt die Bedingungen zur Extraktion und Bestimmung von Wachs in Papier und Pappe fest. Es dient vorzugsweise der Bestimmung der flächenbezogenen Masse des Wachsaufrags von Wachspapieren und von wachskaschierten Packstoffen und ist ohne Einschränkung nur auf solche Papiere anwendbar, die außer Wachs keine nennenswerten Mengen sonstiger vom Extraktionsmittel Trichloräthylen extrahier- oder angreifbarer Stoffe enthalten, da nach dem angegebenen Verfahren alle in Trichloräthylen löslichen Stoffe als Wachs erfaßt werden.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Proben werden klimatisiert, gewogen und im Soxhlet mit Trichloräthylen extrahiert. 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 Wachsgehalt und mit Hilfe der mit Wachs behandelten Oberfläche die flächenbezogene Masse des Wachsaufrags 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 Rundkolben RANS 500—29 DIN 12 348

Wasserbad oder Pilzheizhaube

Schneidergerät 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, 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: In Falle einer deutlichen Trübung kann das Extraktionsmittel durch Ausschütteln mit Natronlauge bis zur Säurefreiheit und durch anschließendes Destillieren über Marmorstücke gereinigt werden. Hierbei ist die zwischen 86,5 °C und 87,5 °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 Probefögen sind quer über die Bahn mit dem Schneidergerät mindestens 10 Einzelproben mit einer Fläche von je 100 cm² zu schneiden und fortlaufend zu numerieren.

6 Durchführung

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

Die fortlaufend nummerierten *n* Einzelproben (*n* mindestens 10) von je 100 cm² werden nach dem Klimatisieren einzeln auf 0,0001 g gewogen (Einwaagen *m_{En}*). Es können in dem Extraktionsgerät mehrere Proben gleichzeitig extrahiert werden, jedoch muß gesichert sein, daß das Extraktionsmittel ungehindert von allen Seiten auf die Proben einwirken kann.

Die Extraktionsdauer bei siedendem Trichloräthylen beträgt 30 Minuten. Für jede Extraktion ist frisches Trichloräthylen zu verwenden. Um ein Überhitzen 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

¹⁾ Entwurf Ausgabe November 1974

²⁾ Entwurf Ausgabe Juni 1974

Fortsetzung Seite 2
 Erläuterungen Seite 2

starke Belichtung, Heizen des Extraktionsgerätes mit offener Flamme oder elektrischer Heizplatte, das Eindringen von Säurespuren 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 ein Prüfklima nach DIN 50 014 angeglichen und danach auf 0,0001 g zurückgewogen (Auswaage m_{Rn}).

7 Auswertung

Aus den gefundenen Werten wird für jede einzelne Probe n der Wachsgehalt in Massengehalt in % nach Zahlenwertgleichung (1) und die Masse des Wachsauftrags in g/m^2 nach Zahlenwertgleichung (2) errechnet:

$$\text{Wachsgehalt der Einzelprobe} = \frac{(m_{En} - m_{Rn})}{m_{En}} \cdot 100 \quad (1)$$

$$\text{Flächenbezogene Masse des Wachsauftrags der Einzelprobe} = \frac{(m_{En} - m_{Rn}) \cdot 10\,000}{F} \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

F Oberfläche der Probe in cm^2

m_{En} Einwaagen der klimatisierten n Einzelproben in g, für $n = 1$ bis mindestens 10

m_{Rn} Masse der extrahierten und klimatisierten n Einzelproben in g für $n = 1$ bis mindestens 10.

Die nach Gleichung (1) bzw. (2) gefundenen Werte der Einzelproben werden addiert und aus der Summe der arithmetische Mittelwert gebildet.

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

Format bei Bogenware bzw. Rollenbreite

Oberfläche der Probe in cm^2

Wachsgehalt als Massengehalt in % und flächenbezogene Masse des Wachsauftrags der Probe, kleinste und größte Einzelwerte und arithmetische Mittelwerte, 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 dem Merkblatt 8: „Bestimmung des Wachsauftrags von Wachspapieren oder wachskaschierten Packstoffen durch Lösungsmittelextraktion, I, Teil 1: Prüfmethode für Schiedsanalysen“, das von der Arbeitsgruppe „Wachspapiere, Wachskaschierungen und gewachste Verpackungen“ beim Institut für Lebensmitteltechnologie und Verpackung an der Technischen Universität München 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.