

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

## 1 Allgemeine Methoden zur Untersuchung von Papier, Karton und Pappe

### 1.9 Bestimmung von abspaltbaren stickstoffhaltigen Verbindungen

#### 1 Allgemeine Angaben

Bezeichnung in der Empfehlung XXXVI/2: vergleiche Vorbemerkung, Punkt 1

Stand: August 1988

Analytisches Messprinzip: Kjeldahlaufschluss und photometrische Bestimmung

Bearbeiter: W. Günder und G. Mücke\*, E. Petermann\*\*

\* BASF Aktiengesellschaft, 6700 Ludwigshafen

\*\* Verband Deutscher Papierfabriken e.V., Adenauerallee 55, 5300 Bonn 1

#### 2 Grundlagen des Verfahrens

Die zu untersuchende Probe wird in das innere Gefäß einer speziellen Apparatur gegeben, deren äußerer Mantel 1,4-Butandiol als Siedeflüssigkeit enthält.

Durch die aufgeheizte Apparatur wird ein befeuchteter und erwärmter Treibgasstrom (Luft oder Stickstoff) geleitet. Die flüchtigen stickstoffhaltigen Verbindungen werden in gekühlten Vorlagen mit verdünnter Schwefelsäure absorbiert und entsprechend Literatur 13.1 oder einem gleichwertigen Verfahren bestimmt.

#### 3 Chemikalien und Lösungen

Es sind ausschließlich Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und destilliertes Wasser oder Wasser gleicher Reinheit zu verwenden.

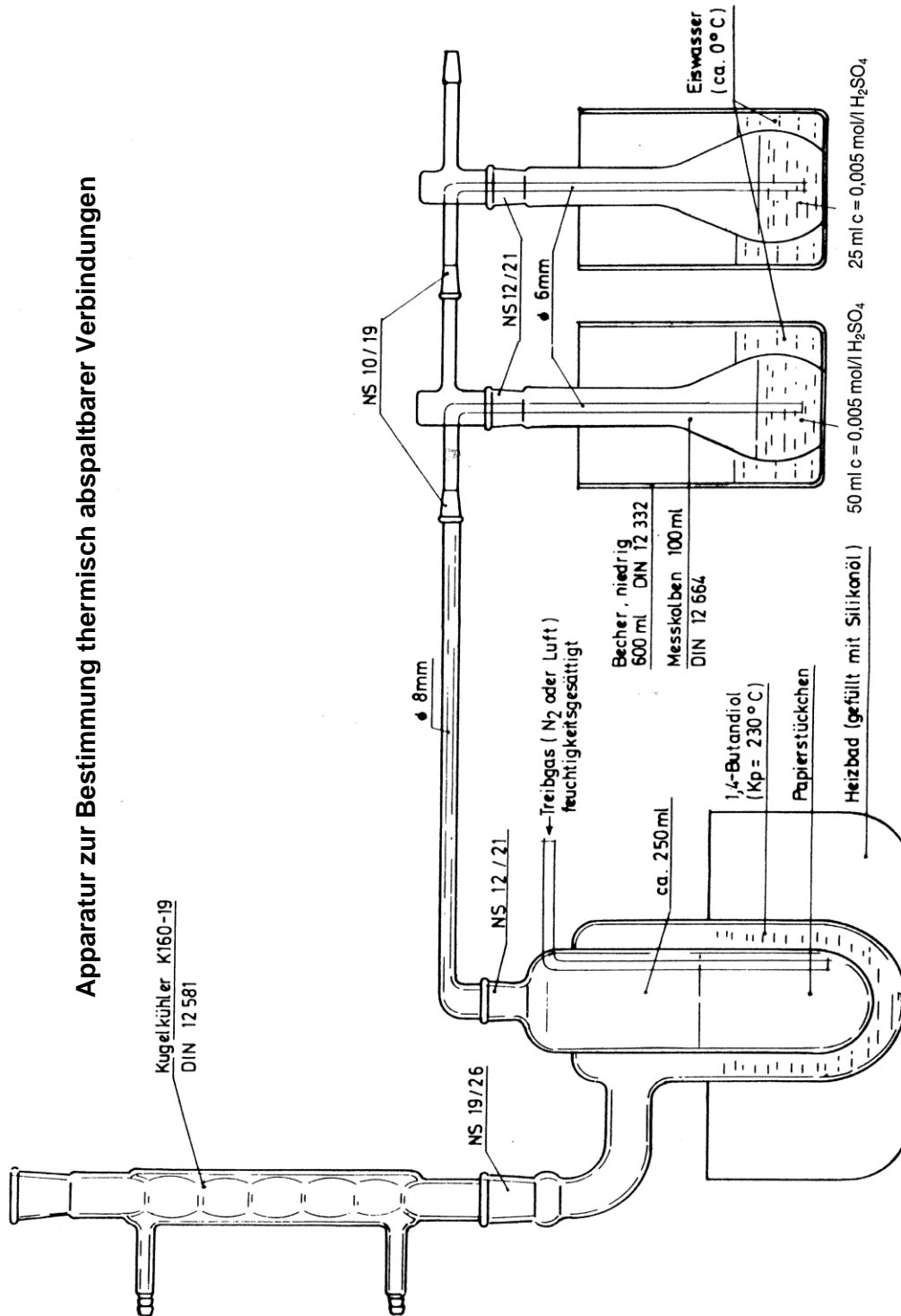
Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
Schwefelsäure	c = 0,005 mol/l	k. A.
Silikonöl	k. A.	für Heizbad
1,4-Butandiol (C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub> )	k. A.	k. A.
Lösungen zur photometrischen Bestimmung nach Literatur 13.1	k. A.	k. A.

**Tabelle 1** Chemikalien und Lösungen

#### 4 Geräte

- 4.1 Spezielle Apparatur, bestehend aus doppelwandigem Gefäß mit Rückflusskühler und Gasdurchleitung wie Abbildung (siehe Seite 2)
- 4.2 Heizbad, DIN 12877, gefüllt mit Silikonöl
- 4.3 Messkolben mit Kegelschliffhülse, 100 ml, DIN 12664 T1
- 4.4 Zwei Gasdurchleitungsaufsätze, passend zu 3.1
- 4.5 Waschflasche mit Blasenähler
- 4.6 Vollpipetten 25 ml, 50 ml, DIN 12691
- 4.7 Apparatur zur Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl (Literatur 13.1)

- 4.8 Spektrallinienfilter-Photometer mit Messmöglichkeit bei 690 nm, DIN 58960 T1, T2, T3
- 4.9 Analysenwaage, Messgenauigkeit 0,0001 g



## 5 Probenahme und Probenvorbereitung

### 5.1 Probenahme

Die Probenahme ist im Prüfbericht (10) genau zu beschreiben. 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. 1 x 1 cm Kantenlänge zerschnitten. Außerdem sind für die Bestimmung der flächenbezogenen Masse nach DIN ISO 536 und zur Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN ISO 287 gesondert mengengerechte Anteile zu entnehmen.

## 6 Bestimmung der flächenbezogenen Masse nach DIN ISO 536

## 7 Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes nach DIN ISO 287

## 8 Durchführung

Etwa 4,0 g auf 10 mg genau gewogenes Papier werden in das innere Gefäß der Apparatur (4.1) gegeben.

Das äußere Gefäß wird bis zur Höhe der im inneren Behältnis befindlichen Papierschnitzel mit 1,4-Butandiol gefüllt und mit einem Ölbad von 250°C innerhalb von ca. 4 min. auf 220°C aufgeheizt.

Gleichzeitig wird Treibgas (Luft oder Stickstoff) zuerst durch Wasser von etwa 80°C und dann durch das innere Gefäß der Apparatur geleitet. Der Treibgasstrom wird auf ca. 40 ml/min. eingestellt und eventuell im Papier enthaltene flüchtige Verbindungen werden in zwei hintereinander geschaltete, auf 0°C abgekühlte Vorlagen (100 ml-Messkolben 4.3) mit Schwefelsäure (siehe Tabelle 1) übergetrieben. Der erste Kolben enthält 50 ml, der zweite 25 ml der Schwefelsäure. Die Einleitungsrohre tauchen in die Schwefelsäure ein.

Nach 30 min. (1. Lauf) werden die Messkolben durch neue, mit Schwefelsäure befüllte ausgetauscht; der Versuch wird für weitere 30 min. unter gleichen Bedingungen fortgesetzt (2. Lauf), somit beträgt die gesamte Versuchsdauer 60 min.

Nach jedem Lauf werden die vorgelegten Schwefelsäurevolumina vereinigt und mit Wasser auf genau 100 ml aufgefüllt. Genau 50 ml davon werden eingeengt und nach Literatur 13.1 weiter behandelt. Es wird also für ersten wie zweiten Lauf je eine getrennte Stickstoffbestimmung durchgeführt.

Der Stickstoffgehalt im Papier kann auch vor und nach der thermischen Einwirkung entsprechend Literatur 13.1 bestimmt werden.

## 9 Auswertung

Es sind zwei Parallelbestimmungen durchzuführen. Die Auswertung erfolgt nach den Formeln:

$$N_{fl1 \text{ bzw. } 2} = N_K \cdot \frac{1}{50} \cdot \frac{m_A}{m_{Tr}} \left[ \frac{\mu\text{g}}{\text{dm}^2} \right] \qquad N_{fl1, \text{ Gesamt}} = N_{fl1} + N_{fl2} \left[ \frac{\mu\text{g}}{\text{dm}^2} \right]$$

Hierin bedeuten:  $N_{fl1, \text{ Gesamt}} = N_{fl1} + N_{fl2}$

- $N_{fl1}$  bzw.  $N_{fl2}$  = flüchtiger Stickstoff aus Papier in  $\mu\text{g}/\text{dm}^2$  aus 1. bzw. 2. Lauf  
 $N_K$  = Stickstoffwert der Bestimmung in  $\mu\text{g}$   
 $m_A$  = flächenbezogene Masse in  $\text{g}/\text{m}^2$   
 $m_{Tr}$  = Papiereinwaage in g, berechnet auf das Trockengewicht nach DIN ISO 287

## 10 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe  
Beschreibung der Probenahme  
Anzahl der Parallelbestimmungen  
Trockengehalt der Probe nach DIN ISO 287  
Flächenbezogene Masse der Probe in  $\text{g}/\text{m}^2$  nach DIN ISO 536  
Gehalt an flüchtigem Stickstoff in  $\mu\text{g}/\text{dm}^2$   
Gegebenenfalls Stickstoffgehalt im Papier vor und nach der thermischen Belastung  
Einzelwerte und Mittelwert  
Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift  
Prüfdatum

## 11 Wiederfindungsrate

(bei Vergleichsversuchen mit  $\text{NH}_3$ ): ca. 80%

## 12 Nachweisgrenze

20  $\mu\text{g}$  Stickstoff/ $\text{dm}^2$  Papier oder 25  $\mu\text{g}$  Stickstoff/g Papier

## 13 Literatur

- 13.1 Bestimmung des Stickstoffgehaltes, Photometrische Verfahren Teil 2  
Merkblatt ZM IV 54.2/81,1973 Verein der Zellstoff- und Papier-Chemiker und -  
ingenieure
- 13.2 DIN 38406 T5 (1983)  
Bestimmung des Ammonium-Stickstoffs