

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

2 Allgemeine Methoden zur Prüfung der Papierqualität

2.3 Kolophoniumprodukte

1. Allgemeine Angaben

Bezeichnung Empfehlung XXXVI: Kolophoniumprodukte

Ordnungsnummer: B I 1, Leimstoffe

Stand: August 1978

Analytisches Messprinzip: Gravimetrie

Bearbeiter: Dr. Hunger* und I. Vetter**

* Feldmühle AG, Werk Viersen, Postfach 240, 4060 Viersen.

** Herzberger Papierfabrik, Ludwig Osthusenrich GmbH & Co. KG, Andreasberger Straße 1, 3420 Herzberg/Harz.

2. Grundlagen des Verfahrens

Die zu untersuchende Probe wird mit angesäuertem Ethanol extrahiert, der Extrakt wird eingedampft und der Rückstand mit Diethylether aufgenommen. Die in Ether unlöslichen Bestandteile (anorganische Bestandteile, Stärke, Leim) werden abfiltriert, der Extrakt wird eingedampft und gewogen.

Bei Anwesenheit neutraler Bestandteile (Kohlenwasserstoffwaxe, -öle, Ester usw.) werden diese durch Verseifung des Harzes vom Gesamtextrakt getrennt. Füllstoffe, die mit Salzsäure reagieren, müssen vor der Extraktion mit verdünnter Salzsäure aus den Proben herausgelöst werden.

3. Chemikalien und Lösungen

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

Chemikalie	Konzentration	Sonstige Angaben
Salzsäure	c = 1 N	k. A.
Salzsäure Ethanol-Lösung	k. A.	Zu 1000 ml Äthanol werden 4 ml konz. Salzsäure ($\rho = 1,125 \text{ g/ml}$) gegeben und gut durchgemischt.
Diäthylether	k. A.	k. A.
Alkoholische Kaliumhydroxid-Lösung	c = ca. 0,5 N	34 g Kaliumhydroxid werden in 1000 ml 95 % (v/v) igem Äthanol gelöst, Nach 24stündigem Stehen wird die klare Lösung dekantiert
Natriumchlorid	k. A.	k. A.

Tabelle 1 Chemikalien und Lösungen

4. Geräte

- 4.1 Soxleth DIN 12602, Nenninhalt 250 ml mit Kegelschliffhülse nach DIN 12242 NS 71/51, Rundkolben DIN 12347, Nenninhalt 500 ml, Kugelkühler DIN 12580
- 4.2 Analysenwaage, Messgenauigkeit 0,0001 g
- 4.3 Bechergläser, 250 ml, DIN 12331
- 4.4 Wasserbad
- 4.5 Trockenschrank DIN 12880 Teil 1
- 4.6 Trichter DIN 12445
- 4.7 Rundfilter aus Glasfaser (nicht harzgebunden)
- 4.8 Scheidetrichter, 250 ml, DIN 12332
- 4.9 Messzylinder, 50 ml, DIN 12680
- 4.10 Messpipette, 5 ml, DIN 12695
- 4.11 Exsikkator (Trockenmittel: Blaugel)

5. Probenahme und Probenvorbereitung

5.1 Probenahme

Die Probenahme wird nach DIN 53101 durchgeführt. Damit keine Veränderung der Probe bis zur Durchführung der Prüfung eintritt, ist die Probe in Aluminiumfolie einzuschlagen.

5.2 Probenvorbereitung

Die Probe wird in Streifen von 5 x 40 mm zerschnitten und anschließend mehrfach geknickt. Außerdem sind für die Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104 Teil 1 und zur Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103 gesondert mengengerechte Anteile zu entnehmen.

6. Bestimmung der Flächenmasse nach DIN 53104 Teil 1

7. Bestimmung des Trockengehaltes nach DIN 53103

8. Durchführung

8.1 Extraktion des Gesamtharzes

8.1.1 Entfernung salzsäurelöslicher mineralischer Anteile

Von den nach Abschnitt 5.2 vorbereiteten Probestreifen werden 10 g auf $\pm 0,001$ g gewogen, Bei Anwesenheit salzsäurelöslicher Füllstoffe müssen diese vor der Extraktion herausgelöst werden. Dies geschieht durch Behandeln der Probe mit 1 N Salzsäure (siehe Tabelle 1). Nach 5 min wird die Säure abgegossen, die Probe mit Wasser säurefrei gewaschen und bei Raumtemperatur getrocknet.

8.1.2 Extraktion der Probe

Die gewogene und gegebenenfalls vorbehandelte Probe wird in den Soxleht gegeben und bei unbeschichteten oder nicht oberflächengeleimten Proben wird 2 h, bei beschichteten oder oberflächengeleimten Proben 2 ½ h mit salzsaurer Ethanol-Lösung (siehe Tabelle 1) extrahiert. Die Extraktionsgeschwindigkeit ist so zu wählen, dass 250-350 ml pro h destilliert werden.

Anmerkung: In das Soxlethgerät ist eine Filterplatte aus Porzellan einzulegen, um ein ordnungsgemäßes Absaugen zu gewährleisten.

Nach Beendigung der Extraktion wird die Extraktionslösung quantitativ in ein Becherglas gespült, wobei der Extraktionskolben mehrfach mit salzsaurer Ethanol-

nol-Lösung nachzuwaschen ist. Der Harzextrakt wird auf dem Wasserbad bis zur Trockene eingedampft, der Rückstand 15 min im Trockenschrank bei $105^{\circ}\text{C} \pm 3\text{K}$ getrocknet und auf Raumtemperatur abgekühlt. Der Trockenrückstand wird anschließend in 20 ml Diethylether (siehe Tabelle 1) aufgenommen, wobei das Harz in Lösung geht. Nach 15 min wird die Lösung zur Entfernung der in Diethylether unlöslichen Bestandteile durch Glasfaserfilter in ein getrocknetes und gewogenes Becherglas filtriert. Das Filterpapier wird dreimal mit je 20 ml Diethylether nachgewaschen und die Waschlösung dem Ätherextrakt zugegeben.

Der Extrakt wird auf dem Wasserbad bis zur Trockne eingedampft, das Becherglas ca. 30 min bis zur Massekonstanz im Trockenschrank bei $105^{\circ}\text{C} \pm 3\text{K}$ getrocknet, im Exsikkator abgekühlt und gewogen.

8.2 Entfernung nichtflüchtiger neutraler Bestandteile vom Gesamtextrakt

Bei Anwesenheit nichtflüchtiger Kohlenwasserstoffwachs oder anderer Neutralstoffe werden nach dem Wiegen des Becherglases mit dem Gesamtextrakt (8.1.2) 25 ml alkoholische Kaliumhydroxid-Lösung (siehe Tabelle 1) zugegeben und für 15 min auf 60°C erwärmt. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur wird die Lösung in einen Scheidetrichter überführt, das Becherglas erst mit 25 ml Diethylether und anschließend mit 3 x 50 ml Wasser gespült und die Waschlösung ebenfalls in den Scheidetrichter gegeben. Der Trichter wird gut geschüttelt. Dann werden der Lösung 2 g Natriumchlorid hinzugefügt und es wird erneut kräftig geschüttelt. Nach Trennung der Phasen wird die wässrige Lösung in einen zweiten Scheidetrichter abgelassen und mit 25 ml Diethylether gewaschen. Die wässrige Lösung wird verworfen, die zwei Ether-Lösungen werden in einem gewogenen Becherglas zusammengegeben. Die Scheidetrichter werden mit ca. 20 ml Diethylether nachgewaschen und diese der Ether-Lösung hinzugegeben. Nach dem Abdampfen des Ethers auf dem Wasserbad wird das Becherglas im Trockenschrank mindestens 15 min bei $105^{\circ}\text{C} \pm 3\text{K}$ bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, im Exsikkator abgekühlt und gewogen. Die so erhaltene Masse ist der Anteil an nichtflüchtigem Kohlenwasserstoffwachs und anderen Neutralstoffen und der neutrale Anteil des Harzes, der mit ca. 5 % (m/m) des Gesamtharzes angenommen wird.

9. Auswertung

Es sind Parallelbestimmungen von mindestens zwei Proben durchzuführen.

9.1 Der Gehalt an Gesamtharz G_{GH} nach Verfahren 6.1 beträgt

a) bezogen auf die Trockenmasse der Probe in g/kg:

$$G_{GH1} = \frac{m_1 \cdot 1000}{m_{Tr}}$$

b) bezogen auf die Flächenmasse der Probe in g/m²:

$$G_{GH2} = \frac{m_1 \cdot m_A}{m_E}$$

9.2 Der Gehalt an Harz G_H ohne nichtflüchtige Neutralstoffe nach Verfahren 8.2 beträgt

a) bezogen auf die Trockenmasse der Probe in g/kg:

$$G_{GH1} = \frac{m_2 \cdot 1000}{m_{Tr}}$$

b) bezogen auf die Flächenmasse der Probe in g/m²:

$$G_{GH2} = \frac{m_2 \cdot m_A}{m_E}$$

Hierin bedeuten:

m_A = Flächenmasse der Probe nach DIN 53104 Teil 1 in g/m²

m_E = Einwaage der Probe in g

m_{Tr} = Einwaage der Probe in g berechnet nach DIN 53103

m_1 = Masse Becherglas mit Gesamtharz in g - Masse Becherglas in g
= Gesamtharz in g (6.1)

m_2 = Masse Gesamtharz in g - Masse Neutralstoffe in g = Harz in g (8.2)

10. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Art und Bezeichnung der Probe

Anzahl der Parallelbestimmungen

Trockengehalt der Probe nach DIN 53103

Flächenmasse m_A der Probe in g/m² nach DIN 53104 Teil 1

Gesamtharz in g/kg bzw. g/m², Einzelwerte und Mittelwert nach Verfahren 8.1 oder 8.2

Gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift

Prüfdatum

11. Wiederfindungsrate

90 % (Testsubstanz vollverseifter Harzleim KM/besser)

12. Literatur

Tappi-Standard T 408 os - 74, Rosin in Paper and Paperboard, Technical Assoc. of Pulp and Paper Industry, 1 Dunwoody Park, Atlanta, Georgia 30341, U.S.A.

ASTM Designation: D 549-74, Standard Methods of Test for Rosin in Paper and Paperboard, American Society for Testing and Materials, 1916 Race St, Philadelphia, Pa. 19103, U.S.A.

Handbuch der Werkstoffprüfung, Korn, R. und Burgstaller, F.,

Papier- und Zellstoffprüfung, Springer-Verlag Berlin, S. 466 (1953)

Browning, B. L., Analysis of Paper, Marcel Dekker, Inc., New York, S. 76-79 (1969)

13. Hinweise

13.1 Erkennung salzsäurelöslicher mineralischer Anteile, siehe Untersuchung von Papieren, Kartons und Pappen, 3.3.2 Füllstoffe, S. 40 ff.

13.2 Erkennung nichtflüchtiger neutraler Bestandteile, siehe Untersuchung von Papieren, Kartons und Pappen, 3.4.1 Leimstoffe, Wachs- und Paraffindispersionen, S. 44.