

## Merkblätter für die Prüfung von Packmitteln

Herausgegeben von den Arbeitsgruppen des Instituts für Lebensmitteltechnologie und Verpackung an der Technischen Universität München – Institut der Fraunhofer-Gesellschaft

### Merkblatt 8

#### Bestimmung des Wachsauftrags von Wachspapieren oder wachskaschierten Packstoffen durch Lösungsmittlextraktion

##### Teil 2: Schnellmethode zur Bestimmung des Wachsauftragsgewichtes

Herausgegeben von der Arbeitsgruppe „Hotmelts und Wachse“<sup>1</sup> – Februar 1972

#### 1. Zweck und Anwendungsbereich

Das beschriebene Prüfverfahren dient zur Bestimmung des Wachsauftragsgewichtes bei wachsbeschichteten oder wachskaschierten Packstoffen. Die Methode ist für die Produktionskontrolle bei Serienbestimmungen gedacht; sie ist als Ergänzung der in Teil 1 dieses Merkblattes<sup>2</sup> angegebenen Vorschrift für Schiedsanalysen zu verstehen. Beide Prüfverfahren können auch bei hotmeltbeschichteten oder -kaschierten Packstoffen angewendet werden.

#### 2. Begriff

Der Wachsauftrag im Sinne dieser Vorschrift ist der (gesamte) Gewichtsanteil des Wachses in g/m<sup>2</sup> eines mit Wachs beschichteten oder kaschierten Packstoffes.

#### 3. Probenahme und Vorbehandeln der Probe

3.1. Die Probenahme erfolgt nach Vereinbarung. Liegt keine Vereinbarung vor, erfolgt sie nach DIN 55 446.

<sup>1</sup> Frühere Bezeichnung „Wachspapiere, Wachskaschierungen und gewachste Verpackungen“.

<sup>2</sup> Verpackungs-Rdsch. 22 (1971) Nr. 5, techn.-wiss. Beilage, S. 47-48.

3.2. Aus dem Probebogen sind 5 Proben der Größe 100 cm<sup>2</sup> zu entnehmen.

3.3. Eine Klimatisierung von Papier- und Kartonproben entfällt. Bei Vollpappe- und Wellpappeproben mit höheren Wachsauftragsgewichtigen sollte dagegen auf eine Klimatisierung nach DIN 53 102 nicht verzichtet werden, da sonst die Meßergebnisse eine Schwankungsbreite von mehr als  $\pm 10\%$  aufweisen können.

#### 4. Prüfeinrichtungen

4.1. Quadrantenwaage nach DIN 53 104.  
Für sehr niedrige Flächengewichte der Proben und sehr niedrige Wachsauftrag/Flächengewicht-Verhältnisse wird die Verwendung einer Analysenwaage empfohlen.

4.2. Bechergläser von mindestens 150 ml Inhalt oder entsprechend große Kristallisierschalen.

4.3. Heizplatte oder elektrisch beheiztes Sandbad.

4.4. Schneidgerät, z. B. Schneidschablone 10 x 10 cm oder Kreisschneider 100 cm<sup>2</sup>.

4.5. Abzug.

4.6. Pinzette.

4.7. Trichloräthylen, reinst (zur Prüfung auf Salzsäurefreiheit siehe Anhang).

## 5. Durchführen der Prüfung

Die aus dem Probefbogen mit der Schneidschablone oder dem Kreisschneider quer über die Bahn ausgeschnittenen 5 Proben à 100 cm<sup>2</sup> werden bezeichnet (1...5) – bei kaschierten Proben sind beide Seiten zu bezeichnen – und einzeln genau gewogen (Angabe der Einzelgewichte  $G_{vE\ 1...5}$  in g oder g/m<sup>2</sup>).

Die Proben werden nacheinander einzeln mittels der Pinzette in ein Becherglas mit siedendem Trichloräthylen gelegt. Hierbei muß gesichert sein, daß das Lösungsmittel ungehindert von allen Seiten auf die Proben einwirken kann. Die Extraktionsdauer bei siedendem Trichloräthylen beträgt 2 Minuten. Danach überführt man die Proben einzeln unter gutem Abtropfen in ein zweites Becherglas mit frischem, siedendem Trichloräthylen und extrahiert abermals 2 Minuten. Anschließend werden die Proben einzeln aus dem Lösungsmittel herausgenommen und unter dem Abzug ca. 5 Minuten an der Luft getrocknet. Bei Karton kann die Trocknungsdauer 10 bis 20 Minuten betragen. Unmittelbar danach werden die Proben einzeln zurückgewogen (Angabe der Einzelgewichte  $G_{nE\ 1...5}$  in g oder g/m<sup>2</sup>).

## 6. Auswerten der Prüfung

Der Wachsaufrag für jede einzelne Probe wird wie folgt errechnet:

$$\begin{aligned} \text{z. B. } G_{vE\ 1} - G_{nE\ 1} &= \text{g Wachs/m}^2 \\ G_{vE\ 1...5} &= \text{Gewicht (g/m}^2\text{) der Proben 1...5} \\ &\quad \text{vor der Extraktion} \\ G_{nE\ 1...5} &= \text{Gewicht (g/m}^2\text{) der Proben 1...5} \\ &\quad \text{nach der Extraktion} \end{aligned}$$

Erfolgt die Wägung der 100 cm<sup>2</sup>-Zuschnitte mit der Analysenwaage in g, so ist der Meßwert mit 100 zu multiplizieren. Das so ermittelte Auftragsgewicht wird auf die nächsten 0,5 g/m<sup>2</sup> auf- oder abgerundet. Die Ergebnisse der 5 Einzelbestimmungen werden addiert und aus der Summe das arithmetische Mittel gebildet. Daneben sind der kleinste und der größte gemessene Wert anzugeben.

## 7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Vorschrift anzugeben:

Bezeichnung des zu prüfenden Materials nach Art,

Sorte, Aufdruck, Liefernummer,

Ort und Zeit der Probenahme,

Art der vereinbarten Probenahme,

Format bei Bogenware bzw. Rollenbreite,

Wachsaufrag in g/m<sup>2</sup> (arithmetisches Mittel aus 5 Einzelmessungen sowie größter und kleinster gemessener Einzelwert),

gegebenenfalls Abweichungen von dieser Vorschrift.

## 8. Anmerkungen

Beim Arbeiten mit Trichloräthylen ist folgendes zu beachten:

8.1. Keine anhaltende starke Belichtung, daher in braunen Flaschen aufbewahren.

8.2. Becher-Gläser nicht mit Bunsenbrenner beheizen.

8.3. Eindringen von Säurespuren fremder Herkunft in das Lösungsmittel verhindern.

8.4. Einwirkung von feinverteiltem Aluminium vermeiden; z. B. kann Al-Pulver durch falsch eingestellten Kreisschneider oder durch Verwendung von zu weichen Schneidschablonen auf die Proben gelangen.

8.5. Gebrauchtes Trichloräthylen kann nach einer Destillation nur dann wieder verwendet werden, wenn keine „freie Säure“ nachweisbar ist.

8.6. Trichloräthylen ist giftig, wirkt narkotisch und greift die Haut an. Es muß daher unter einem gut saugenden Abzug gearbeitet werden. Hautschutzsalbe verwenden!

Bei Nichtbeachtung der Punkte 8.1. – 8.5. kommt es zur Säureabspaltung, die das Lösungsmittel unbrauchbar macht und zur Verfälschung der Flächengewichte infolge Hydrolyse der Cellulose führt. Es ist deshalb empfehlenswert, ein gegen Säureabspaltung stabilisiertes Trichloräthylen, z. B. Merck-Katalog Nr. 958, zu verwenden.

## 9. Anhang: Prüfung von Trichloräthylen auf Salzsäure

9.1. Qualitative Prüfung auf Salzsäure.

9.1.1. 20 ml des zu prüfenden Lösungsmittels werden mit der gleichen Menge dest. Wassers im Schütteltrichter gut ausgeschüttelt. Etwaige Säure geht in die wäßrige Phase über, in der man die Säure mit Hilfe von Indikatoren (z. B. Lackmuspapier, pH-Papier) nachweisen kann.

9.1.2. 20 ml des zu prüfenden Lösungsmittels werden mit der gleichen Menge dest. Wassers geschüttelt. Etwaige Säure geht in die wäßrige Phase über. Die wäßrige Phase wird leicht mit Salpetersäure angesäuert und mit 1 bis 2 Tropfen n/10 Silbernitratlösung versetzt. Trübung weist auf Cl-Ionen hin.

9.2. Quantitative Prüfung auf Salzsäure.

9.2.1. Acidimetrische Bestimmung:

100 ml Trichloräthylen werden mit 3 x 50 ml dest. Wasser im Scheidetrichter ausgeschüttelt. Die vereinigten wäßrigen Auszüge werden mit Phenolphthalein versetzt und mit n/100 NaOH titriert.

Auswertung: 1 ml n/100 NaOH = 0,365 mg HCl.

9.2.2. Argentometrische Bestimmung:

100 ml Trichloräthylen werden mit 3 x 50 ml dest. Wasser im Scheidetrichter ausgeschüttelt. Die vereinigten wäßrigen Auszüge werden mit 2n HNO<sub>3</sub> angesäuert, einer abgemessenen Menge n/100 AgNO<sub>3</sub> (Überschuß) versetzt und mit n/100 NH<sub>4</sub>SCN-Lösung gegen Fe (III)-Ionen zurücktitriert.

Auswertung: 1 ml n/100 AgNO<sub>3</sub> = 0,365 mg HCl.