

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

**DIN**  
**52 924**  
 Teil 1

Testing of paper and board; determination of extractable constituents; determination of bitumen  
 Essais des papiers et cartons; détermination des constituants extractibles; détermination des bitumes

Zusammenhang mit dem von der Forschungsgemeinschaft Kraftpapiere und Papiersäcke e. V. herausgegebenen Merkblatt 6/II/69 „Bitumen-Extraktion aus Bitumenpapier/Bestimmung des Bitumenauftragsgewichts durch Lösungsmittlextraktion“, siehe Erläuterungen.

### 1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm legt die Bedingungen zur Extraktion und Bestimmung von Bitumen in Papier und Pappe fest. Es dient vorzugsweise der Bestimmung der flächenbezogenen Masse des Bitumenauftrags von Bitumenpapier und ist ohne Einschränkungen nur auf solche Papiere anwendbar, die außer Bitumen keine nennenswerten Mengen sonstiger vom Extraktionsmittel Trichloräthylen bzw. Dichlormethan extrahier- oder angreifbarer Stoffe enthalten, da nach dem angegebenen Verfahren alle in den genannten Extraktionsmitteln löslichen Stoffe als Bitumen erfaßt werden.

### 2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Proben werden klimatisiert, gewogen und im Soxhlet mit Trichloräthylen oder Dichlormethan extrahiert, bis der Rücklauf farblos ist. 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 Bitumengehalt und mit Hilfe der mit Bitumen behandelten Oberfläche die flächenbezogene Masse des Bitumenauftrags je m<sup>2</sup> berechnet.

### 3 Geräte und Prüfhilfsmittel

#### Analysenwaage

Extraktionsgerät nach Soxhlet aus Geräteglas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111 <sup>1)</sup> mit Extraktor 250 DIN 12 602 <sup>2)</sup> und Kolben RANS 500-29 DIN 12 348

#### Wasserbad oder Pilzheizhaube

Schneidgerät zum Schneiden der Proben, z. B. Kreisschneider 100 cm<sup>2</sup> 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 oder Dichlormethan (Methylenchlorid), 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: Im Falle einer deutlichen Trübung können die Extraktionsmittel Trichloräthylen oder Dichlormethan durch Ausschütteln mit Natronlauge bis zur Säurefreiheit und durch anschließendes Destillieren über Marmorstücke gereinigt werden. Hierbei ist im Falle von Trichloräthylen die zwischen 86,5 °C und 87,5 °C übergehende Fraktion und im Falle von Dichlormethan die zwischen 41,0 °C und 42,5 °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 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 Probebögen sind mit dem Schneidgerät mindestens 5 Einzelproben mit der Fläche von je 100 cm<sup>2</sup> zu schneiden.

### 6 Durchführung

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

5 der nach Abschnitt 5 entnommenen und vorbereiteten Einzelproben werden auf 0,0001 g gewogen (Einwaage  $m_E$ ) und im Soxhlet mit Trichloräthylen oder Dichlormethan solange extrahiert, bis der Rücklauf für das bloße Auge absolut farblos ist. Die Extraktionsdauer beträgt erfahrungsgemäß je nach Bitumenauftrag 4 bis 5 Stunden. Um eine Überhitzung 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 starke Belichtung, Heizen des Extraktionsgerätes mit offener Flamme oder elektrischer Heizplatte, das Eindringen von Säurespuren

<sup>1)</sup> Entwurf Ausgabe November 1974

<sup>2)</sup> Entwurf Ausgabe Juni 1974

Fortsetzung Seite 2  
 Erläuterungen Seite 2