

Gerät zur einseitigen Extraktion von mehrschichtigen Kunststoff-Folien und Kunststoffbeschichtungen

Autor(en): **Brügger, U. / Baumgartner, E.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **65 (1974)**

Heft 4

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983697>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Gerät zur einseitigen Extraktion von mehrschichtigen Kunststoff-Folien und Kunststoffbeschichtungen

U. Brügger und E. Baumgartner

Kantonales Laboratorium für Lebensmittel- und Trinkwasserkontrolle, Bern

Problemstellung

Die Organe der Lebensmittelkontrolle sind von Amtes wegen gehalten, die Kunststoff-Folien, die als Verpackungsmaterial mit Lebensmitteln in Berührung kommen, auf ihre Anteile an herauslösbaren Verarbeitungshilfsstoffen zu prüfen. Diese löslichen Anteile müssen von Gesetzes wegen beschränkt werden, damit der Konsument die Gewähr besitzt, daß nur kleinste, technisch nicht vermeidbare Mengen in das Lebensmittel migrieren. Die Höchstgrenze muß dort angesetzt werden, wo man eben noch nicht von einer Verunreinigung des Lebensmittels sprechen kann. Die Messung dieser gesamten löslichen Bestandteile (Globalmigration) ist dem Grundsatz nach gelöst. Sie ist zudem unproblematisch, wo die Folie aus einem einzigen Kunststoff besteht. In diesem Fall genügt ein Eintauchen der Folien in das betreffende Lösungsmittel bzw. Lebensmittelsimulans.

Die Entwicklung der Technik in der Folienverarbeitung hat nun dazu geführt, daß Folien in vielen Fällen aus mehreren Schichten von verschiedenen Kunststoffen bestehen, die ihrerseits wieder verschiedene Löslichkeiten ergeben. Diese sog. Verbundfolien haben zum Zweck, die günstigen Materialeigenschaften der einzelnen Komponenten zu kombinieren.

Für die lebensmittelrechtliche Beurteilung ist naturgemäß nur die Löslichkeit derjenigen Schicht relevant, die mit dem Lebensmittel in Berührung kommt. Die im allgemeinen übliche beidseitige Extraktion würde also bei Verbundfolien die Migrationsergebnisse verfälschen, d. h. die Resultate können die Folien zu günstig oder zu ungünstig erscheinen lassen. Das gleiche Problem gilt natürlich auch bei allen beschichteten Materialien wie lackierte Papiere, Metallfolien u. a. Dabei ist es für die praxisgerechte Materialprüfung unwichtig, ob bei dieser Versuchsanordnung wirklich nur die oberste Schicht erfaßt wird oder ob sich die Extraktionswirkung auch auf eine darunter liegende, anders zusammengesetzte Folie ausdehnt. Es geht ja darum, die Verhältnisse des praktischen Gebrauchs möglichst vollständig zu imitieren, also das einseitige Löslichkeitsverhalten zu erfassen.

Andererseits wird in späteren Versuchen abzuklären sein, bei welchen kritischen Foliendicken homogene Folien gleiche Löslichkeiten zeigen (ausgedrückt in mg/dm²), unabhängig davon, ob man sie einseitig oder — durch vollständiges Eintauchen — zweiseitig prüft.

Solche Untersuchungsergebnisse werden uns erlauben, Angaben zu machen über die Diffusionsgeschwindigkeiten von Lösungsmitteln in einem hochpolymeren Werkstoff.

Das Problem besteht somit darin, über ein Gerät zu verfügen, das einen einseitigen Kontakt mit dem Lebensmittelsimulans erlaubt, d. h. welches es ermöglicht, nur die Löslichkeit derjenigen Seite zu prüfen, die mit Lebensmitteln in Berührung kommt.

Geräte

Es fehlte keineswegs an Versuchen, die Löslichkeiten nur einer Seite von homogenen oder Verbundfolien zu bestimmen. Das erste brauchbare Gerät zur einseitigen Extraktion war die Maturi-Zelle (1). Sie besteht aus einem 1½ cm dicken U-förmigen Teflonrahmen, der zwischen zwei miteinander verschraubbaren Stahlplatten geklemmt und mit einem Teflondeckel geschlossen wird. Die zu prüfende Folie wird beidseitig des Teflonrahmens mit der zu extrahierenden Stelle nach innen aufgelegt. Die Maturi-Zelle wurde aufgrund ihrer hohen Prüfflüssigkeitsverluste von Pfab (2) konstruktiv verbessert. Die wichtigste Änderung ist die Ersetzung des U-förmigen Teflonrahmens durch einen rechteckigen. Zum Einfüllen des Extraktionsmittels besitzt letzterer eine kleine Bohrung, die mit einem Teflonstopfen verschlossen werden kann.

Pfab konnte denn auch am Beispiel einer lackierten Aluminiumfolie zeigen, daß der Pentanverlust bei einem vorgelegten Flüssigkeitsvolumen von 260—300 ml und einer 24stündigen Extraktion bei Zimmertemperatur im Durchschnitt nicht mehr als 20 ml betrug. Die Verbesserungen durch Pfab bedingten natürlich eine gewisse Komplikation in der Konstruktion und eine etwas erswertere Handhabung. Ein weiteres Extraktionsgefäß wurde von Flückiger und Henschler (3) beschrieben. Es besteht aus einer Aluminiumgrundplatte, welche eine kreisförmige Rille aufweist, die ihrerseits einen Silikonkautschukring als Dichtungsmaterial aufnehmen kann. Dieser Ring ist zu etwa $\frac{3}{4}$ seines Durchmessers in der Rille versenkt. Auf Ring und Platte wird die zu prüfende Folie mit der Kontaktseite nach oben gelegt und alsdann eine Glasglocke (Exsikkatordeckel) derart auf die Platte gelegt, daß der Glockeninnenraum beim Andrücken auf den Kautschukring gegen außen abgedichtet wird. Ein Metallrahmen mit Schrauben erlaubt es, die Glocke bis zur ausreichenden Dichtung auf den Kautschukring zu drücken. Alsdann kann das Lebensmittel oder dessen Simulans in die Glocke eingefüllt werden. Das Arbeiten mit diesem Gerät hat indessen gezeigt, daß das Glas trotz seiner Dicke den Anforderungen der Routinekontrolle mechanisch nicht in ausreichendem Maße gewachsen ist. Der Spannungsbereich zwischen ausreichender Dichtung und mechanischer Widerstandskraft des Glases ist etwas klein.

Der Vollständigkeit halber muß noch ein Gerät erwähnt werden, welches von K. Figge und H. Piater (4) konstruiert wurde. Es kann am ehesten als eine Kombination zwischen der Zelle von Pfab und der Glocke von Flückiger betrachtet werden. Die erwähnten Autoren entwickelten das Gerät speziell für ihre spezifischen Migrationsversuche mit C-markierten Additiven und machen deshalb auch

keine Angaben über dessen Bewährung in der Praxis. Außerdem würde die etwas kleine Prüffläche von ungefähr 1 dm^2 für die Messung der Globalmigration nicht ganz befriedigen.

Es lag uns daran, im Rahmen der Methoden des Schweizerischen Lebensmittelbuches ein robustes und narrensicheres Gerät zum Gebrauch vorschlagen zu können.

Wir konnten daher aus unseren Erfahrungen namentlich mit dem Gerät von Flückiger und Heuscher, die wichtigsten Anforderungen, die an ein derartiges Extraktionsgefäß zu stellen waren, wie folgt formulieren:

1. Die Konstruktion muß dem Grundsatz nach eine einwandfreie Abdichtung gewährleisten, ohne daß dabei allzu große mechanische Kräfte notwendig sind.
2. Das Dichtungsmaterial muß gegenüber den gebräuchlichen Extraktionsmitteln und Lebensmitteln inert sein.
3. Der Aufbau sollte sich im Hinblick auf die gewünschte einfache Handhabung ebenfalls durch Einfachheit auszeichnen.
4. Die häufige Verwendung im Routinebetrieb verlangt zudem eine ausreichende Robustheit.

Wir versuchten die 4 Forderungen mit folgender Konstruktion möglichst vollständig zu realisieren (siehe Abb. 1):

Auf einer plangeschliffenen Grundplatte aus Aluminium liegt ein kreiszylinderförmiger Deckel aus demselben Material auf, der mit einer besonderen Klemmvorrichtung (Spannhebel) auf die Platte gepreßt werden kann. Im Gegensatz zum Gerät von Flückiger und Heuscher ist an der Innenseite des Deckels eine Rille für den Dichtungsring ausgespart, wodurch sich nicht nur die Herstel-

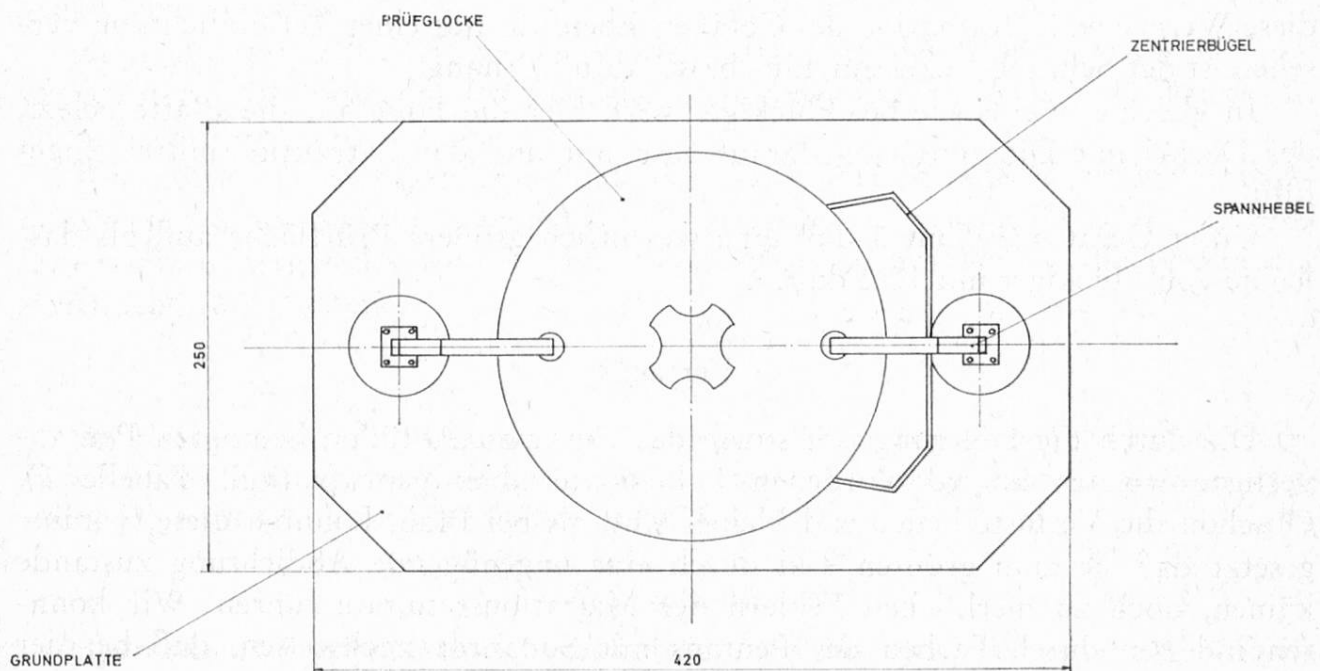


Abb. 1. Grundplatte mit der kreiszylinderförmigen Prüflocke (Aufsicht).

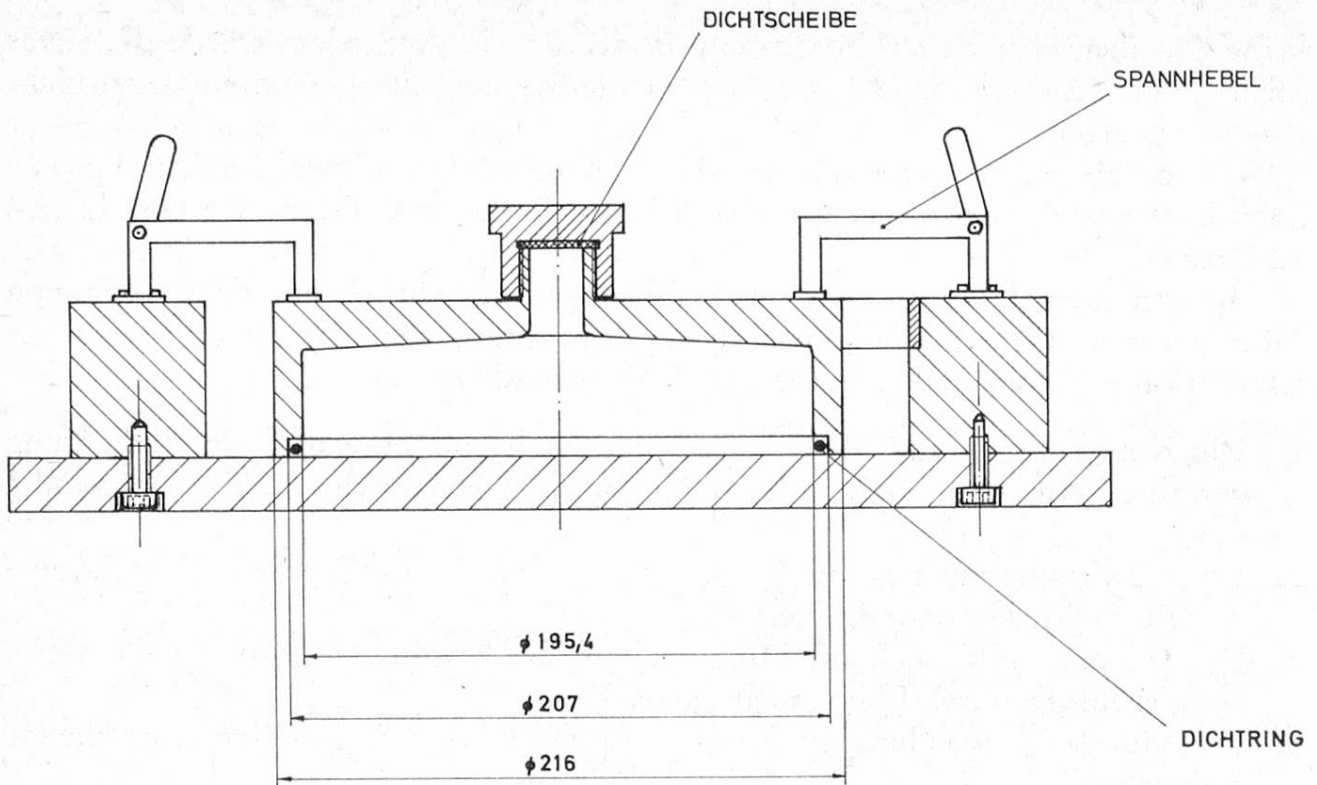


Abb. 2. Querschnitt durch das Extraktionsgerät.

lung, sondern auch die Reinigung vereinfacht. Der an einem Spannhebel montierte Bügel garantiert ein schnelles und einfaches Zentrieren des Gefäßes in bezug auf die Grundplatte (siehe Abb. 2). Die eigentliche Dichtung des Gerätes besteht aus einem O-förmigen Gummiring, der mit einem Teflonmantel umgeben ist. Durch das Teflon wird einerseits die geforderte Unlöslichkeit gegenüber allen gebräuchlichen Lösungsmitteln erreicht und dank der Elastizität des Gummis ist eine gute Abdichtung auch ohne große Kräfte möglich. Der nicht zu starke Druck verhindert auf diese Weise eine Deformation des Gefäßes. Ebenfalls mit einer Teflondichtung versehen ist der Schraubdeckel zur Ein- bzw. Abfüllöffnung.

In gleicher Weise wie bei Flückiger wird hier die Folie auf die Platte gelegt, der Deckel mit Dichtungsring darauf gespannt und das Extraktionsmittel eingefüllt.

Unser Gerät weist mit 3 dm^2 eine wesentlich größere Prüffläche auf, als dasjenige von Flückiger mit $1,72 \text{ dm}^2$.

Versuche

Die durch die Lagerungszeit sowie das Ein- und Abfüllen bedingten Pentanverluste wurden an verschiedenen Folienmaterialien geprüft (vgl. Tabelle 1). Obschon die Verluste bedeutend kleiner sind als bei Pfab, könnten diese, vorausgesetzt daß sie zum größten Teil durch eine ungenügende Abdichtung zustande kämen, doch zu merklichen Fehlern der Migrationsresultate führen. Wir konnten indessen durch Färben des Pentans mit Sudanrot nachweisen, daß bei der Dichtungsstelle mit Sicherheit kein Lösungsmittel austreten kann.

Tabelle 1. *Pentanverluste bei der einseitigen Extraktion von verschiedenen Prüfmaterialien*

Verwendetes Folienmaterial	Dicke der Folien in μ	Pentanlagerungszeit in Stunden	Kontaktfläche mit dem Prüfmedium	Menge n-Pentan		
				Eingefüllt in ml	Abgefüllt in ml	Verlust in ml
<i>a) Homogene Folien</i>						
Hochdruckpolyäthylen a)	120	24	PE	200	189	11
(LD-PE) b)	120	72	PE	250	238	12
Weichgemachtes Polyvinylchlorid (Weich-PVC)	30	48	PVC	250	238	12
<i>b) Verbundfolien</i>						
Al/PE	60	60	PE	200	190	10
Papier/weichgemachtes Polyvinylidenchlorid (PVDC)	60	48	PVDC	200	186	14
PE/Polyester	80	48	Polyester	250	240	10

Die Reproduzierbarkeit der Extraktionswerte wurde an einer 30 μ dicken Weich-PVC-Folie ermittelt (siehe Tabelle 2). Die relative Standardabweichung ($s = 4,1\%$) kann angesichts des in der Schweiz gültigen Höchstwertes für die Globalmigration von 10 mg Extraktmenge pro dm^2 Kunststoff-Fläche in Kauf genommen werden.

Zusammenfassend darf gesagt werden, daß mit der Konstruktion der beschriebenen Prüflocke das Problem der einseitigen Extraktion für die Praxis als gelöst betrachtet werden kann.

Wir müssen noch hinzufügen, daß das Gerät naturgemäß nicht für Extraktionsversuche mit Säuren geeignet ist. Dazu müßte es verchromt oder aus rostfreiem Stahl hergestellt werden. Es ist natürlich auch möglich, die Größe der Prüffläche zu variieren.

Dank

Die konstruktiven Probleme wurden zusammen mit Herrn *Fritz Schlup* und Herrn *Heinz Pieren*, Frutigen, bearbeitet. Den beiden Herren sei an dieser Stelle für ihre wertvollen Hinweise und Ratschläge bestens gedankt.

Bezugsquelle

Hydrotechnik-Frutigen-AG, Schwandistraße, 3714 Frutigen, Telefon (033) 71 35 35. Preis: ca. Fr. 800.—.

Tabelle 2. Reproduzierbarkeit der Extraktionswerte

Untersuchter Kunststoff: Weich-PVC-Folie (30 μ)
 Geprüfte Fläche: je 3 dm²
 Extraktionsbedingungen: 24 Stunden bei 20 ° C (Totalextraktion)

Extraktion Nr.	Extrakt mg/dm ²
1	78,6
2	84,4
3	84,7
4	79,2
5	84,5
6	86,9
7	79,2
8	78,9
Arithmetischer Mittelwert	82,1
Standardabweichung s	= 3,4 mg/dm ²
Relative Abweichung	= 4,1 ‰

Zusammenfassung

Es wird ein Gerät beschrieben, das die einseitige Extraktion von mehrschichtigen Kunststoff-Folien und kunststoff-beschichteten Materialien ermöglicht. Das Extraktionsgerät erfüllt wichtige Forderungen, wie einwandfreie Abdichtung, einfache Konstruktion und Handhabung und nicht zuletzt eine für die Routineuntersuchungen notwendige Robustheit.

Résumé

Il est décrit un appareil permettant de soumettre à l'extraction une seule des faces de feuilles constituées de plusieurs couches de matière plastique et de matériel recouvert de matière plastique. L'appareil répond aux exigences essentielles telles que très bonne étanchéité, construction et maniement simples, solidité indispensable pour les examens en série.

Literatur

1. American Society for Testing Materials (ASTM) Methoden Nr. 34—63 T.
2. Pfab, W.: Extraktionszelle zur Testung von Kunststoffbeschichtungen. Deut. Lebensm. Rundschau. **64**, 281—282 (1968).
3. Flückiger, E. und Heuscher E.: Extraktionsglocke für die Bestimmung löslicher Anteile von Kunststoffbeschichtungen. Deut. Molkerei-Ztg. **90**, 848—850 (1969).
4. Figge, K. und Piater H.: Migration von Hilfsstoffen der Kunststoffverarbeitung aus Folien in flüssige und feste Fette bzw. Simultanien. III. Mitteilung. Methodik der Migrations- und Extraktionsuntersuchungen mit ¹⁴C-markierten Additiven. Deut. Lebensm. Rundschau. **67**, 9—15 (1971).

Dr. U. Brügger
 Prof. Dr. E. Baumgartner
 Kantonales Laboratorium
 Muesmattstraße 19
 CH-3000 Bern 9