

Mit QFID Lösemittelresten auf der Spur

Schnellmethode zur Bestimmung von Restlösemittel in Verpackungen

Die Qualitätskontrolle von bedruckten Verpackungsmaterialien beinhaltet heute standardmäßig auch die Überprüfung des Lösemittelretention. Häufig reicht es zur Sicherstellung eines optimalen Ergebnisses nicht mehr aus, nur zu Beginn einer Auflage die Lösemittelretention zu überprüfen, vielmehr wird heute teilweise jede dritte Rolle, mittels Gaschromatographie (GC) überprüft. In großen Druckereien mit mehreren Druckmaschinen kann es hier durchaus zu Kapazitätsengpässen kommen. GERD SCHARFENBERGER und DR. KLAUS HEGER beschreiben im folgenden Beitrag eine Schnellmethode, die in Kombination mit einem Gaschromatographen eine sehr schnelle und trotzdem genaue Überprüfung der Lösemittelretention über große Auflagen bei jeder Rolle ermöglicht.

Prinzip der Schnellmethode QFID

Mit der von den beiden Autoren auf der Basis des Messgerätes **QFID** entwickelten Schnellmethode wird die Summe aller flüchtigen organischen Verbindungen in einer Druckprobe definierter Größen bestimmt. Im Gegensatz zu einer herkömmlichen GC-Untersuchung, bei der das gasförmige Substanzgemisch über eine Säule aufgetrennt wird, wird die gasförmige Substanzmischung bei der Schnellmethode **QFID** ohne Auftrennung in der Summe über einen **QFID** quantitativ bestimmt. Da unterschiedliche Lösemittelgemische unterschiedliche Detektorenempfindlichkeiten besitzen, muss zunächst bei Beginn einer Auflage ein konventionelles GC gemessen werden, dieses dann mit dem Ergebnis der Schnellmethode verglichen werden, und nach dieser Eichung können dann alle Folgerollen in ihrer quantitativen Lösemittelretention über die Schnellmethode kontrolliert werden.

Eine erste GC-Untersuchung bei Beginn einer Auflage ist auch deswegen erforderlich, um vollkommen unerwünschte Fremdlösemittel, die z. B. durch Verunreinigungen in einen Auftrag gelangt sind, identifizieren zu können. Dies soll an einem Beispiel verdeutlicht werden.

Ein mit n-Butanol verunreinigter Ethylalkohol wird zum Verdünnen einer Druckfarbe eingesetzt und hinterläßt neben einer geringen Ethanol-Retention eine deutliche Butanol-Retention. In der von

den Autoren vorgeschlagenen Schnellmethode würde dieser Anteil n-Butanol nicht separat gefunden werden und könnte somit später zu einer Geruchsreklamation führen. Durch vorherige Messung eines konventionellen GC's mit Auftrennung sämtlicher Substanzen ist diese Verunreinigung selbstverständlich identifizierbar.

Kurzbeschreibung des Geräteaufbaues

Das Gerät **QFID** zeigt die Summe aller flüchtigen organischen Verbindungen einer Druckprobe von definierter Größe. Das Gerät beinhaltet ein Probeneinlaßteil, einen Detektor und eine externe Heizung.

Die Proben werden in einer verschließbaren Probenflasche, z. B. bei 90°C für 15 Minuten temperiert (z.B. Headspace-Flasche). Danach wird eine flexible Leitung in die Flasche gestochen (von Hand oder automatisch) und das Meßsystem gestartet. Selbsttätig wird ein geringer Überdruck auf die Probenflasche gegeben, der sich dann entspannt und den Gasraum der Probe zum Detektor transportiert. Der Detektor (FID) verbrennt die Probe mit Hilfe einer Pressluft/Wasserstoff-Flamme. Ein hochempfindlicher Verstärker signalisiert die Menge des gefundenen Lösemittels. Der Integrator wertet die Signale aus und rechnet sie so um, dass ein Ergebnis im Milli

gramm pro Quadratmeter ausgedruckt wird.

Vergleich zwischen Schnelltestmethode QFID und klassischer GC-Messung

Am Beginn eines Arbeitstages muss das Gerät **QFID** zunächst geeicht werden. Hierzu muss ein Eichgemisch verwendet werden, welches die Lösemittel enthält, die in der Druckerei tatsächlich eingesetzt werden. Normalerweise ist es für Verpackungsdruckereien völlig ausreichend, mit einem Eichgemisch zu arbeiten, das z. B. folgende Zusammensetzung aufweist:

40 % Ethylacetat

40 % Ethylalkohol

20 % Ethoxypropanol

Von diesem Gemisch wird ein Mikroliter in die Headspace-Flasche gegeben und nach dem Temperieren in das Gerät injiziert. Das Gerät liefert uns dann als Ergebnis eine bestimmte Menge in Milligramm pro Quadratmeter als Summe dieser drei Lösemittel. Zum Temperieren wird eine Zeit von 15 Minuten vorgeschlagen. Sie muss allerdings in jeder einzelnen Druckerei überprüft werden. Von den Autoren wurde eine große Zahl von Proben im Vergleich analysiert. Die Daten sind in den folgenden Tabellen im Einzelnen zusammengestellt.

Bedruckung von A-PET-Folie im Frontaldruck mit Überdrucklack

Eine A-PET-Folie wurde im Frontaldruck mit Deckweiß, Buntfarben und Überdrucklack bedruckt. Es wurden gezielt verschiedene Lösemittelretentionen durch Variation der Trocknungsbedin-

	GC ges. mg/m ²	QFID mg/m ²
Probe 1	4	5
Probe 2	5	6
Probe 3	6	7
Probe 4	58	76

Tabelle 1

gungen erzeugt. In der Tabelle 1 sind die Werte der GC-Messungen und der QFID-Messungen der vier Proben gegenübergestellt.

Bedrucken von Polypropylen im Frontaldruck

Es wurde auf ein Polypropylen im Frontaldruck mit einem Zweikomponenten-Farbsystem gedruckt, wobei ebenfalls durch Variation der Trockenbedingungen unterschiedliche Lösemittelretentionen

erzeugt wurden. In der Tabelle 2 sind

	GC ges. mg/m ²	QFID mg/m ²
Probe 1	4	7
Probe 2	20	19
Probe 3	14	11
Probe 4	12	11

Tabelle 2

auch hier wiederum die Messergebnisse der GC-Messung und der **QFID**-Messung aufgelistet.

Bedrucken von Polyethylen im Frontaldruck

Es wurde im Frontaldruck auf weißes Polyethylen mit Standard-PE-Farben und Überdrucklack gedruckt. Auch hier wurden wiederum durch Variation der Trockentemperatur unterschiedliche Lösemittelretentionen erzeugt. In der Tabelle

	GC ges. mg/m ²	QFID mg/m ²
Probe 1	5	8
Probe 2	41	48
Probe 3	31	39
Probe 4	14	17
Probe 5	81	86
Probe 6	91	99

Tabelle 3

3 sind die

Ergebnisse von sechs Proben sowohl als GC-Messung sowie auch als QFID-Messung aufgelistet.

Wie aus den drei Tabellen ersichtlich ist, zeigen die Ergebnisse von GC und QFID sehr gute Übereinstimmung.

Die Autoren merken an dieser Stelle an, dass durchaus Fälle denkbar sind (z. B. andere Bedruckstoffe), bei denen die Differenzen zwischen GC und QFID deutlich größer sind. Es ist durchaus möglich, dass auf Papier und Aluminium zunächst in separaten Eichreihen die Korrelation zwischen GC-Resultat und QFID-Resultat ermittelt werden muss. Hier muss man mit einem entsprechenden Korrelations-Faktor arbeiten. Die Verfasser sind selbstverständlich gerne bereit, interessierten Kunden bei der Erarbeitung entsprechender Eichreihen Hilfestellung zu leisten.

Weitere Einsatzmöglichkeiten der QFID-Untersuchung

Mit Hilfe der hier neu vorgestellten QFID-Methode können eine Reihe weiterer analytischer Probleme bearbeitet werden. So ist es z. B. denkbar, die Lösemittelbelastung der Abluft einzelner Trockner zu untersuchen. Darüber hinaus sind auch Spuren von Lösemitteln im Kühl- oder Abwasser quantitativ erfassbar. Auch Gesamtabluftströme können

hinsichtlich Lösemittelbelastung quantitativ schnell und zuverlässig untersucht werden.

Aufgrund der Tatsache, dass bei dem hier vorgestellten QFID-System auch mit wesentlich größeren Headspace-Flaschen gearbeitet werden kann, als bei herkömmlichen, vollautomatischen GC-Systemen, hat man somit die Möglichkeit, ganze Verpackungen hinsichtlich flüchtiger organischer Verbindungen routinemäßig zu untersuchen.

Zusammenfassung

Mit der QFID-Messung ist es möglich, Verpackungsmaterialien quantitativ auf Lösemittelretention zu überprüfen. Vorteil dieser Methode – im Gegensatz zur herkömmlichen GC-Methode – ist die Möglichkeit, mit einem Gerät 20 bis 30 Proben pro Stunde messen zu können. Mit konventionellem GC sind nur etwa drei bis vier Messungen pro Stunde möglich. Wird das System vollautomatisch gefahren, erlaubt das ein sehr kostengünstiges und rationelles Arbeiten. Bei regelmäßiger Überprüfung der Lösemittelretention.

.ist ein Gaschromatograph durch eine Druckmaschine voll ausgelastet. Mit dem neuen System kann das produzierte Material von sechs bis acht Druckmaschinen auf einem QFID-Gerät bezüglich Lösemittelretention überprüft werden. Das Gerät entstand in enger Zusammenarbeit den Firmen Siegwerk Druckfarben AG, Quma GmbH und LABC-Labortechnik, Hennef.

Literatur

Gaschromatische Analyse von Verpackungsmaterial; GERD SCHARFENBERGER und Dr. KLAUS HEGER; *Papier+Kunststoff-Verarbeiter*.
Gas- und Chromatographische Detektoren; MICHAEL OEHME; Dr. A. Hüthig Verlag.
Gaschromatographie; GERHARD SCHOMBURG; Verlag Chemie.
Chromatographie in der Gasphase; Tabellen; R. KAISER; Bibliographisches Institut-Mannheim.