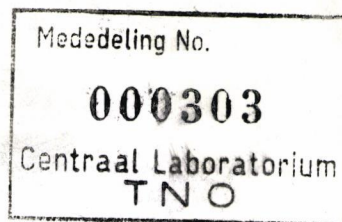


## II. GASCHROMATOGRAFISCHE BEPALING VAN ZUURSTOF IN KLEINVERPAKKINGEN

H. Compaan,

Centraal Laboratorium TNO, Delft



## INLEIDING

**De samenstelling van de te analyseren gasmonsters**

De gasinhoud van de kleinverpakkingen die wij tot nu toe onderzochten, is in het algemeen samengesteld uit stikstof, zuurstof en kooldioxide. Argon en water zijn vermoedelijk altijd aanwezig. Methaan, etheen, koolmonoxide en waterstof kunnen soms voorkomen, maar worden hier buiten beschouwing gelaten. Zij storen in geen geval de hieronder beschreven bepalingmethoden, zolang hun concentratie kleiner is dan 50 %. De hoofdcomponent is altijd stikstof of kooldioxide en heeft in het monster een concentratie van ten minste 75 %. De zuurstofconcentratie in de gasmonsters is niet groter dan 21 %. Zuurstofconcentraties, kleiner dan 0,01 %, kunnen niet worden gemeten.

**De gaschromatografische apparatuur**

De monsters worden op de in deel I beschreven wijze uit de kleinverpakkingen overgebracht in gaspipetten, zoals in fig. 1 is afgebeeld.



Fig. 1. Gaspipet.

Bij deze bemonstering mag natuurlijk geen zuurstof uit de omringende lucht in het monster binnendringen. Het is niet zo moeilijk om aan deze eis te voldoen, zolang het bij de bepalingen gaat om zuurstofconcentraties, die niet kleiner zijn dan 0,01 %.

De gaschromatograaf moet een aansluitmogelijkheid hebben voor de genoemde gaspipetten. In het algemeen zal een gaschromatograaf, die is uitgerust met een warmtegeleidbaarheidsdetector, geschikt kunnen worden gemaakt voor de hier beschreven bepalingen.

**DE BEPALING VAN ZUURSTOF IN MONSTERS MET EEN HOOG GEHALTE AAN STIKSTOF****Keuze van kolom en elutiegas**

De monsters, waarvan de hoofdcomponent uit stikstof bestaat, blijken in de praktijk naast zuurstof ook nog kleine hoeveelheden argon, water en kooldioxide te bevatten. Zuurstof en stikstof worden bij kamertemperatuur goed gescheiden op een kolom, gevuld met Linde molecuulzeef, type 5 A. Water en kooldioxide worden door de molecuulzeef bij deze temperatuur irreversibel opgenomen en storen dus niet meer in het chromatogram.

Wel veroorzaken zij een snelle veroudering van de kolom. Daarom moet deze van tijd tot tijd worden geregenereerd, als zuurstof en stikstof niet meer voldoende worden gescheiden. Het chromatogram komt er zeer eenvoudig uit te zien. Zie fig. 2.

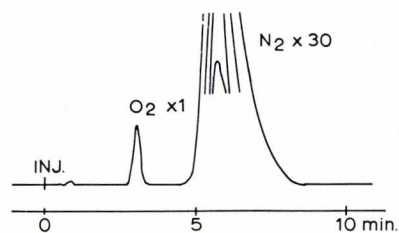


Fig. 2.  
Gaschromatogram van stikstof, waarin zich in de orde van 0,1 % zuurstof bevindt.  
Kolom: Linde Molecuulzeef 5'A.  
Kolomtemperatuur: kamertemperatuur.

Op deze kolom wordt zuurstof niet gescheiden van argon, dat daardoor de bepalingen kan storen. Deze moeilijkheid wordt omzeild door argon als elutiegas te gebruiken. Daarbij boet men dan echter aanzienlijk in aan gevoeligheid van de methode.

**Apparatuur en werkwijze**

De gebruikte gaschromatograaf is in fig. 3 schematisch weergegeven. Deze is ingebouwd in een thermisch goed geïsoleerde instrumentkast,

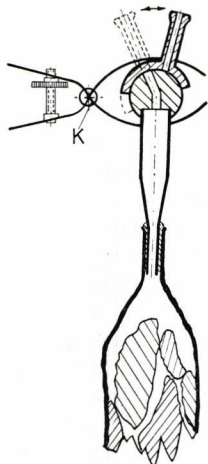
van afb. 2. De zakjes staan daartoe in een houder, waaraan o.a. de ventielen worden vastgeklemd. Zonder deze voorziening zouden de relatief zware ventielen omvallen, waardoor lekken in materiaal en verbindingen kunnen worden veroorzaakt. De ruimten binnen en buiten de zakjes binnen de autoclaaf (A) worden via de ventielen, slangen, verdeelstukken (V) en kranen (K) verbonden met 2 kwikmanometers (M), een vacuumpomp (P) en een stikstof- of koolzuurcilinder (C). Het begassen vindt plaats door enkele malen achtereenvolgens het gas binnen en buiten de zakjes gelijktijdig weg te zuigen en te vervangen door vers gas. Bij juiste afstelling van de kranen K1 en K2 kunnen hierbij de drukken binnen en buiten de zakjes (afleesbaar op de manometers) voortdurend nagenoeg aan elkaar gelijk blijven. Vervorming en eventuele beschadiging van de zakjes blijven dus tot een minimum beperkt. Tijdens het begassen kan het produkt ook worden gebunkerd, hetgeen beslist noodzakelijk is wanneer de op het produkt geadsorbeerde zuurstof slechts langzaam weer vrij komt.

De voordelen van deze methode zijn:

1. Meerdere zakjes worden tegelijkertijd begast, dus het begassen vraagt minder tijd en de kosten ervan per zakje zijn bij grote aantallen laag.
2. Het begassen heeft geen beschadigende invloed op de verpakking.
3. Slechts betrekkelijk eenvoudige apparatuur is hiervoor nodig.

De nadelen zijn:

1. De zwakke verbinding tussen zakje en koperen buisje, die gemakkelijk verbroken kan worden, waardoor lekkage ontstaat.
2. De relatief zware en lange vacuumslang en het koperen buisje moeten tijdens het hanteren der zakjes voortdurend worden ondersteund teneinde beschadiging van het materiaal en van de zwakke verbinding tussen zakje en buisje te voorkomen.
3. Tijdens de hierna volgende opslag kan in het zakje zuurstof binnendringen door diffusie via de vacuumslang. Teneinde deze hoeveelheden gas zo klein mogelijk te houden moet de vacuumslang dik zijn en moet de slangenklem hierop kort boven het



afb. 3

uiteinde van het koperen pijpje worden aangebracht. Eventueel kan deze vorm van lekkage geheel worden geëlimineerd door de vacuumslang te vervangen door een stalen kogel die op de koperen buis is gelast, waarop een glazen schaalje past, dat verbonden is met een buisje (zie afb. 3).

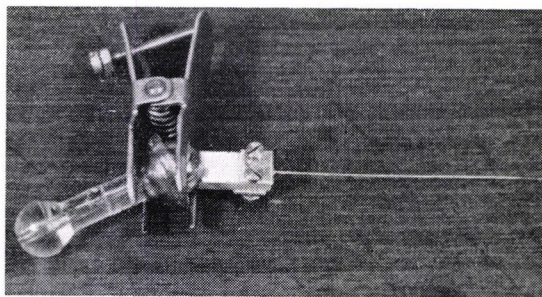
Deze kogel-schaal-verbinding wordt tevens toegepast bij methode B, onder welke paragraaf deze verbinding uitvoerig wordt beschreven.

### Methode B

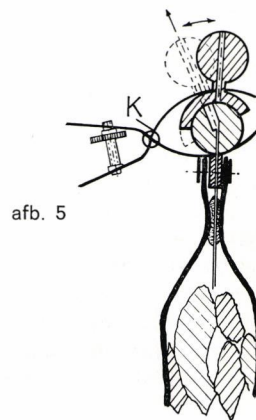
Het principe van deze methoden bestaat uit:

het maken van de zakjes,  
het aanbrengen van de ventielen,  
het vullen van de zakjes met produkt of produktsimulator,  
het begassen en sluiten van de zakjes.

Om het monteren van de ventielen alsmede het begassen te vergemakkelijken, is het gewenst het onderzoek niet met complete zakjes te beginnen, doch met zakjes, die voorlopig op 2 plaatsen open blijven (b.v. langs de randen 3 en 5 van het zakje volgens afb. 8).

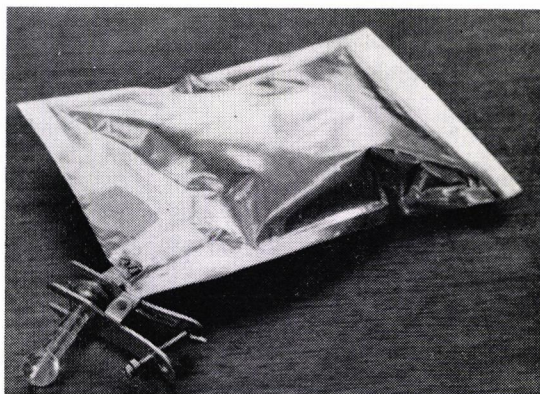


afb. 4



afb. 5

afb. 6



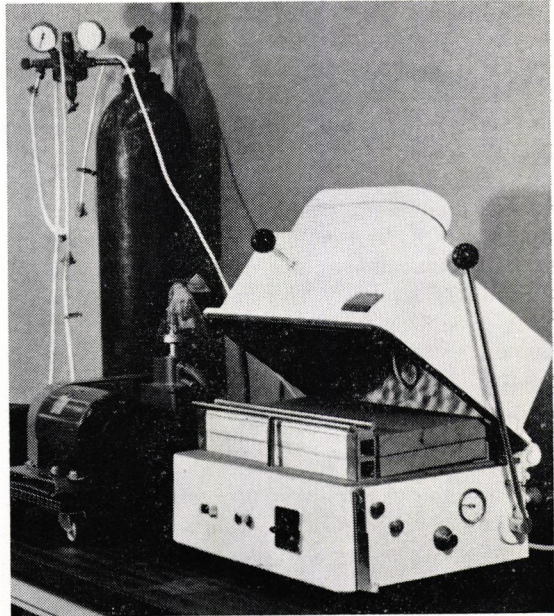
Bij onderzoek van complete zakjes kunnen de genoemde bewerkingen worden uitgevoerd op 1 of 2 opengeknipte plaatsen (b.v. hoek A en een gedeelte van rand 5, afb. 8).

Het ventiel bestaat uit een roestvrij stalen injectienaald, die voor dit doel een speciale vorm heeft gekregen (zie afb. 4, 5 en 6). Een roestvrij stalen buisje (diameter ca. 0,6 mm uitwendig en 0,4 mm inwendig, ca. 50 mm lang) steekt met één einde in de opening van het zakje. Het andere einde zit gelast in een stalen kogel. Het kanaal in de naald staat in verbinding met een excentrische opening in deze kogel. Deze opening wordt echter afgesloten door een glazen schaalje dat nauwkeurig op de kogel past, en dat verbonden is met een glazen buisje, dat met behulp van eenzelfde verbinding, de zgn. ball-joint, kan worden aangesloten met een gascuvet. Kogel en schaal worden op elkaar gedrukt door een klem (K) en vormen m.b.v. siliconen-vacuümvet een gasdichte verbinding. Door verdraaiing van de glazen schaal over de stalen kogel kan aldus de ruimte in de verpakking worden afgesloten of via de naald in verbinding worden gesteld met een gascuvet.

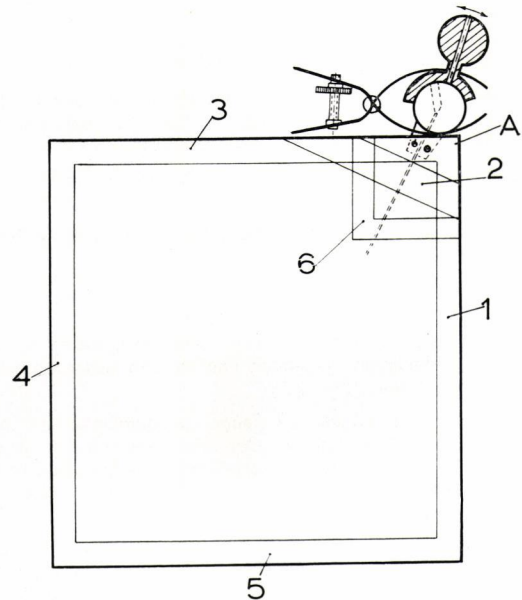
Tegen de onderzijde van de kogel en om de naald is een metalen blokje gelijmd. Hiertegen worden de buiten de las uitstekende materialdelen m.b.v. 2 metaalstripjes en boutjes vastgeklemd, waardoor een sterke verbinding tussen verpakking en naald wordt verkregen. De gasdichtheid van de verbinding wordt bereikt door de naald over het gedeelte, direct onder het bovengenoemde blokje, tussen het verpakkingsmateriaal te lassen. Hiervoor is benodigd een lasapparaat met slechts één verhitte lasbalk en een koude balk, die bedekt is met een strip siliconen-rubber van 2-3 mm dikte. Een zeer sterke en gasdichte verbinding kan worden verkregen door, alvorens te lassen, de naald ter plaatse te omwikkelen met een stripje van een thermoplastische film. Deze film moet van hetzelfde materiaal zijn als de binnenzijde van de verpakking. In plaats van deze film kan ook een weinig was of hotmelt worden gebruikt. Deze aldus aangebrachte ventielen kunnen door middel van de H<sub>2</sub>S-proef op lekken worden gecontroleerd.

Het vullen met produkt of produktsimulator geschiedt via de laatste opening in de zakjes. Deze mag daarna echter nog niet worden gesloten. Eerst moeten de zakjes via deze opening worden begast.

Dit begassen van de zakjes kan niet meer plaatsvinden op een wijze, die analoog is aan die van methode A. De weerstand van de dunne naalden is nl. te groot, zodat tijdens het evacueren en volblazen van de zakjes de drukverschillen tussen de ruimten binnen en buiten te groot worden, waardoor de zakjes gemakkelijk kunnen worden beschadigd. Zij moeten nu worden begast via een opengebleven lasnaad, of een opengeknipt deel ervan, m.b.v. een las-



afb. 7



afb. 8

apparaat dat voorzien is van een inrichting voor begassing.

Door het Instituut TNO voor Verpakkingen wordt hiervoor gebruikt een apparaat, afkomstig van Krämer und Grebe K.G., Wallau/Lahn. Dit apparaat (afb. 7), bestaat uit een plateau, waarop de verpakkingen worden gelegd met de te lassen openingen op een strip siliconenrubber. Over dit plateau kan een kap worden gedraaid, die de ruimte met verpakkingen geheel afsluit van de buitenlucht. De lucht, in deze ruimte en in de verpakkingen aanwezig, wordt voor bijna 100 % door een vacuumpomp weggezogen. Vervolgens kan stikstof of een ander gas worden toegevoegd en kan naar wens het evacueren en begassen onbeperkt worden her-

haald. Onder deze kap kan het produkt ook worden gebunkerd. Tenslotte wordt de las aangebracht m.b.v. een impuls-lasbalk, die in de draaibare kap is gemonteerd en d.m.v. perslucht op de strip siliconen-rubber en over de openingen in de verpakkingen wordt gedrukt. De verwarmingscapaciteit en de lastijd zijn in dit apparaat instelbaar. Daarna kan de kap worden geopend.

De voordelen van methode B zijn:

1. Het begassen heeft geen beschadigende invloed op de verpakking.
2. Per charge worden 3 tot 4 zakjes gelijktijdig begast. Dit aantal is echter niet zo groot als bij methode A.
3. Het begassen vraagt weinig aandacht, zodat intussen andere zakjes klaar gemaakt kunnen worden. De bewerkingskosten per zakje kunnen hierbij dus toch laag blijven.
4. Het monteren van de injectienaalden is een eenvoudige routinehandeling.
5. De verbinding tussen injectienaald en zakje kan zeer sterk \*) en gasdicht zijn.

\*) Bij een poging om een met hotmelt-lijm vastgezette naald uit een zakje te trekken, brak de naald.

Het nadeel van deze methode is, dat de apparatuur en de naalden kostbaar zijn.

### Het navullen en controleren der zakjes

Mocht na het begassen en/of sluiten van een zakje blijken dat dit te weinig gas bevat, dan kan op eenvoudige wijze via het aangebrachte ventiel extra gas in het zakje worden geleid. Daarna volgt een extra controle van de ball-joint of slangaansluiting op het zakje. Beide handelingen worden verricht op een vaste glazen opstelling (afb. 9 en 10), welke bestaat uit een 8-tal onderling verbonden aansluitingen (glazen kogels en schalen), die afgesloten kun-

nen worden door vacuümkransen (K) en alle in verbinding staan met de kwikmanometer (M). Dit apparaat wordt tevens gebruikt voor het trekken van gasmonsters uit de zakjes.

Voor het navullen worden aangesloten:

het zakje op schaal 7,  
de gastoevoer op kogel 8  
en de vacuümpomp op schaal 1.

Alle oorspronkelijk in het apparaat aanwezige lucht wordt weggezogen en vervangen door het gewenste gas. Daarna wordt de ball-joint op het zakje geopend en wordt gas in het zakje geblazen.

De controle vindt direct daarna plaats. Daartoe wordt het apparaat op het hoogst mogelijke vacuüm gebracht. Vervolgens wordt K1 gesloten en kan op de manometer de afdichting van het geheel worden gecontroleerd. Teruglopen van het vacuüm wijst op een lek. Zo'n lek kan gelokaliseerd worden door achtereenvolgens verschillende kranen en verbindingen te sluiten. Vanzelfsprekend moeten deze lekken worden gedicht alvorens het onderzoek van de zakjes kan worden voortgezet.

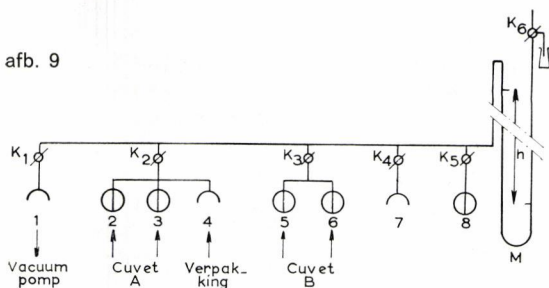
### Het trekken van een gasmonster uit een zakje

De volgende fase van het onderzoek is het trekken van gasmonsters uit de zakjes, hetgeen dank zij de op de zakjes gemonteerde aansluitingen en het hierboven beschreven glazen apparaat (afb. 9 en 10) op eenvoudige, snelle en lekvrije wijze kan plaatsvinden.

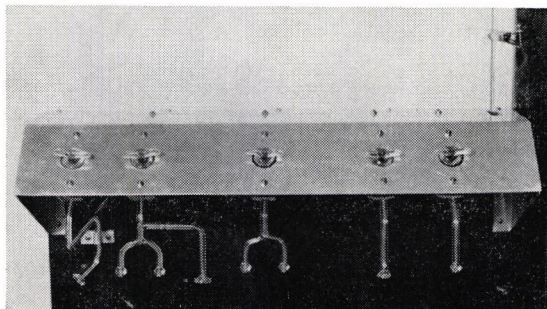
Daartoe worden aangesloten:

de vacuümpomp op schaal 1,  
een kleine gascuveet (A) op kogels 2 en 3 (afb. 11),  
het zakje op schaal 4  
en een grote gascuveet (B) op kogels 5 en 6.

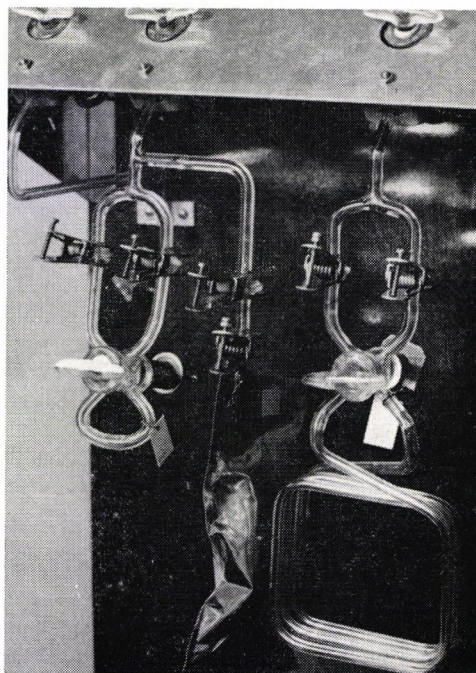
afb. 9



afb. 10



afb. 11



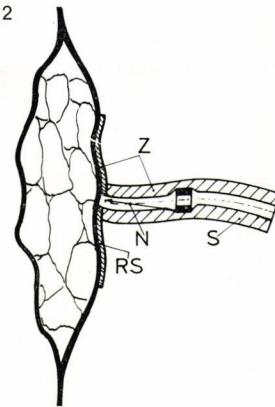
Elke gascuvet heeft twee aansluitingen (schalen) en is voorzien van een kraan. Cuvet A dient om een gasmonster uit het zakje op te vangen. Cuvet B dient om het zuurstofgehalte te meten in het nog teweeg te brengen vacuum. Bij een juiste scheiding en gassnelheid en detectie in de gaschromatograaf kan met een kleine cuvet (1 à 2 ml) worden volstaan. Cuvet B moet echter groter zijn (10 à 15 ml). In de regel behoeft het vacuum slechts 1 maal per serie metingen te worden geanalyseerd. Alvorens een gasmonster te trekken wordt het gehele apparaat met de cuvetten op het hoogst mogelijke vacuum gebracht en wordt het geheel weer op eventuele lekken gecontroleerd. Cuvet B kan dan reeds worden gesloten. Vervolgens wordt K2 gesloten en het zakje geopend, zodat gas hieruit in cuvet A stroomt. Tenslotte worden deze cuvet en het zakje weer gesloten. Het grote voordeel van de hier beschreven wijze van monstertrekken is, dat de zakjes tussentijds onderzocht en deze analyses vele malen vóór en tijdens opslag herhaald kunnen worden. (Bij de voorheen toegepaste methode waren de zakjes na monsterneming te veel beschadigd en voor verder onderzoek ongeschikt).

Uit dit voordeel volgt:

1. Het onderzoek kan worden verricht met een gering aantal zakjes, waardoor de onderzoekingskosten evenredig lager worden.
2. Vreemde analyse-resultaten kunnen worden geverifieerd door herhaling van de monstertrekking en analyse.

Het reeds eerder vermelde bezwaar van de mogelijk hogere gasdoorlatendheid van zakjes met een doorvoering kan aanleiding zijn, dat men tevens metingen zal willen verrichten met zakjes zonder deze doorvoeringen. Dit kan dan gedaan worden met nieuwe zakjes, waarop dus geen doorvoeringen zijn aangebracht en die, op de bovenomschreven wijze, begast zijn in het begassings-lasapparaat. Daar echter uit deze zakjes tussentijds geen gasmonsters getrokken kunnen worden bestaat enige onzekerheid over o.a. het begin-zuurstofgehalte in elk zakje afzonderlijk. Het is evenwel mogelijk om ook met de zakjes, die wel voorzien zijn van een doorvoering, een nieuw onderzoek te beginnen. Is het onderzoek met deze zakjes beëindigd, dan kan het gedeelte van de verpakking waarin de doorvoering is gemonteerd, van de rest van het zakje worden gescheiden door het zakje onder dit gedeelte dicht te lassen (las 6, afb. 8). Het begin-zuurstofgehalte is dan bepaald uit het gasmonster, dat vlak vóór dit aflassen uit het zakje is getrokken via de doorvoering. Voor het trekken van een nieuw gasmonster uit zo'n zakje na een bepaalde opslagtijd wordt gebruik gemaakt van een rubber zuignapje( afb. 12). Dit zuignapje bestaat uit een dun ( $1/2$ -1 mm), soepel rubber schijfje (RS, ca. 50 mm Ø),

afb. 12



dat geplakt is op een recht afgesneden einde van een vacuumslang (S). In deze slang is een naald aangebracht (N), waarvan de punt van buiten af via de opening in het zuignapje door het er tegen aanliggende verpakkingsmateriaal kan worden gestoken.

Het trekken van een gasmonster geschiedt nu op een wijze, die analoog is aan de reeds beschreven methode van monstertrekken. Het vacuum en het zuignapje zorgen, samen met een weinig vacuumvet op het zuignapje, voor een goede, lekvrije verbinding tussen zakje en zuignapje. Voor verder onderzoek is het aldus behandelde zakje echter niet meer bruikbaar.

### De analyse van een gasmonster

Gezien de specifieke aard ervan zal dit onderdeel van het onderzoek, de gaschromatografische analyse, separaat in een aansluitend artikel worden beschreven door H. Compaan van het Analytisch Centrum C.L.-T.N.O.

### Opslag van de zakjes

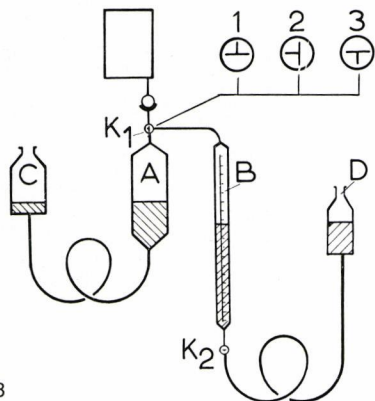
Nadat de te onderzoeken zakjes gemaakt en de eerste gasmonsters hieruit getrokken en geanalyseerd zijn, worden de zakjes opgeslagen onder condities, die zo goed mogelijk overeenkomen met de praktijkomstandigheden. Gedurende deze opslag zal zuurstof door het materiaal diffunderen, waardoor het zuurstofgehalte van het ingesloten gas toeneemt. Door regelmatig tijdens deze opslag nieuwe gasmonsters uit de zakjes te trekken en te analyseren, verkrijgt men een indruk van de gasdoorlatendheid van de zakjes.

In hoge mate gasdichte zakjes vereisen echter zeer lange opslagperioden om op deze wijze nog betrouwbare, relatief nauwkeurige meetresultaten te verkrijgen. Deze opslagperioden kunnen evenwel worden verkort (ca. 5 maal) door de zakjes bij de gewenste temperatuur en vochtigheid op te slaan in een autoclaaf, die gevuld is met zuurstof.

### Gasvolume

Bij de hierboven beschreven onderzoekingsmethode is nog geen rekening gehouden met de

invloed van het gasvolume van het zakje op de resultaten. Wanneer dit volume niet in de beoordeling van de resultaten wordt betrokken, verkrijgt men van elk zakje een opgave van de toename van de zuurstofconcentratie per tijdseenheid. Zijn de zakjes echter onderling sterk verschillend in volume, dan is een directe vergelijking van de verschillende meetresultaten niet mogelijk. Hiervoor moet dus tevens het gasvolume van elk zakje bekend zijn. Voor de gasvolume-meting kunnen 2 methoden worden toegepast, t.w. een fysische en een chemische methode.



afb. 13

De fysische meting geschiedt met het apparaat volgens afb. 13. Dit apparaat bestaat uit een met kwik gevuld zuigvat A (100-200 ml), dat aan de onderzijde via een slang is verbonden met niveau-flesje C.

Aan de bovenzijde is vat A via een driewegkraan (K1) verbonden met een met water gevulde gasburet B (100-200 ml), die aan de onderzijde via een kraan (K2) en een slang in verbinding staat met het niveau-flesje D. Het ventiel van het zakje is aangesloten met het schaalpje boven K1.

Bij het begin van de meting zijn A en B volledig gevuld: A tot K1 en B tot het ventiel. De grootste hoeveelheid gas in het zakje wordt nu eerst in buret B gezogen door het water hierin te laten zakken (K1 in stand 1). Vervolgens wordt het gas, aanwezig in de ruimten in het produkt (b.v. tussen de korrels), in vat A gezogen door het kwik hierin te laten zakken (K1 in stand 2). Het aldus in A opgevangen gas wordt daarna, door stijging van het kwik, gedrukt in buret B (K2 gesloten, K1 in stand 3). Het wegpompen van gas uit het zakje d.m.v. het kwik naar de buret wordt voortgezet totdat een zeer hoog vacuüm in het zakje is bereikt en het gasvolume in de buret niet meer toeneemt.

Wanneer bij het zeer hoge vacuüm in het zakje het materiaal gemakkelijk door het produkt kan worden doorgeprikt moet tijdens de bepaling het zakje zich in een afgesloten vat (b.v. een exsiccator) bevinden, waarin eveneens een langzaam toenemend vacuüm tot stand wordt

gebracht. Is dat echter onmogelijk, dan moet de volgende methode worden toegepast.

De chemische meting kan alleen worden verricht wanneer het zakje gevuld is met koolzuur. Dit gas wordt dan b.v. door uitspoelen met stikstof in barietwater geabsorbeerd. De hoeveelheid koolzuur kan vervolgens door terugtitratie met zoutzuur op fenolftaleïne bepaald worden.

Bij een juiste uitvoering en toepassing van nauwkeurige en aangepaste apparatuur kunnen de gasvolumina volgens beide methoden worden gemeten tot een nauwkeurigheid van ca.  $\pm 0,5$  ml. Deze nauwkeurigheid is ruim voldoende om van elk zakje de gasdoorlatendheid te berekenen b.v. in ml gas (S.T.P.)/zakje $\cdot$ week $\cdot$ atm.

### Inhoud

In het voorgaande is met opzet de mogelijke adsorptie van zuurstof door het produkt buiten beschouwing gelaten. De mate van adsorptie hangt af van de hoeveelheid produkt en van de adsorptie-isotherm ervan voor zuurstof. Vaststelling van de absolute hoeveelheid zuurstof, die binnen de verpakking is gekomen, wordt dan een zeer ingewikkelde zaak. Wenst men deze waarde te weten, dan verdient het aanbeveling deze complicatie te omzeilen door b.v. het produkt uit enkele verpakkingen te nemen, het desnoods door een indifferente stof te vervangen en met deze verpakkingen samen met die van het originele produkt het onderzoek te verrichten. Een andere beïnvloeding van het onderzoek door het produkt is de verouderende werking van vocht uit het produkt op de scheidingskolommen van de gaschromatograaf. De hier beschreven metingen kunnen hierom slechts worden verricht met produkten met geringe vochtgehalten. Gaschromatografisch onderzoek van verpakkingen met veel water bevattende produkten vereist een wijziging in de methodiek.

### Productie-controle

Teneinde in de productie een controle te hebben op de juiste begassing van de zakjes kunnen periodiek steekproeven worden verricht op gerede zakjes. Uit deze zakjes worden dan gasmonsters getrokken met behulp van het reeds beschreven zuignapje (afb. 12).

De verkregen gasmonsters worden vervolgens op de beschreven wijze geanalyseerd. Deze methode is met het oog op de eenvoud en snelheid van uitvoering zeer geschikt voor productie-controles.

### Andere kleinverpakkingen

Tot nu toe zijn uitvoerig beschreven de methoden voor het meten van de gasdoorlatendheden van alleen vlakke zakjes. In principe en ten dele ook praktisch kunnen op gelijke wijze

eveneens andere kleinverpakkingen (doosjes, flesjes, busjes, tubes, buisjes, sachets, enz.) worden onderzocht. Het belangrijkste verschil is de vorm en bevestiging van het ventiel op de verpakking.

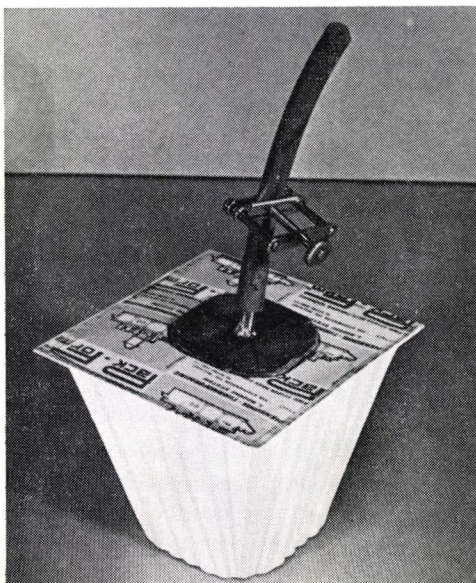
Een handige aansluiting, die aangebracht kan worden op vlakke oppervlakken van verpakkingen, bestaat uit een buisje (afb. 14 en 15) dat aan één einde is voorzien van een vlak plaatje. Dit plaatje kan met behulp van hotmelt lijm op het platte vlak van de verpakking worden bevestigd. Het andere einde van het buisje is voorzien van een rubber slang of ball-joint. Getracht is de eventuele lekkage van deze aansluiting te meten op de bestaande gasdoorlatendheids-apparatuur van het Centraal Laboratorium TNO. De gasdoorlatendheid ervan was zeer gering, lager dan de onderste meetgrens van deze apparatuur, t.w. kleiner dan  $10^{-13}$  ml zuurstof (S.T.P.)/sec. cm Hg.

Op grond van deze uitermate geringe lekkage is deze aansluiting voor het onderzoek zeer geschikt en voldoende betrouwbaar.

Bij glazen verpakkingen kan men trachten een glazen buisje ergens door de glaswand aan te brengen door lassen of eventueel lijmen (zie afb. 16 en 17). Bij blik kan een aansluiting worden gerealiseerd door een metalen pijpje door de wand te solderen.

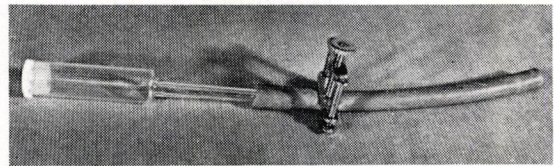
Bij het onderzoek van zeer kleine verpakkingen bestaan enkele specifieke problemen. Het eerste probleem is de gasaansluiting. Deze moet zeer gasdicht zijn en een stevige verbinding met de verpakking vormen zonder dat relatief te veel van het totale verpakkingsoppervlak daarvan in beslag wordt genomen.

afb. 14

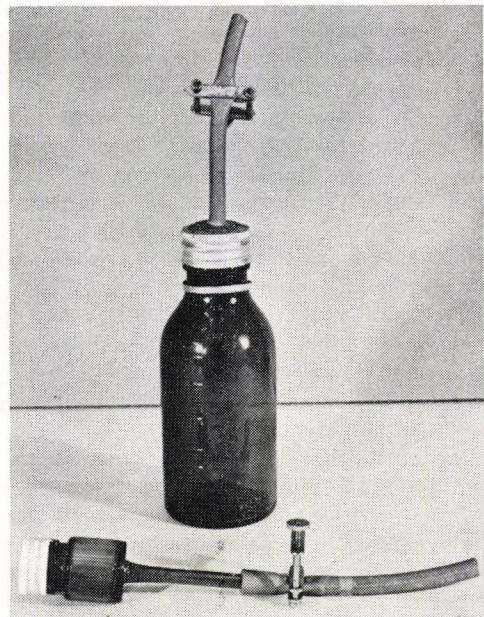


afb. 15

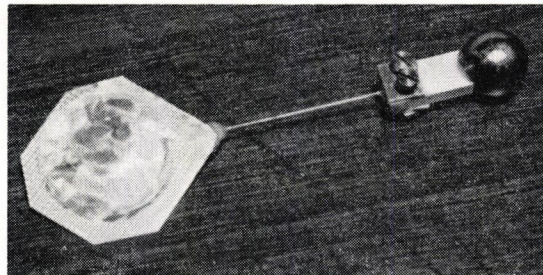
afb. 16



afb. 17

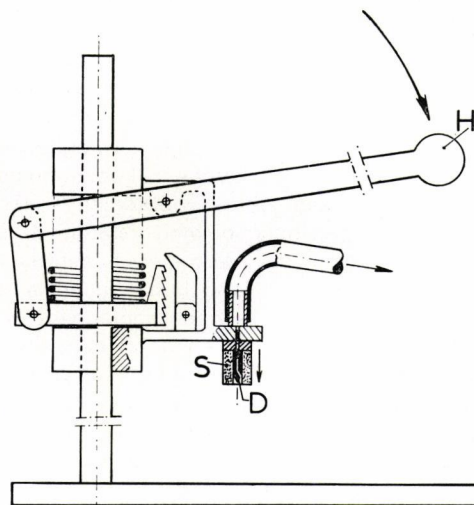


Een goede oplossing hiervoor is o.a. de uitvoering volgens afb. 18, welke bestaat uit een holle naald, die door de verpakkingwand is geprikt en hierop gasdicht is bevestigd door middel van een hotmelt lijm.



afb. 18

Een ander probleem kan zijn het zeer geringe gasvolume van de verpakking, waardoor slechts geringe aantallen kleine gasmonsters kunnen worden getrokken. Het opnieuw begassen van de verpakkingen via het ventiel kan, na elke monstertrekking, ter voortzetting van het onderzoek dan wel eens noodzakelijk zijn. Ten behoeve van een enkelvoudig onderzoek, b.v. voor produktie-controle, waarbij voortzetting van het onderzoek niet vereist is, zijn de hier genoemde gasaansluitingen niet beslist noodzakelijk. De monstertrekking kan volgens uiteenlopende methoden worden uitgevoerd. Zo zullen uit alle soepele verpakkingen, die voorzien zijn van minstens één „glad” oppervlak van voldoende afmetingen, gasmonsters kunnen worden getrokken m.b.v. het reeds beschreven zuignapje. Uit metalen bussen en via kroonkurken op flessen (met „droge” inhoud, zie „Inhoud”) kunnen gasmonsters worden getrokken m.b.v. het in afb. 19 geschetste apparaat. Een doorboorde rubberstop (S) wordt hier met een hefboom (H) op het verpakkingsoppervlak gedrukt, zodat het ingesloten oppervlak lek-vrij van de buitenlucht is afgesloten. Boven dit oppervlak wordt via een aangesloten slang en gascuvet een hoog vacuüm gezogen. Vervolgens wordt een metalen doorn (D), in de rubber stop aanwezig, door de wand van de verpakking gedrukt.



afb. 19

Zeer kleine verpakkingen (stripverpakkingen, capsules, enz.) kunnen worden onderzocht door ze b.v. in een metalen of glazen buisje aan te brengen en dit buisje, lekvrij t.o.v. de omgeving, via een gascuvet aan te sluiten met een vacuumpomp. Zijn dit buisje en gascuvet geëvacueerd, of doorspoeld met het elutie-gas van de gaschromatograaf, dan kan de verpakking doorstoken worden m.b.v. een naald (op gelijke wijze gemonteerd als bij het zuignapje), een metalen doorn of een mesje. Glazen capsules kunnen worden onderzocht door ze aan te brengen in een dikke rubber slang, die in verbinding staat met een gascuvet en vacuumpomp. De capsule wordt geopend door deze met behulp van een tang kapot te knijpen.

Voor het begassen van kleinverpakkingen kunnen weinig algemene regels worden gegeven. Op het laboratorium kunnen de verpakkingen via de ventielen worden begast, indien deze aanwezig zijn. Het begassings-lasapparaat kan alleen worden gebruikt voor heat-sealbare verpakkingen. Hier spelen echter nevenfactoren een belangrijke rol, o.a. de vorm en grootte van de verpakking en de aard van de las. Alle an-

dere verpakkingen zullen op speciale machines begast en gesloten moeten worden.

### Conclusies

1. De bestaande methode voor het bepalen van de zuurstofdoorlatendheid van zakjes is in een aantal opzichten (o.a. nauwkeurigheid, snelheid en kosten) verbeterd. Thans kunnen ook met produkt gevulde zakjes worden onderzocht, terwijl de methode bovendien direkt voor produktie-controle kan worden toegepast.
2. De methode leent zich ook voor het meten van de doorlatendheden voor andere gassen en aroma's.
3. De methode is, na enkele praktische wijzigingen t.b.v. de uitvoerbaarheid van het onderzoek, eveneens toe te passen op vele andere kleinverpakkingen.

### Naschrift

De samensteller van dit artikel wil hier gaarne dank betuigen aan de volgende personen, die de afgelopen jaren één of meerdere malen voor dit werk materialen of verpakkingen geheel belangeloos hebben afgestaan:

Ir. de Vries (Van Gelder Zonen, Arnhem)

De heer Frey (Cats-Neparofa, Rotterdam)

De heer Holtrust Jr. (Fino-Fabrieken, Harderwijk).