

Analytische Pyrolyse - GC/MS beim werkstofflichen Kunststoffrecycling

Peter Kusch¹, Johannes Steinhaus¹, Gerd Knupp¹, Wolfgang Fink¹, Michael John²

¹Hochschule Bonn-Rhein-Sieg, FB Angewandte Naturwissenschaften, 53359 Rheinbach

<http://www.h-brs.de>

²Ing.-Büro Michael John, 56457 Westerburg

Die Wiederverwertung von Kunststoffen (Kunststoffrecycling) kann in die werkstoffliche (materielle), die rohstoffliche (chemische) und die energetische Verwertung unterteilt werden. Beim werkstofflichen Kunststoffrecycling werden sortenreine Kunststoffreste gewaschen, gemahlen und von der Kunststoff verarbeitenden Industrie als Rohmaterial eingesetzt. Der chemische Aufbau des erhaltenen Werkstoffs (Re-Granulats) bleibt erhalten. Bei der rohstofflichen Verwertung werden Kunststoffreste zu Monomeren zurückgeführt. Die erhaltenen Monomere werden dann bei der Herstellung neuer Kunststoffe verwendet. Bei der energetischen Verwertung werden die Kunststoffreste der Zement- oder Stahlindustrie als Energieträger zugeführt.

Aufgabenstellung

Es war zu prüfen, ob die analytische Pyrolyse in Kombination mit der Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) für die Identifizierung von Verunreinigungen in einem Polyethylen Re-Granulat aus einer werkstofflichen Kunststoffverwertungsanlage geeignet ist.

Geräte und Materialien

Für die Durchführung der Pyrolyse-GC/MS Messungen wurden folgende Geräte und Materialien verwendet:

- Ofen-Pyrolysator Pyrojector II (SGE) (Abbildung 1)
- Gaschromatograph mit Quadrupol-Massenspektrometer (Agilent Technologies)
- Kapillarsäule DB-5MS, 60 m, ID 0,25 mm, Filmdicke 0,25 µm
- Low Density Polyethylen (LDPE) Re-Granulat

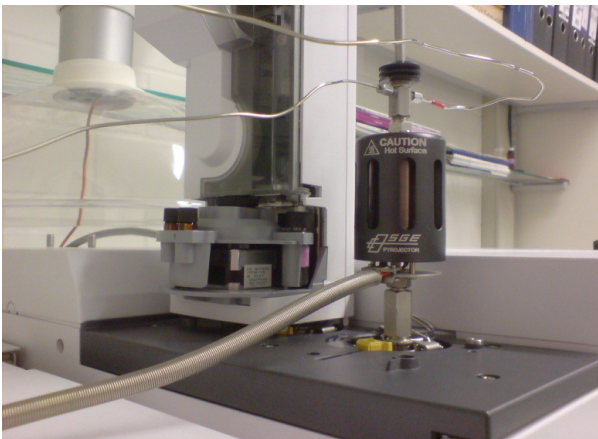


Abbildung 1: Ofen-Pyrolysator am Injektorblock des Gaschromatographen.

Ergebnisse

Abbildung 2 a zeigt das bei einer Pyrolysetemperatur von 700 °C in Heliumatmosphäre erhaltene Pyrogramm des LDPE Re-Granulats. Die Peaks im Pyrogramm bilden eine Reihe von Triplets der aliphatischen C₃ – C₃₃ Kohlenwasserstoffe (n-Alkadien, n-Alken, n-Alkan) mit ansteigender Anzahl (n + 1) der Kohlenstoffatome im Molekül, die charakteristisch für die Pyrolyse des Polyethylens sind. Die im Pyrolysat der Probe (Abbildung 2 b) identifizierten Substanzen, wie Benzol (Retentionszeit RT = 8.77 min) und Styrol (RT = 12.39 min) weisen auf die Verunreinigung des LDPE Re-Granulats mit Polystyrol (PS) hin. Das detektierte 2,4-Dimethyl-1-hepten (RT = 11.12 min) wurde dem Polypropylen (PP) zugeordnet. Die in den Pyrolyseprodukten identifizierten Fettsäuren Palmitinsäure (RT = 31.27 min) und Oleinsäure (RT = 33.99 min) weisen auf die Verunreinigung des LDPE Re-Granulats mit pflanzlichen Fetten hin.

Zusammenfassung

Die Pyrolyse-GC/MS erweist sich als eine hochempfindliche, ohne aufwendige Probenvorbereitung und rasch durchführbare Analysenmethode zur Überprüfung von Verunreinigungen und Rückständen in Kunststoffrecyclaten. Im vorliegenden Fall konnten Reste von Polystyrol, Polypropylen und Fetten in einem Polyethylen-Recyclat, die auf Rückstände im verwendeten Ausgangsmaterial selbst oder auf Verschleppungen aus dem Aufbereitungsverfahren hinweisen, sicher nachgewiesen werden.

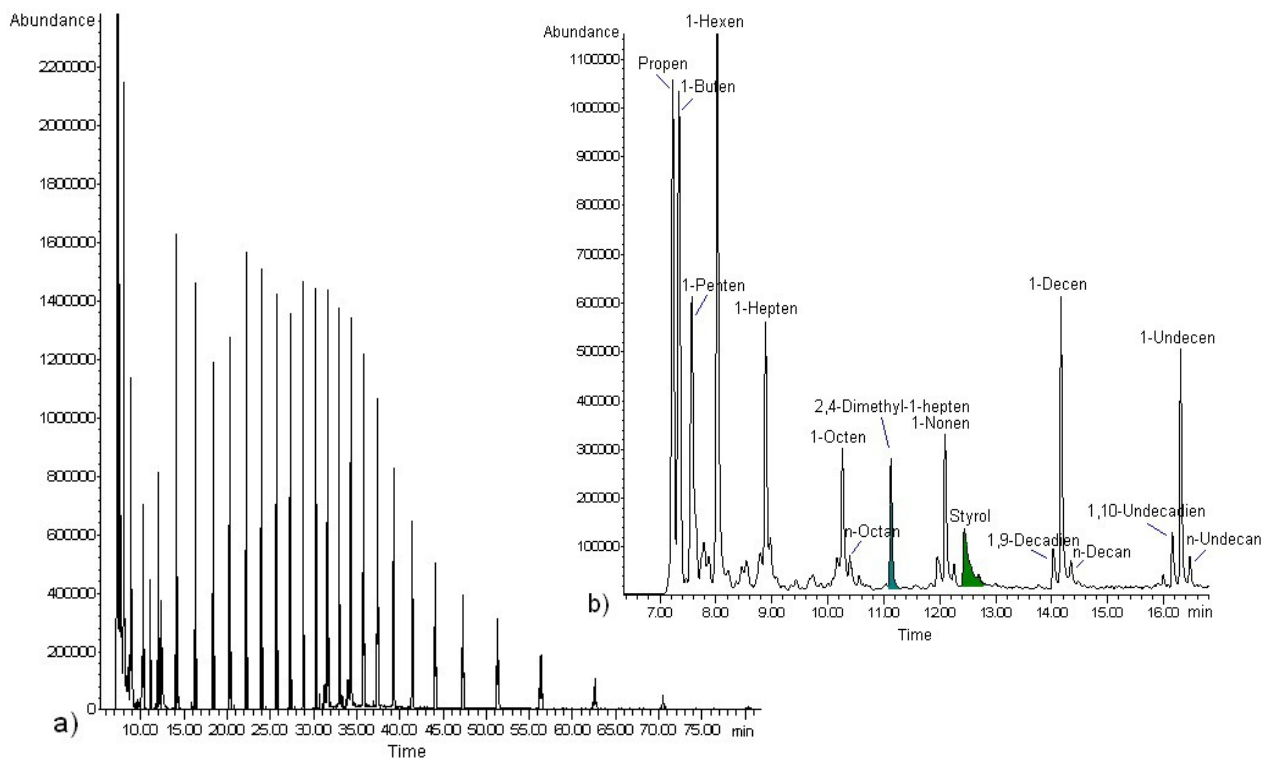


Abbildung 2 a) Vollständiges Pyrolyse-GC/MS Chromatogramm des LDPE Re-Granulats bei 700 °C.
 2 b) vergrößertem Ausschnitt oben rechts: 6.4 – 16.8 min.