

Identifizierung von Verpackungskunststoffen mittels Pyrolyse und Headspace-Festphasenmikroextraktion in Kombination mit der Gaschromatographie/Massenspektrometrie

Peter Kusch, Gerd Knupp

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

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

Einleitung

Die analytische Pyrolyse ist eine universell einsetzbare Messtechnik zur Untersuchung von hochmolekularen organischen Verbindungen. Bei der Pyrolyse der hochmolekularen organischen Verbindungen entstehen durch thermische Zersetzung bei 500-1400°C in einem Inertgasstrom niedermolekulare Verbindungen. Diese niedermolekularen Pyrolyse-Produkte werden dann den herkömmlichen Analyseverfahren wie GC-FID, GC/MS oder GC/FTIR unterworfen, die Rückschlüsse auf chemische Zusammensetzung und Struktur der Ausgangsstoffe erlauben. Die Festphasenmikroextraktion (SPME) ist eine lösungsmittelfreie Mikroextraktionstechnik. Im Headspace-Modus (HS) wurde SPME in den letzten Jahren für die Bestimmung von Restmonomeren und gesundheitsgefährdenden, leichtflüchtigen organischen Verbindungen (VOCs) in Kunststoffen verwendet.

Experimenteller Teil

Kunststoffproben:

-farblose Verpackungsfolie und weiß-gelber Verpackungsschaum

Apparatur und Materialien:

- Pyrolysator Pyrojector II (SGE)
- GC/MS Trace 2000/Voyager (Thermo), EI 70 eV
- Kapillarsäule Elite-5ms, 60 m, 0.25 mm, 0.25 µm
- SPME Injektor mit 50/30 µm DVB/PDMS Faser

Analytische Bedingungen:

- Pyrolyse: Probe 100 µg, Temperatur 700 °C, He 95 kPa
- HS SPME: Probe 50 mg, Adsorption bei 60 °C, 15 min

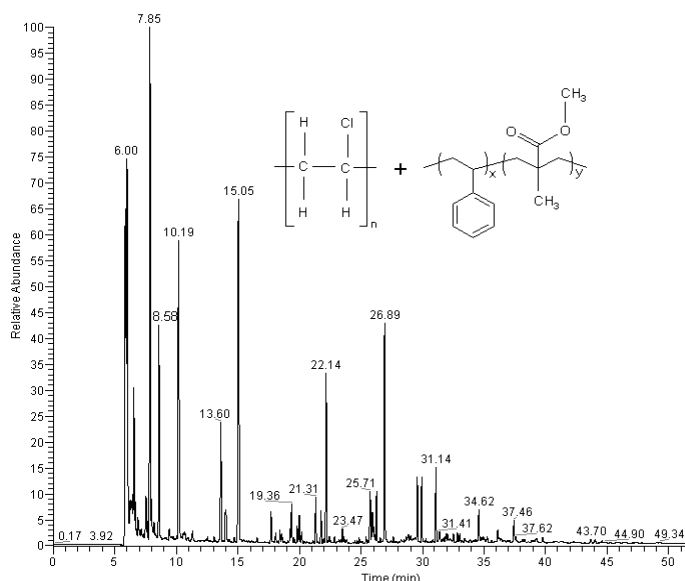


Abbildung 1: Py-GC/MS Pyrogramm der bei 700 °C pyrolysierten Verpackungsfolie, identifiziert als Gemisch von Polyvinylchlorid (PVC) und Poly(styrol-co-methylmethacrylat).

Ergebnisse

Anhand der Pyrolyseprodukte Chlorwasserstoff (5.89 min), Benzol (7.85 min), Methylmethacrylat (8.58 min), Toluol (10.19 min), Styrol (15.05 min), Inden (22.14 min) und Naphthalin (26.89 min) wurde die untersuchte Verpackungsfolie als Gemisch aus Polyvinylchlorid (PVC) und dem Copolymer Poly(styrol-co-methylmethacrylat) identifiziert (Abbildung 1).

Mit Hilfe der identifizierten Pyrolyseprodukte Propylen (5.84 min), Aceton (6.29 min), Anilin (19.42 min), 4-Methylanilin (22.57 min), 2-Aminodiphenylmethan (35.02 min), 3,3'-Diaminodiphenylmethan (38.87 min) und 4,4'-Diaminodiphenylmethan (39.84 min) wurde der untersuchte Verpackungsschaum als Polyurethan aus Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (MDI) und einem Polyetherpolyol identifiziert (Abbildung 2). Eine eindeutige Identifizierung des bei der Polyurethan-Herstellung verwendeten Polyetherpolyols wurde erst nach der durchgeführten HS-SPME-GC/MS Analyse möglich. Die im Dampfraum oberhalb des Verpackungsschaums detektierten Inhaltsstoffe wie Tripropylenglykol (10.15 min) und Tripropylenglykol-monomethyl-ether (9.91 min) wurden bei der Polyaddition des untersuchten Polyurethans verwendet.

Das im Dampfraum der Probe identifizierte 2,6-Bis-(1,1-dimethylethyl)-4-(1-oxopropyl)-phenol (14.55 min) wurde dem Polyurethan-Schaum als Antioxidant zugesetzt (Abbildung 3).

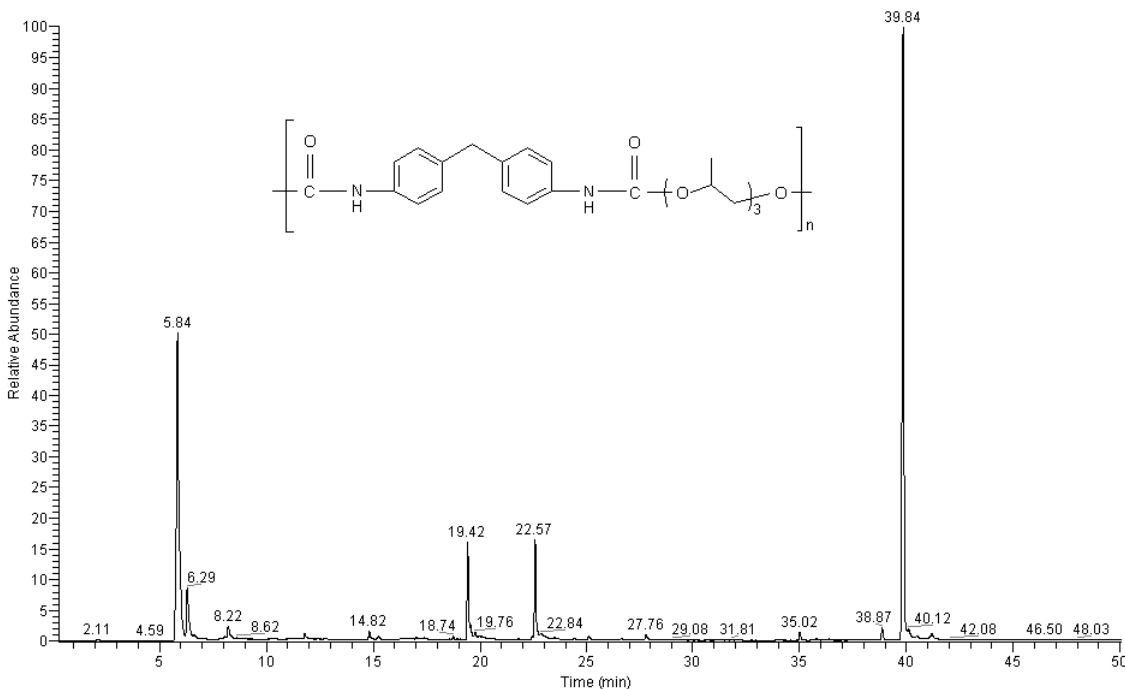


Abbildung 2: Py-GC/MS Pyrogramm des bei 700 °C pyrolysierten Verpackungsschaums, identifiziert als Polyurethan aus Diphenylmethan-4,4'-diisocyanat (MDI) und Tripropylenglykol.

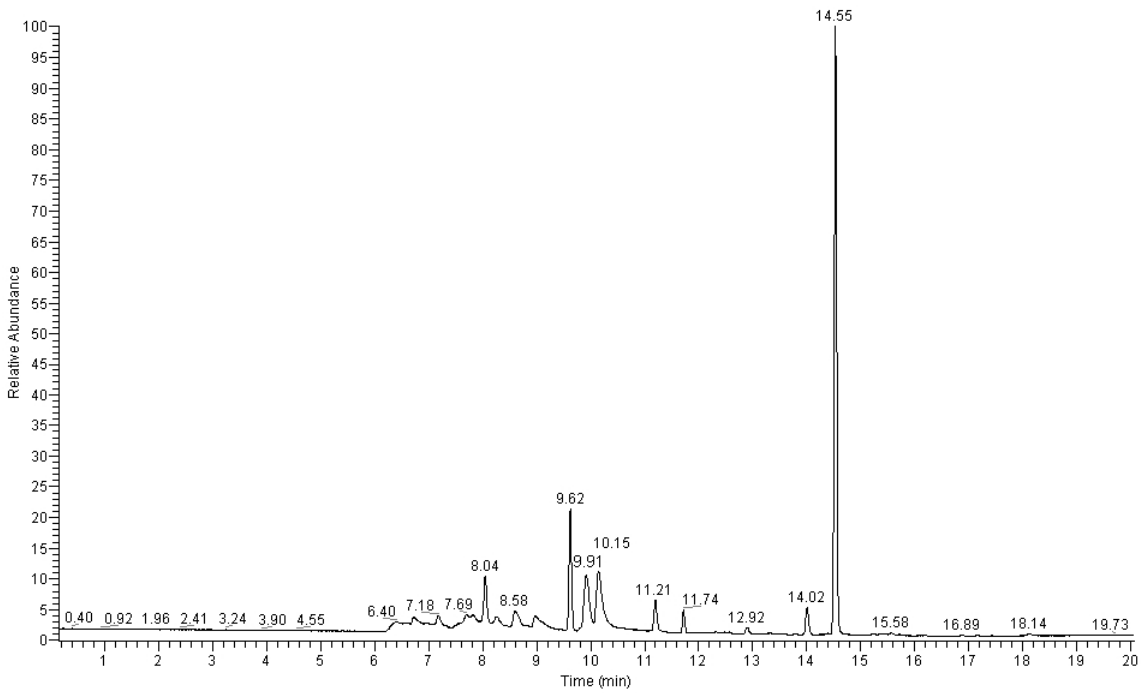


Abbildung 3: HS-SPME Chromatogramm des Dampfraums oberhalb des Verpackungsschaums.

Literatur

[1] P. Kusch, G. Knupp, LC•GC AdS, Juni 2007, 28-34.

<http://www.nxtbook.com/nxtbooks/advanstaruk/lcgc-ads0607/index.php>