

## Attraktive Unterschiede ...

### Vergleichende Emissionsanalysen von Defekten in Polymeren

<sup>1</sup>Franky Puype und <sup>1</sup>Jiri Samsoněk, <sup>2</sup>Hans-Ulrich Baier

<sup>1</sup>Institute for Testing and Certification, Zlin, Tschechische Republik, <sup>2</sup>Shimadzu Europa GmbH

Polymere sind allgegenwärtig und im täglichen Leben unverzichtbar. Obwohl sie meistens von hoher Qualität sind, können doch Mängel auftreten. In der Regel ist die Ursache unbekannt, so dass chemische Analysen durchgeführt werden müssen. Ausgasungen, Farbstiche, Brüche, Beschlägen, Anlaufen und Verunreinigungen lassen sich einfach feststellen, sofern eine Referenzprobe vorhanden ist. Diese so genannte vergleichende Methode wird in der wissenschaftlichen Gemeinschaft allgemein anerkannt.

Ziel von Mängelanalysen ist es nicht, „Nieten“ auszusortieren, sondern unerwartete Faktoren vorauszusagen sowie zu neuen Ansätzen und Vermeidungsstrategien zu kommen. Wirtschaftlich betrachtet, kann die Mängelanalyse Herstellern viele Unannehmlichkeiten ersparen und ihren Kunden während der Gewährleistungsdauer helfen.

#### TD-20 exzellent für Polymeranalysen

Aus analytischer Sicht genügt es, eine Polymermatrix auf nichtgebundene Moleküle zu überprüfen, um die Ursache für den Defekt zu finden. Die direkte thermische Extraktion flüchtiger und halbflüchtiger Bestandteile des Polymers mit Hilfe des TD-20 bietet den großen Vorteil, dass sie schnell durchführbar ist und nahezu ohne Probenvorbereitung auskommt. Ein Stück Polymer wird in ein Glasrohr gesteckt, das auf beiden Seiten mit Glaswolle verschlossen wird.

#### Kühlung – Probennahme – Desorbieren – und los geht's!

Der Thermodesorber TD-20 hat ein programmierbares hitzefestes Ventil mit sechs Anschlüssen, das an eine mit TENAX TA gefüllte Kühlfalle angeschlossen ist. Vor und während der Probennahme wird diese Falle auf 50 °C unterhalb der Umgebungstemperatur gekühlt, um eine große Anzahl von Analyten aufkonzentrieren zu können.

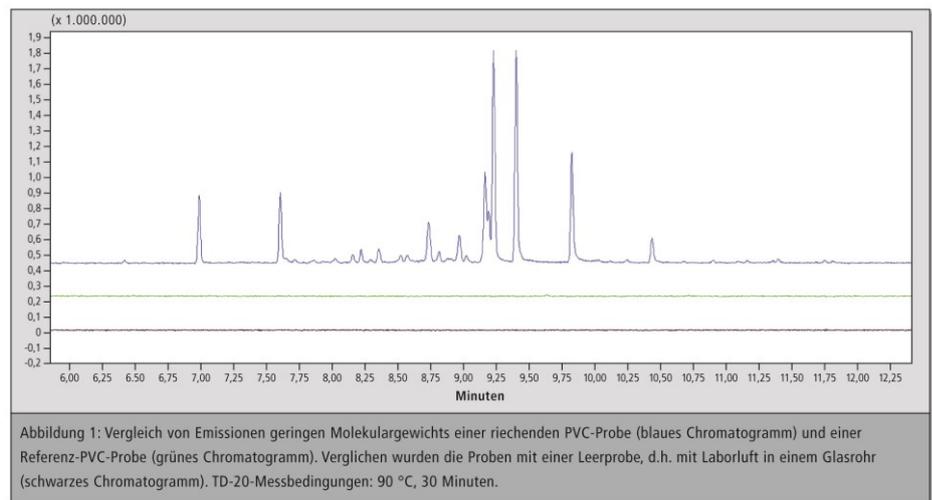


Abbildung 1: Vergleich von Emissionen geringen Molekulargewichts einer riechenden PVC-Probe (blaues Chromatogramm) und einer Referenz-PVC-Probe (grünes Chromatogramm). Verglichen wurden die Proben mit einer Leerprobe, d.h. mit Laborluft in einem Glasrohr (schwarzes Chromatogramm). TD-20-Messbedingungen: 90 °C, 30 Minuten.

Während der Probennahme wird das Polymer im Glasrohr erhitzt, und im Temperaturbereich zwischen Umgebungstemperatur und 280 °C können sich Emissionen entwickeln. Der breite Temperaturbereich ist für die Bewertung von Mängeln wie Geruchsbildung oder hochmolekularen Verunreinigungen hilfreich.

Nach der Probennahme wird die mit TENAX TA gefüllte Falle schnell auf ihre Maximaltemperatur erhitzt und die interessierenden Analyte werden re-desorbiert und in die Analysensäule übertragen.

Danach wird das angeschlossene GCMS nach Signal vom TD-20 gestartet.



TD-20 mit GCMS-QP2010 Ultra

#### Bewertung von Gerüchen

Im folgenden Beispiel ist ein Profil flüchtiger Inhaltsstoffe von PVC-Proben dargestellt, die wegen ihres Geruchs bemängelt wurden (Abbildung 1). Durch vergleichende Analysen wurde in der riechenden Probe eine Mischung freier aliphatischer Alkohole festgestellt, die zum Weichmacher Diisononylphthalat verestern sollten. Die nicht veresterten Bestandteile riefen aufgrund ihrer Flüchtigkeit einen typischen Geruch hervor.

#### Gummi im Test

Der TD-20 ist vielseitig. Seine Software ist leicht zu bedienen, er erlaubt äußerst empfindliche Analysen und ist somit für zahlreiche Anwendungsbereiche geeignet und hat eine sehr gute Reproduzierbarkeit selbst bei schwierigen Matrices.

Mithilfe eines Emissionsprofils lassen sich viele neue Informationen über die Unterschiede zwischen Chargen erhalten. Abbildung 2 vergleicht Chromatogramme von mangelhaftem Gummi mit unzureichenden physikalischen Eigenschaften sowie von einem Referenzgummi mit Qualitätsmerkmalen.

Beide Chromatogramme zeigen Emissionen von Kohlenwasserstoffen und üblichen Gummiadditiven. Ein schneller Vergleich der Peaks macht deutlich, dass das mangelhafte Gummi Nonylphenol enthält, das in der Referenzprobe nicht vorhanden ist. Nonylphenol ist ein alkylierter phenolischer Weichmacher mit vielen Isomeren. Die Anwesenheit von Nonylphenol, in diesem Fall als Verunreinigung, hat einen starken Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften von Gummimaterial.

