



Application Note AN-NIR-124

Bestimmung des Polyethylen-Gehalts in Polypropylen-Granulat mittels NIRS

Schnelle Analyse von recycelten Polyolefinen

Neben Polyethylen (PE) ist Polypropylen (PP) der weltweit am häufigsten verwendete Kunststoff. Das Recycling dieser Polyolefine ist problematisch, da es schwierig ist, Polyethylen von Polypropylen durch Sinkflotation zu trennen. Ein steigender PE-Gehalt in PP führt zu einer schlechten Grenzflächenhaftung, was sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften des fertigen Formteils auswirken kann.

In dieser Application Note wird eine effiziente Methode zur Bestimmung der Polyolefin-

Zusammensetzung auf der Grundlage der Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) vorgestellt. Der Hauptvorteil ist die kurze Zeit bis zum Ergebnis. Verglichen mit der zeitaufwändigen Standardmethode (z.B. Differential Scanning Calorimetry oder DSC) ist die Analyse des Polyethylenanteils in Polypropylen mittels Nahinfrarotspektroskopie in nur wenigen Sekunden durchgeführt.

EXPERIMENTELLE AUSRÜSTUNG

Verschiedene Polymermischungen ($n = 54$) mit unterschiedlichen Polyethylengehalten von 0,5-35 % wurden in einem Compounder hergestellt. Der Polyethylengehalt wurde durch Wiegen bestimmt, bevor die Polymermischungen hergestellt wurden. Alle Messungen mit dem OMNIS NIR Analyzer Solid (**Abbildung 1**) wurden im Rotationsverfahren durchgeführt, wobei ein großer Probenbecher zur Mittelung der Teilprobenspektren verwendet wurde. Dieser Probenaufbau reduziert den Einfluss der Partikelgrößenverteilung der Polymerpartikel.



Abbildung 1. OMNIS NIR Analyzer Solid.

Tabelle 1. Übersicht über die Hardware- und Softwareausstattung.

Ausstattung	Metrohm Artikelnummer
OMNIS NIR Analyzer Solid	2.1071.0010
Großer Halter OMNIS NIR, 100 mm	6.07402.100
Große Schale OMNIS NIR, 100 mm	6.07402.110
OMNIS Stand-Alone-Lizenz	6.6072.208
Quant Development Software-Lizenz	6.06008.002

ERGEBNIS

Die erhaltenen NIR-Spektren (**Abbildung 2**) wurden verwendet, um Vorhersagemodelle für zwei verschiedene Polyethylen-Gehaltsbereiche zu erstellen. Das erste Korrelationsdiagramm (**Abbildung 3**) zeigt die Beziehung zwischen der NIR-Vorhersage und den Referenzwerten im Bereich von 0,5-35,0 %

PE-Gehalt. **Abbildung 4** zeigt die Korrelation im Bereich des Polyethylengehalts von 0,5-9,0 %. Die jeweiligen Leistungszahlen (FOM) zeigen, dass durch die Auswahl eines kleineren Bereichs der absolute Fehler im Vergleich zur Verwendung des gesamten PE-Bereichs geringer sein kann.

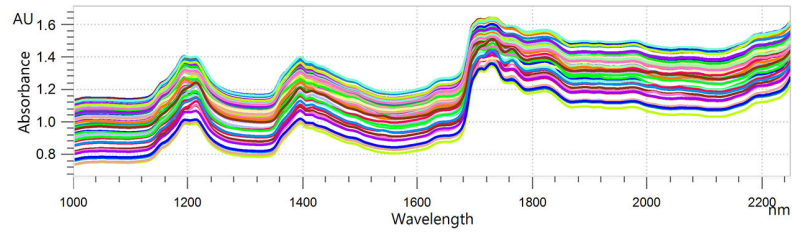


Abbildung 2. NIR-Spektren von verschiedenen Polymermischungen mit unterschiedlichem Polyethylengehalt. Die Daten wurden mit einem OMNIS NIR Analyzer Solid erfasst.

ERGEBNIS PE-GEHALT: 0.5-35.0%

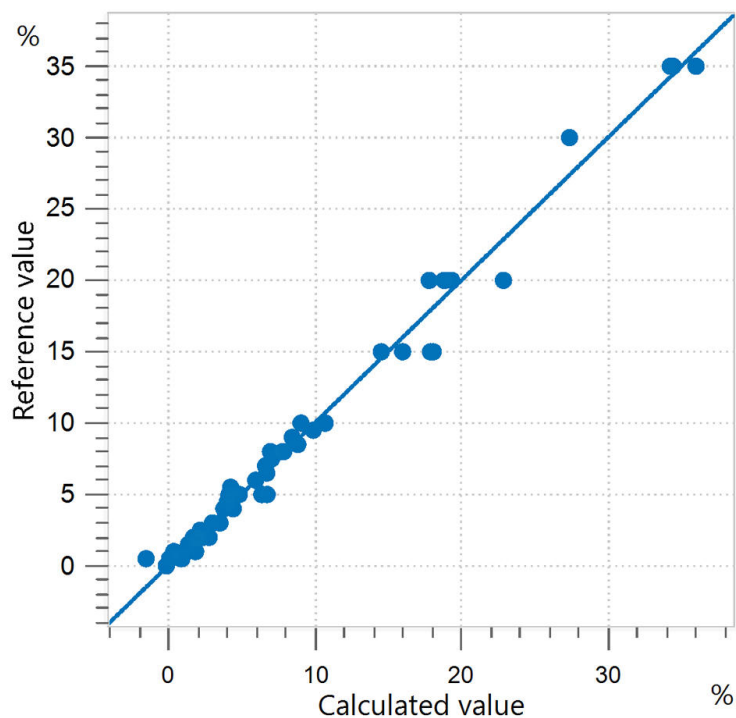


Abbildung 3. Korrelationsdiagramm und die entsprechenden FOMs für die Vorhersage des Polyethylengehalts im Bereich von 0,5-35,0%. Polyethylengehalts im Bereich von 0,5-35,0%.

SEC (%)	SECV (%)	R ² CV
0,94	1,10	0,987

ERGEBNIS PE-GEHALT: 0.5-9.0%



Abbildung 4. Korrelationsdiagramm und die entsprechenden FOMs für die Vorhersage des Polyethylengehalts im Bereich von 0,5-9,0 %.

SEC (%)	SECV (%)	R ² CV
0,51	0,60	0,950

FAZIT

Diese Application Note zeigt die Funktionalität der NIR-Spektroskopie für die Analyse von Polyolefinen. Der Nachweis von PE-Konzentrationen unter 5 % mit der Standard-Differential-Scanning-Kalorimetrie (DSC)-Methode kann schwierig und zeitaufwendig

sein. Im Vergleich zu DSC-Messungen (**Tabelle 2**) spart die Nahinfrarotanalyse viel Zeit: eine Probenmessung wird in wenigen Sekunden durchgeführt. Neben dem PE-Gehalt können mit NIRS auch physikalische Parameter wie die Dichte bestimmt werden.

Tabelle 2. Übersicht über die Zeit bis zum Ergebnis für den Parameter Polyethylengehalt.

Parameter	Methode	Zeit bis zum Ergebnis
PE-Gehalt	Differential-Scanning-Kalorimetrie	60 min pro Probe

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS NIR Analyzer Solid

Nahinfrarot-Spektrometer für feste und viskose Proben.

Der OMNIS NIR Analyzer ist die nach Schweizer Qualitätsstandards entwickelte und produzierte Nahinfrarot-Spektroskopie (NIRS) Lösung für die Routineanalytik entlang der gesamten Produktionskette. Die Nutzung neuester Technologien und die Einbindung in die moderne OMNIS Software spiegeln sich in der Geschwindigkeit, der Bedienbarkeit und dem flexiblen Einsatz dieser NIR-Spektrometer wider.

Die Vorteile des OMNIS NIR Analyzer Solid im Überblick:

- Messungen von Feststoffen und viskosen Proben in weniger als 10 Sekunden
- Automatisierte Mehrpositionenmessungen für reproduzierbare Ergebnisse auch bei inhomogenen Proben
- Einfache Einbindung in ein Automationssystem oder Verknüpfung mit weiteren Analysetechnologien (Titration)
- Unterstützung zahlreicher Probengefässe.



Grosser Halter OMNIS NIR, 100 mm

Grosser Halter für Grosses Probengefäss OMNIS NIR, 100 mm (6.07402.110).

Erlaubt eindeutige Positionierung des Probengefässes und die Rotation des Probengefässes.