

FTIR-Anwendungen

Polymeranalytik mit Fourier-Transform-
Infrarotspektroskopie (FTIR)



Die FTIR-Spektroskopie bietet eine große Bandbreite an analytischen Möglichkeiten

Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (FTIR) ist eine leistungsfähige und bewährte analytische Methode, die fundiert Einsichten in eine große Bandbreite an Proben ermöglicht.

Auch wenn FTIR eine etablierte Technologie ist, bieten neue Fortschritte im Bereich des FTIR-Probenzubehörs eine noch größere Flexibilität. Die Polymeranalyse ist eine der Anwendungen, bei der Probenzubehör Möglichkeiten für schnelle und einfache qualitative und quantitative Analysen bietet.



Vereinfachen Sie die Polymeranalytik mit dem Cary 630 FTIR-Spektrometer

Bei der Charakterisierung von Polymeren mit FTIR werden unterschiedlichste Analysen eingesetzt, darunter:

- Untersuchung der Oberflächenmodifizierung und -funktionalisierung.
- Untersuchung der Reaktionskinetik und von thermischen Effekten.
- Überwachung der Konzentrationen von Additiven, Comonomergehalt, Verzweigung und Taktizität.

Das Agilent Cary 630 FTIR-Tisch-Spektrometer ist ein kompaktes Gerät für schnelle quantitative und qualitative Analysen. Das Cary 630 weist ein modulares Design auf, mit welchem Probenzubehör für eine große Bandbreite an Proben und Anwendungen in Sekundenschnelle ausgetauscht werden können. Dadurch ist das Cary 630 ideal für die Polymeranalytik in der Polymerentwicklung und -forschung und im Qualitätssicherungslabor geeignet.

FTIR-Applikationen zur Polymeranalyse

Additive in Polyethylen und Polypropylen

Polymermaterialien enthalten Beimischungen verschiedener Additive, durch die sich die Polymereigenschaften verändern lassen. Spezifische Additive und ihre Konzentrationen in Polymermischungen sind wichtig, wenn die Eigenschaften des Polymers verändert werden sollen. Eine sorgfältige Analyse ist erforderlich, um sicherzustellen, dass die Additive und deren Konzentrationen sich für den Verwendungszweck eignen.

Irganox 3114, Irganox 1010 und andere Additive werden oft als Antioxidantien eingesetzt, um den Abbau organischer Polymere (z. B. Polypropylen-Homopolymer-Formulierungen) durch Licht, Hitze und Sauerstoff zu verhindern.

Mit dem Cary 630 FTIR kann der Gehalt von Additiven direkt in Polymer-Dünnschichten gemessen werden. Die Möglichkeiten des DialPath- und Tumbler-Probensatzes zur Probenerfassung bieten eine einfache, schnelle und reproduzierbare Technik zur Erfassung und Messung Ihrer Probe.

Eine schrittweise methodengesteuerte Software mit farbkodierten Ergebnissen führt Sie durch Ihre Analyse. Diese Designkomponenten stellen sicher, dass Ihre Proben mit minimalem Aufwand und höchster Präzision gemessen werden.



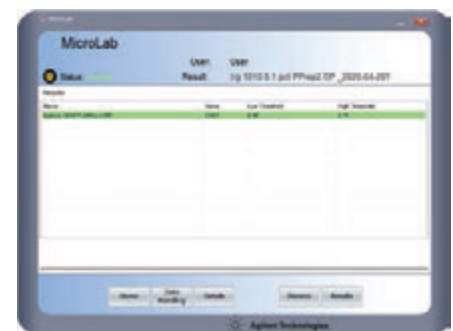
Die Agilent DialPath Probenerfassungstechnik vereinfacht die Analyse von Polymer-Coupons und Filmproben. Das DialPath-Zubehör ist der silberne Aufsatz oben am Gerät. Es ermöglicht Transmissionsmessungen bei festgelegter Schichtdicke.

Folgende Application Notes stehen zum Download bereit

[Determination of Irganox 3114 in polypropylene by infrared spectroscopy](#)

[Determination of Irganox 1010 in polyethylene by infrared spectroscopy](#)

[Determination of Irganox 1010 in polypropylene by infrared spectroscopy](#)



Die MicroLab-Software berechnet die Ergebnisse und stellt sie in einem farbkodierten Format dar. Der Bildschirm zeigt die Analyse von 0,16 Gew. % Irganox 1010 in einer Polyethylenprobe. Die grüne Farbkodierung zeigt an, dass die Probe sich innerhalb eines vordefinierten Bereichs befindet.

Bestimmungen von Copolymer-Mischungen: Polyethylen(PE)-zu-Polypropylen(PP)-Verhältnis

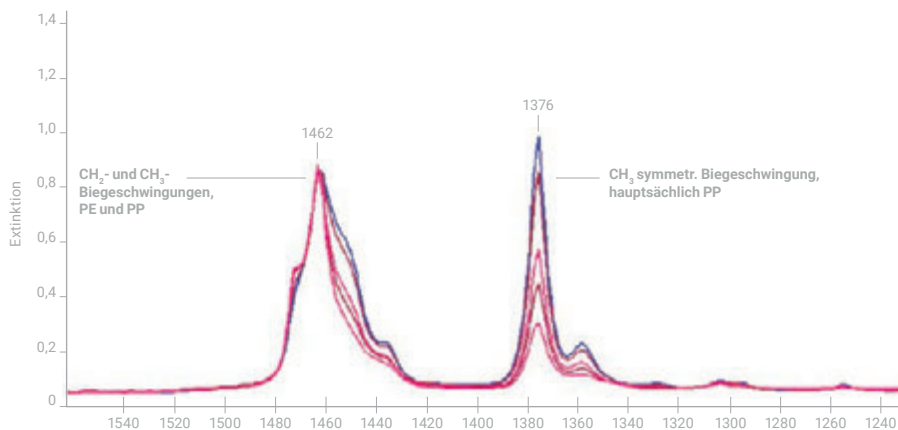
Aufgrund seiner geringen Kosten und flexiblen physikalischen Eigenschaften ist Polyethylen (PE) die häufigste Gruppe thermoplastischer Polymere. PE wird mit Polypropylen (PP) vermischt, um physikalische Eigenschaften wie die Leistung unter Einfluss niedriger Temperaturen zu verbessern. Die Zusammensetzung dieser Mischungen beeinflusst die Leistung. Die korrekte Mischung der reinen Homopolymere kann die Notwendigkeit der teuren Synthese neuer Block-Copolymere überflüssig machen. Die Kenntnis der Zusammensetzung dieser Mischungen spielt auch beim Recycling und der Rückgewinnung von Polyolefinen aus Abfällen eine wichtige Rolle.

Traditionell werden Konzentrationen von 35 bis 85 % in PE/PP-Mischungen mit einer Gussfilmtechnik und einer in ASTM D3900-05a empfohlenen Methode bestimmt. Gemäß dieser Methode werden FTIR-Standard-Transmissionsmessungen an Polymerfilmen durchgeführt, die auf KBr-Salzplatten gegossen werden. Bei dieser Technik müssen die Copolymere gelöst und als Film auf eine KBr-Disk aufgesprüht werden. Dieses Verfahren ist zeitaufwändig und erfordert eine gewisse Fertigkeit, was das Risiko erhöht, möglicherweise falsche oder inkonsistente Ergebnisse zu erhalten.

Mit dem Cary 630 FTIR kann das PE:PP-Verhältnis in Mischungen mithilfe des DialPath-Transmissionszubehörs schnell bestimmt werden. Diese Technik ermöglicht es, die Copolymer-Proben direkt als Film zu messen. Das Polymer kann problemlos neu ausgerichtet werden, sodass Messungen in unterschiedlichen Positionen auf der Probe möglich sind.

Diese neue Methode ergab die gleiche hervorragende Kalibrierung und einen identischen Wert für den Korrelationskoeffizienten (R^2) wie die herkömmliche Methode mithilfe der Sprayablagerung auf einer KBr-Zelle.

Die PE:PP-Kalibrierung kann in eine MicroLab-Methode für den Routineeinsatz auf dem Cary 630 FTIR implementiert werden. Durch die Kalibrierung kann das Polymerverhältnis von unbekanntenen Proben sofort berechnet und angezeigt werden.



Überlagerte aliphatische Biegeschwingungsregion der FTIR-Kalibrierungsspektren von PE/PP-Mischungen. Die quantitative Methode für den prozentualen PE-Gehalt verwendet das Verhältnis der Methylbande bei 1376 cm⁻¹ (hauptsächlich PP) zur Bande bei 1462 cm⁻¹ (Methyl- und Methylen-Biegung). Mithilfe des Peakverhältnisses wird das PE-zu-PP-Verhältnis im Copolymer bestimmt.

Application Note zum Download

[Determination of percent polyethylene in polyethylene/polypropylene blends comparing to cast film FTIR techniques](#)

Bestimmungen von Copolymer-Mischungen

Styrolkonzentration in Styrol-Butadien-Kautschuk-Polymer (SBR)

SBR ist das häufigste synthetische Kautschukmaterial und wird hauptsächlich bei der Herstellung von Reifen eingesetzt. Die Eigenschaften von SBR-Kautschuk können durch Änderung des Styrol-zu-Butadien-Monomerverhältnisses im Herstellungsprozess verändert werden. Bei höherer Styrolkonzentration wird das Material härter, es ist dann jedoch weniger elastisch. Für die meisten Applikationen im Hochleistungsbereich, z. B. Rennwagenreifen oder spezielle militärische Anwendungen, ist ein konsistentes SBR-Produkt erforderlich. Aufgrund dieser Anforderung ist eine umfassende Qualitätssicherung und -kontrolle durch die Hersteller erforderlich.

Ein Cary 630 FTIR mit einem Diamant-Probenerfassungsmodul für abgeschwächte Totalreflexion (ATR) kann beide SBR-Copolymere messen. Diese Methode verfügt über hochlineare Kalibrierungen mit hervorragender quantitativer Genauigkeit und Reproduzierbarkeit.



Das Agilent Cary 630 FTIR-Spektrometer ist mit einem Diamant-Einzelreflektions-Probenerfassungsmodul für abgeschwächte Totalreflexion (ATR) ausgestattet. Es kann für Analysen von SBR und Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren (EVAC) verwendet werden.

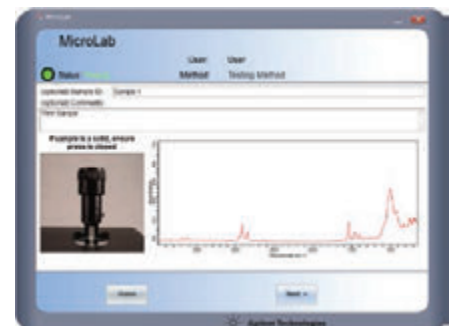
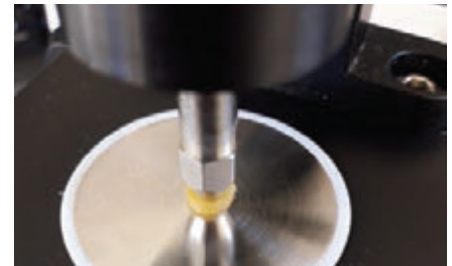
Polyethylen-Vinylacetat-Verhältnis in Ethylen-Vinylacetat (EVAC)-Polymer

Ethylen-Vinylacetat-Copolymere (EVAC) sind in Alltagsprodukten weit verbreitet und werden für Haushaltsartikel, Sportgeräte, industrielle und medizinische Applikationen verwendet.

Ähnlich wie bei der SBR-Polymeranalyse können EVA-Copolymere mit einem Cary 630 FTIR mithilfe eines Diamant-Probenerfassungsmoduls für abgeschwächte Totalreflexion gemessen werden.

Application Note

[Styrene concentration in Styrene butadiene rubber polymer using FTIR \(ATR\) sampling](#)



Die Polymerprobe wird direkt auf das ATR-Probenerfassungsmodul platziert. Die Probenpresse sorgt für gleichförmigen, konstanten Druck und gewährleistet, dass qualitativ hochwertigen Spektren erzeugt werden. Die Software zur Echtzeitanalyse bietet eine sofortige Anzeige der spektralen Qualität.

Application Note

[Ratio of polyethylene to vinyl acetate in PEVA using FTIR attenuated total reflectance \(ATR\) sampling](#)

Bestimmungen von Copolymer-Mischungen

Vinylgehalt von Polyethylen-Harzen

Mithilfe der Chrom-Katalysator-Technologie hergestellte Polyethylen(PE)-Harze weisen am Ende jeder Polymerkette eine Vinylgruppe auf. Die Bestimmung der Anzahl von Vinylgruppen (C=C) in Polyethylen-Harzen mithilfe von Infrarotspektroskopie kann zur Untersuchung der Effektivität der Produktionsmethode eingesetzt werden. Diese Methode kann für Pulver, Presslinge oder für aus fertigen Teilen ausgeschnittene Stücke angewendet werden.

Application Note

[Determination of the vinyl content of polyethylene resins](#)



Mit dem Agilent Cary 630 FTIR kann die Zusammensetzung der Komponenten von Dünnschicht-Polymeren gemessen werden. Eine schrittweise methodengesteuerte Software mit farbigen, verwertbaren Ergebnissen führt Sie durch Ihre Analyse. Dieser Ansatz gewährleistet, dass Ihre Proben mit minimalem Aufwand und höchster Präzision gemessen werden.

Ethylen-Gehalt in statistischen Ethylen-Propylen-Copolymeren

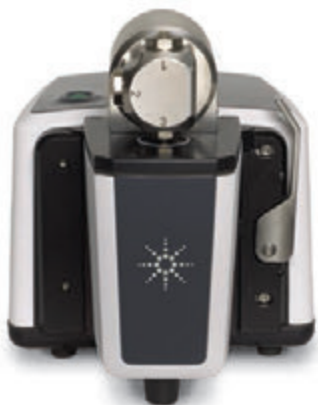
Mit dieser Methode kann der Ethylengehalt von Ethylen-Propylen-Copolymeren bestimmt werden.

Die Bestimmung ist spezifisch für Ethylen und kann nicht für die Quantifizierung anderer Comonomere angewendet werden.

Die Methode wurde über den statistischen Gehaltsbereich von 0,3 bis 3,5 % validiert. Es können Proben in Pulver- oder Presslingform verwendet werden. Das Diamant-ATR-Modul kann beide Formen problemlos handhaben.

Application Note

[Determination of percent ethylene in ethylene-propylene statistical copolymers](#)



Zur Messung von Polyethylen-Harzen wurde das Agilent Cary 630 FTIR-Spektrometer mit einem DialPath- oder Tumbler-Probenzubehör mit einer Schichtdicke von 1000 μm verwendet.



Es können auch gleichwertige FTIR-Spektrometer wie das hier gezeigte mobile oder tragbare Agilent FTIR der Serie 5500 oder 4500 verwendet werden.

Agilent CrossLab: Echte Erkenntnisse, echte Ergebnisse

Agilent CrossLab geht über die Geräte hinaus und bietet Ihnen Services, Verbrauchsmaterialien und laborweites Ressourcenmanagement. Damit kann Ihr Labor die Effizienz steigern, den Betrieb optimieren, die Betriebszeit der Geräte erhöhen, die Anwenderfähigkeiten verbessern und mehr.



Weitere Informationen:

www.agilent.com/chem/cary630

www.agilent.com/en/products/ftir/ftir-compact-portable-systems

Online-Store:

www.agilent.com/chem/store

Antworten auf technische Fragen und Zugriff auf Ressourcen finden Sie in der Agilent Community:

community.agilent.com

Deutschland

0800-603 1000

CustomerCare_Germany@agilent.com

Europa

info_agilent@agilent.com

Asien und Pazifik

inquiry_lsca@agilent.com

DE.8767476852

Änderungen vorbehalten.

© Agilent Technologies, Inc. 2020
Veröffentlicht in den USA, 20. Juli 2020
5994-2009DEE

