

Quantifizierung von Uvinul 5050 in verschiedenen Polyethylen- und Polypropylenformulierungen mittels GPC-UV

Meier Simon

Molecular Life Sciences, Chemie

BASF Schweiz AG, 4002 Basel

KURZZUSAMMENFASSUNG

Untersuchungen haben gezeigt, dass das oligomere Uvinul 5050, insbesondere der hochmolekulare Anteil, beim heissen Lösen in Toluol und anschliessenden Umfällen mit Methanol (Routinemethode) unvollständig aus dem Polymer extrahiert wird. Durch Screening verschiedener Umfällreagenzien konnte das Additiv schlussendlich mit THF quantitativ extrahiert werden. Diese Methode wurde validiert und ist für nichtorientierte PP- und PE-Muster anwendbar.

Bei hochorientierten PE-Proben, wie z. B. Tapes, konnte gezeigt werden, dass die Polymerkettenorganisation für eine vollständige Extraktion aufgehoben werden muss. Dies kann nur durch Erhitzen der Probe über den Schmelzpunkt erreicht werden. Hierfür wurde ein teilvalidiertes Verfahren entwickelt, bei welchem das Muster in Mesitylen heiss gelöst und anschliessend mit THF kalt umgefällt wird. Es ist für hochorientierte PE-Tapes mit min. 0.6% Uvinul 5050 gültig.

EINLEITUNG

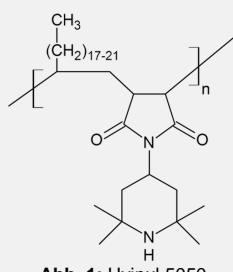


Abb. 1: Uvinul 5050

Uvinul 5050 (Abb. 1) ist ein hochmolekularer (≈ 4000 g/mol) Lichtstabilisator für Kunststoffe. Mit der Routinemethode von BASF (Lösen: Toluol, Umfällen: Methanol; nach Zweifel et al.) konnte das Additiv nicht vollständig extrahiert werden.

Für die Analyse muss das Oligomer durch heisses Lösen und anschliessendem kalten Umfällen aus dem Poly-

mer extrahiert werden. Nach dem Aufkonzentrierungsschritt am Rotationsverdampfer wird es mittels Gelpermeationschromatografie (GPC-UV) analysiert (Abb. 2). Dabei erfolgt eine Trennung aufgrund der Molekülgrösse, wodurch quantifiziert werden kann und die Kettenlängenverteilung ersichtlich wird.

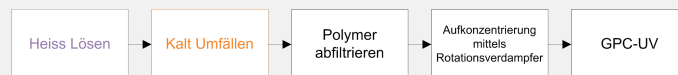


Abb. 2: Workflow Analyse Uvinul 5050

RESULTATE

Durch verschiedene Versuche konnte gezeigt werden, dass die Extraktionsausbeute vom Umfällreagenz (Abb. 4) und der Polymermatrix abhängig ist. Es muss zwischen orientierten (Tapes) und nichtorientierten Polymeren (Pulver, Pellets, Platten) unterschieden werden (Abb. 3). Tape ist mechanisch gestreckt, wodurch die Polymerketten parallel ausgerichtet werden. Dadurch wird die Mobilität des Polymers eingeschränkt, was auch die Extraktion erschwert.



Abb. 3: Tape weiss/Kunstrasen, Brabender kneading Platte, Pellets, Pulver (v.l.)

Deshalb muss während der Extraktion die Polymerkettenorientierung durch erhöhte Temperatur aufgelöst werden.

Entwickelte Verfahren

PE/PP nichtorientiert:

- Toluol, 110°C, 45 min

- 2 Äq. THF

min. Gehalt 0.06%

PE orientiert (Tapes):

- Mesitylen, 165°C, 60 min

- 2 Äq. THF

min. Gehalt 0.6%

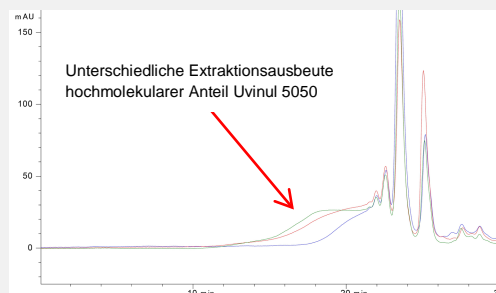


Abb. 4: GPC-Chromatogramm PE-Probe umgefällt mit Methanol (blau), Isopropanol (rot), THF (grün)

SCHLUSSFOLGERUNGEN

Der BASF Schweiz AG steht nun ein Verfahren zur Verfügung, um Uvinul 5050 in PE und PP zu quantifizieren. Weiter konnte im Rahmen der Bachelorarbeit gezeigt werden, dass orientierte Polymere das Additiv verankern und es nur durch Zerstörung der Kettenorientierung herausgelöst werden kann.

Damit Uvinul 5050 in orientierten PE-Mustern auch unter 0.6% Gehalt quantifiziert werden kann, sind weitere Versuche nötig mit dem Ziel, die orientierte Polymerstruktur vollständig aufzuheben. Zudem wäre es interessant zu wissen, wie sich die Methode auf andere Polymermatrizen übertragen lässt.

REFERENZEN

H. Zweifel, R. Maier, M. Schiller, *Plastics Additives Handbook*, 6. Auflage, Carl Hanser Verlag, 2009

Begleitdozent: Prof. Dr. Uwe Pieves, FHNW Muttenz
Experte: Dr. Reinhold Öhrlein, BASF Schweiz AG
Betreuerin: Dr. Emmanuelle Brendlé, BASF Schweiz AG