

Extrakt-Gehalt von Polyamiden

1	Problemstellung.....	1
2	Messmethoden.....	1
3	Vergleich unterschiedlicher Produkte	2

1 Problemstellung

Häufig wird die Frage nach dem Restmonomer- bzw. Extraktgehalt eines PA 6 gestellt.

Tatsächlich sind dies zwei verschiedene Fragen. Spricht man von Restmonomergehalt, so ist beim PA 6 ausschließlich das freie Caprolactam gemeint, während der Extraktgehalt alle extrahierbaren Bestandteile des Kunststoffes umfasst. Damit werden hier außer dem Caprolactam auch dessen Oligomere wie Dimere, Trimere, Tetramere usw. erfasst, darüber hinaus sogar noch eventuelle Additive.

Die Zahlenwerte hängen sehr stark vom gewählten Messverfahren ab. Das Wesentliche dabei ist die Art der Probenpräparation.

2 Messmethoden

Alle in der Praxis verwendeten Messverfahren trennen das Polymer von den niedermolekularen Anteilen, entweder durch Lösen der niedermolekularen Substanzen mittels eines Lösemittels aus dem Kunststoff oder durch Lösen der gesamten Probe und Ausfällen der hochmolekularen Anteile. Anschließend wird die Menge des Extraktes ermittelt und dann in Relation zur ursprünglichen Probenmenge gesetzt.

Die Unterschiede liegen in den Einzelheiten der Durchführung sowie in den Stoffen, die als Extrakt erfasst werden. So gibt es z. B. Unterschiede in den

- Proben (komplette Granulate oder gemahlenes Granulat; auch die Größe und Form der Partikel spielen eine Rolle)
- Lösemittel (Methanol, Wasser, ...)
- Temperatur und Dauer der Extraktion

- Temperatur, Druck und Dauer am Rotationsverdampfer
- Temperatur, Druck und Dauer der Vakuumtrocknung im Trockenschrank
- Analyse der Extraktmenge (z. B. Eindampfen der Lösung oder spektroskopische Methoden)

um nur einige zu nennen.

Alle diese und ggf. noch weitere Parameter müssten genannt werden, um die Zahlenwerte sinnvoll einschätzen zu können. So liefern entsprechend unterschiedliche Lösemittel oder unterschiedliche Partikelgrößen deutlich unterschiedliche Werte.

Zwar gibt es Normen, die diese Präparations- und Messverfahren einheitlich regeln, aber diese lassen oft einen Spielraum oder werden in der Praxis abweichend durchgeführt. Solche Abweichungen werden z. T. gar nicht benannt, allenfalls mit der Bemerkung "...in Anlehnung an ..." angedeutet.

Vielfach wird die Extraktion an kompletten Granulatkörnern durchgeführt. Das führt dazu, dass zwar die löslichen Bestandteile aus oberflächennahen Bereichen erfasst werden, die Anteile im Inneren des Granulates aber nicht. Diese verbleiben im Granulat und werden nicht mitgemessen.

Um das zu vermeiden, kann das Granulat zu einem definierten Pulver vermahlen werden. Damit werden auch die innen liegenden Bereiche eines Granulatkorns wesentlich besser erfasst. Auf diese Weise ist die Menge der extrahierten Substanzen deutlich größer. Diese Präparationsmethode ist in der EN ISO 6427 vorgeschrieben.

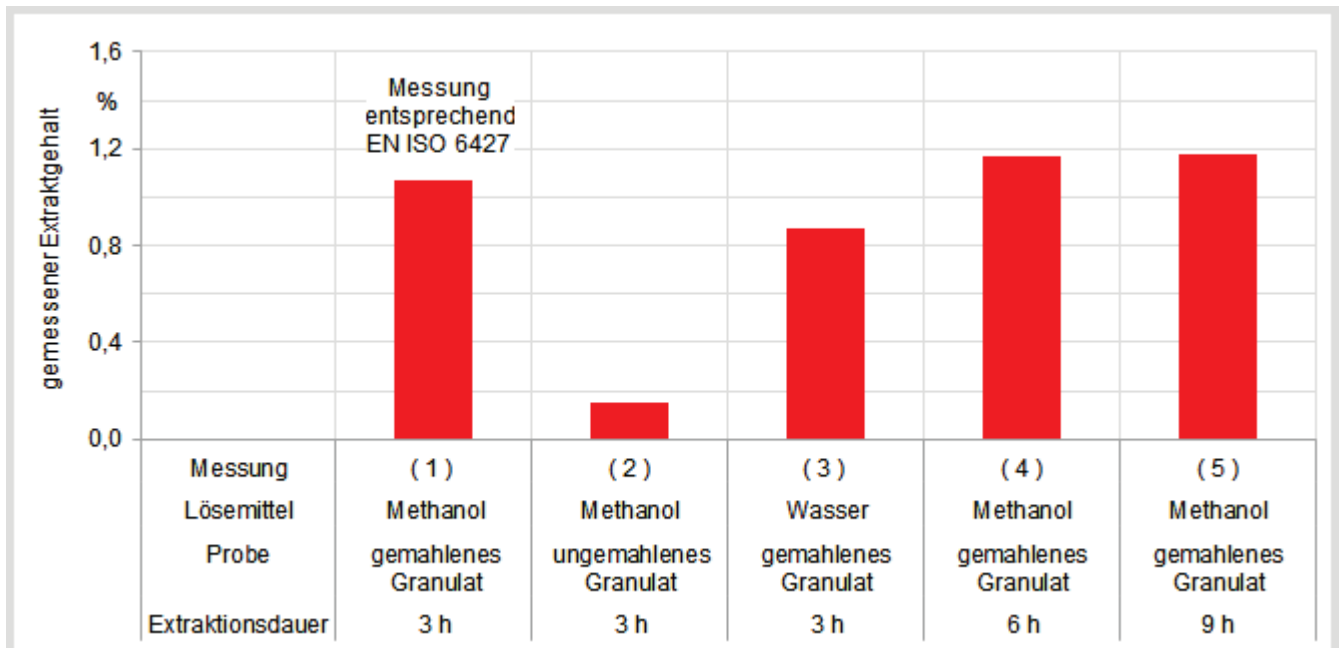


Bild 1 Extraktgehalt, Messergebnisse bei verschiedenen Methoden

In Bild 1 werden die Ergebnisse von Messungen an einer einheitlichen Granulatprobe jedoch mit unterschiedlichen Methoden miteinander verglichen:

Sehr deutlich fällt hier der Unterschied zwischen den Messergebnissen an gemahlenem (1) und ungemahlenem (2) Granulat ins Auge. Das Verhältnis der Messwerte von 1 : 7, wie es hier festgestellt wurde, kann aber auch deutlich anders ausfallen. Es hängt von einer Vielzahl Parametern ab, die hier nicht im Einzelnen diskutiert werden.

Auch die Wahl des Lösemittels beeinflusst das Messergebnis: Wasser ist in diesem Fall ein schlechteres Lösemittel für die Substanzen des Extraktes, daher sind die Messergebnisse, die mit Wasser (3) erzielt werden, etwas niedriger als die mit Methanol (1).

Nun darf man die Messergebnisse, die nach EN ISO 6427 erzielt werden, nicht als absolut richtige Antwort auf die Frage „nach dem Extraktgehalt“ verstehen, denn mit großer Sicherheit wird auch

durch diese Methode nicht der gesamte Gehalt an extrahierbaren Substanzen erfasst. Durch die Verlängerung der Extraktionsdauer – z. B. von 3 h, wie in der Norm vorgeschrieben, auf 6 h (4) – wird ein etwas höherer Extraktgehalt erfasst. Eine weitere Verlängerung auf 9 h kann dann allerdings keine noch bessere Extraktion zeigen (5). Andererseits aber bestätigt dies, dass kein Artefakt – etwa eine Rückspaltung des Polymeren zu niedermolekularen Stoffen – das Messergebnis verfälscht.

3 Vergleich unterschiedlicher Produkte

Das folgende Bild 2 zeigt anhand einiger Messungen nach EN ISO 6427 an unserem Durethan®, sowie an Produkten anderer Hersteller, welche Extraktgehalte tatsächlich in den Materialien gefunden werden.

Hier ist zu betonen, dass es sich bei den gezeigten Messwerten nicht um typische Werte handelt, sondern jeweils um das Ergebnis einer Einzelmessung.

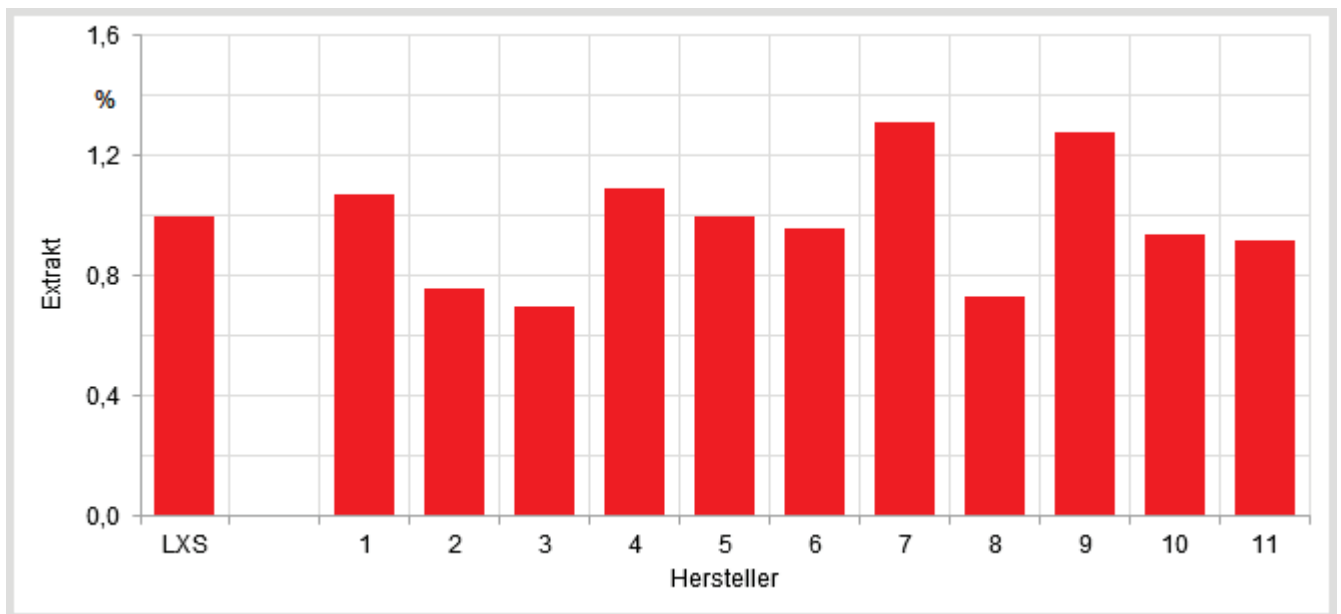


Bild 2 Extraktgehalt von Produkten verschiedener Hersteller, gemessen nach EN ISO 6427

Das Bild zeigt, dass der Extraktgehalt von LANXESS-Produkten vergleichbar mit dem von Produkten anderer Hersteller ist. Viele dieser Hersteller geben als maximalen Extraktgehalt einen Wert von 0,6 % an, ohne allerdings die Mess- und Präparationsmethode zu nennen. Teilweise werden ausdrücklich die ungemahlene Granulate als Prüfkörper genannt. Bemerkenswert ist, dass bei allen Proben ein Extraktgehalt nach EN ISO 6427 von mehr als diesen 0,6 % gefunden wurde.

Diese Ergebnisse betonen somit wiederum, dass die genaue Kenntnis der Messmethode wichtig für die Interpretation der Messwerte ist. Umgekehrt kann ein Vergleich von Messwerten ohne detaillierte Kenntnis der Methode keine sinnvolle Aussage liefern.

Für PA 6-Materialien, die nach dem heutigen Stand der Technik produziert wurden, erwarten wir Extraktgehalte nach EN ISO 6427 von mehr als 0,6 %. Kleinere Werte deuten dagegen auf die Verwendung anderer Parameter oder Methoden hin und sollten daher nicht für einen direkten quantitativen Vergleich mit nach dieser Norm gemessenen Werten herangezogen werden.

LANXESS misst die Extraktgehalte regelmäßig, um den Produktionsprozess zu überwachen und zu regeln. Die Extraktgehalte liegen typischerweise bei ca. 0,8 bis 1 %, gemessen nach EN ISO 6427, also am gemahlene Granulat (0,5 – 0,7 mm) und 3 Stunden mit Methanol extrahiert.

Die vorstehenden Informationen und unsere anwendungstechnische Beratung in Wort, Schrift und durch Versuche erfolgen nach bestem Wissen, gelten jedoch nur als unverbindliche Hinweise, auch in Bezug auf etwaige Schutzrechte Dritter. Die Beratung befreit Sie nicht von einer eigenen Prüfung unserer aktuellen Beratungshinweise – insbesondere unserer Sicherheitsdatenblätter und technischen Informationen – und unserer Produkte im Hinblick auf ihre Eignung für die beabsichtigten Verfahren und Zwecke. Anwendung, Verwendung und Verarbeitung unserer Produkte und der aufgrund unserer anwendungstechnischen Beratung von Ihnen hergestellten Produkte erfolgen außerhalb unserer Kontrollmöglichkeiten und liegen daher ausschließlich in Ihrem Verantwortungsbereich.

Bei Versuchsprodukten (Typbezeichnung beginnend TP) handelt es sich um Verkaufsprodukte im Versuchsstadium, deren Entwicklung noch nicht abgeschlossen ist. Endgültige Aussagen über Typkonformität, Verarbeitungsfähigkeit, Langzeiterprobung unter verschiedenen Bedingungen oder sonstige produktions- und anwendungstechnische Parameter können daher nicht gemacht werden. Eine endgültige Aussage über das Produktverhalten bei Einsatz und Verarbeitung kann nicht getroffen werden. Jegliche Verwendung des Versuchsprodukts erfolgt außerhalb unserer Verantwortung. Die Vermarktung und dauerhafte Belieferung mit diesem Material ist nicht gewährleistet und kann jederzeit eingestellt werden.

Der Verkauf unserer Produkte erfolgt nach Maßgabe unserer jeweils aktuellen Allgemeinen Verkaufs- und Lieferbedingungen.