

Tolkning av spektrum från Fourier transform infraröd  
spektroskopi (FTIR) på industriella termoplaster.

Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) spectral interpretation of  
industrial polymer compositions.

**10 poäng examensarbete vår/sommar 2006**

Daniel Andersson och Martin Schön

Tolkning av spektrum från Fourier transform infraröd spektroskopi  
(FTIR) på industriella termoplaster.

10 POÄNG EXAMENSARBETE VÅR/SOMMAR 2006

Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) spectral interpretation  
of industrial polymer compositions.

10 CREDITS BACHELOR THESIS SPRING/SUMMER 2006

Daniel Andersson och Martin Schön

HANDLEDARE:

Henrik Eriksson, Polykemi AB

Karl Banke, Polykemi AB

Lars-Åke Truedsson, Malmö Högskola

EXAMINATOR:

Lars-Åke Truedsson, Malmö Högskola

## **Sammanfattning**

Polykemi AB använder kontinuerligt FTIR-analys för materialidentifiering, felsökning och utveckling. Företaget har ett omfattande referensbibliotek med spektra för råvaror i form av polymerer, additiv, fyllmedel och förstärkningsmedel. Företaget köper rena polymerer som modifieras genom att polymer och fyllmedel blandas i en extruder och en plastsammansättning erhålls.

Den praktiska delen av examensarbetet inleddes med upptagande av FTIR-spektrerna från några av de termoplasterna, additiv, fyllmedel och förstärkningsmedel som företaget använder. Slutligen upptogs spektrerna från ett antal modifierade plaster. Dessa spektrerna tolkades och de ingående ämnena identifierades.

TVå olika metoder har använts vid analyserna: filmteknik och diffus reflektans. Vid studien av de modifierade plasterna användes även utbränning av proverna för att underlätta identifikation av oorganiska fyllmedel.

Syftet är att examensarbetet ska kunna användas för att öka den befintliga kompetensnivån avseende FTIR-analys.

## **Abstract**

Polykemi AB uses FTIR-analysis continuously in material identification, trouble shooting and development. The company has an extensive library of references containing spectra of raw material (polymers, additives, filling materials and fortifiers). The company buy pure polymers which are modified by mixing with filling material in an extruder, which result in a polymeric compound.

The practical part of this bachelor thesis was initiated with collecting of FTIR-spectra from some of the thermopolymers, additives, filling materials and fortifiers which the company uses. Finally spectra of some polymeric compounds were collected.

These spectra were interpreted and the included materials were identified.

Two different methods were used to collect spectra: polymer film and diffuse reflectance. In the study of modified polymers burnout was used to facilitate the identification of inorganic filling materials.

The purpose of this bachelor thesis is intended to increase the existing level of competence regarding FTIR-analysis.

## Innehållsförteckning

Sammanfattning .....	3
Abstract .....	4
1. Inledning.....	6
1.1 Bakgrund .....	6
1.2 Syfte.....	6
1.3 Polykemi AB .....	6
2. Teori .....	7
2.1 FTIR.....	7
2.2 Beskrivning av de polymerer som används av Polykemi AB .....	9
3. Egenskaper och användningsområden för baspolymererna .....	10
3.1 Polyolefiner .....	10
3.2 Styrenplaster .....	12
3.3 Polyamider.....	13
3.4 Polyestrar .....	14
3.5 Polykarbonat.....	15
3.6 Akrylplaster .....	15
3.7 Acetalplaster .....	16
3.8 Termoelaster .....	16
4. Tillsatser .....	17
4.1 Ett urval av de fyllmedel som Polykemi använder.....	18
4.2 Ett urval av de pigment som Polykemi använder.....	19
4.3 Ett urval av de additiv som Polykemi använder.....	19
5. Utrustning.....	22
6. Utförande.....	24
7. Resultat.....	27
7.1 Studie av baspolymerer .....	27
7.1.1. Polyolefiner.....	27
7.1.2. Styrenplaster .....	28
7.1.3. Polyamider .....	29
7.2. Studie av tillsatser.....	30
7.3. Studie av modifierade polymerer .....	31
8. Diskussion .....	37
9. Referenser.....	38

# 1. Inledning

## 1.1 Bakgrund

Polykemi AB använder kontinuerligt FTIR-analys för materialidentifiering, felsökning och utveckling. Ett relativt omfattande referensbibliotek med spektra för råvaror i form av polymerer, additiv, fyllmedel och förstärkningsmedel finns tillgängligt. Ett mycket begränsat underlag i form av referenslitteratur finns för djupare analys utöver direkta jämförelser mot referensspektra.

## 1.2 Syfte

Syftet är att examensarbetet ska kunna användas för att öka den befintliga kompetensnivån avseende FTIR-analys. Betoningen ska ligga på ökad kunskap om hur olika absorbanser kan kopplas till den kemiska strukturen hos ett okänt eller delvis okänt prov.

## 1.3. Polykemi AB

Polykemi AB är ett familjeföretag som finns i Ystad, företaget startades 1968 och har ca 185 anställda. Polykemi tillverkar kundanpassade plastcompounds. Företaget köper rena polymerer som sedan modifieras efter kundens önskemål. Modifieringen sker genom att polymer och fyllmedel blandas i en extruder och en plastsammansättning erhålls. Efter extrudern kyls plastsammansättningen för att sedan granuleras. Dessa kundanpassade plastsammansättningar kommer i detta examensarbete att benämnas med ”plastcompound”, vilket även är företagets benämning.

Kunderna finns över hela världen men främst i Skandinavien och norra Europa. Huvuddelen av kunderna finns inom bilindustrin.

Polykemi AB har en hög kunskap om förstärkningsmedel och fibrer i polymerer. Företaget är kvalitets- och miljöcertifierat enligt ISO 9001 och ISO 14001.

## 2. Teori

### 2.1. FTIR

#### Historia [1]

FTIR utvecklades från början av astronomer på 1950-talet för studier av infraröda spektra från avlägsna stjärnor. De svaga signalerna från källorna kunde bara isoleras från störningar orsakade av den omgivande miljön med hjälp av FTIR. Användningen av FTIR inom kemien startade i slutet av 1960-talet.

#### Metoden [2]

Metoden ger möjlighet att analysera ett material. Principen är att IR-ljus sänds ut och ljuset tillåts passera provmaterialet och registreras sedan av en mottagare.

FTIR är en analytisk metod för att identifiera främst organiska material.

FTIR baserar sig på infrarött ljus. Ljuset får träffa materialet och reflekteras sedan till en mottagare som registrerar mängden absorberat ljus. Mängden absorberat ljus vid olika våglängder är specifik för varje material. Med hjälp av de infraröda absorptionsbanden kan specifika molekyler och strukturer identifieras.

Absorptionsband i området  $4000\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{cm}^{-1}$  (reciproka centimeter) står för per längdenhet, vågtal) är typiska för funktionella grupper (OH, C=O, NH, CH etc.) men mellan  $1500\text{-}400\text{ cm}^{-1}$  finns mer materialspecifika resultat. Området mellan  $1333\text{ cm}^{-1}$  och  $400\text{ cm}^{-1}$  kallas därför ibland för fingeravtryck (*fingerprint*) av materialet. Absorptionsbanden i det här området är beroende av intramolekylära fenomen och är mycket specifika för varje material.

#### Intramolekylära fenomen [2]

Atomerna som är bundna till varandra kan positionera sig i olika lägen vilket medför att det uppstår vibrationer. Dessa vibrationer kan uppstå ur sträckningar eller deformationer.

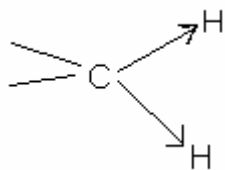
Några exempel på sträckningar som uppkommer vid olika vibrationsövergångar är: symmetrisk sträckning, asymmetrisk sträckning, vaggning (böjning ur plan), rockning (asymmetrisk böjning i planet), vridning ur planet och saxning (symmetrisk böjning i planet) (se figur 1-5).

#### Exempel på absorptionsområden från några organiska grupper/bindningar [19]:

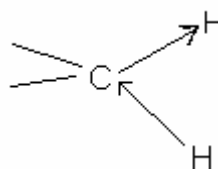
Asymmetriska och symmetriska  $\text{CH}_3$ -sträckningar syns mellan  $2800\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$ .  
Asymmetriska och symmetriska  $\text{CH}_3$ -deformationer syns mellan  $1350\text{ cm}^{-1}$  och  $1480\text{ cm}^{-1}$ .  
Asymmetriska och symmetriska  $\text{CH}_2$ -sträckningar syns mellan  $2800\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$ .  
Asymmetriska och symmetriska  $\text{CH}_2$ -deformationer syns mellan  $1400\text{ cm}^{-1}$  och  $1500\text{ cm}^{-1}$ .  
 $\text{CH}_2$ -vaggningar syns mellan  $1150\text{ cm}^{-1}$  och  $1390\text{ cm}^{-1}$ .  
 $\text{CH}_2$ -svängningar syns mellan  $710\text{ cm}^{-1}$  och  $800\text{ cm}^{-1}$ .

#### Exempel på några fundamentala vibrationsband [2]:

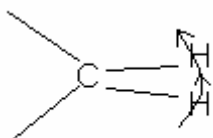
C-C sträckning syns vid  $1165\text{ cm}^{-1}$ .  
C=O sträckning syns vid  $1700\text{ cm}^{-1}$ .  
C-H sträckning av CHO syns vid  $2720\text{ cm}^{-1}$ .



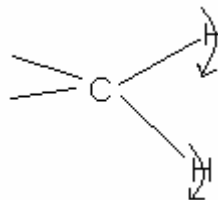
Figur 1: Symmetrisk sträckning [2].



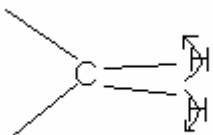
Figur 2: Asymmetrisk sträckning [2].



Figur 3: Vagging (böjning ur planet) [2].



Figur 4: Rockning (asymmetrisk böjning i planet) [2].



Figur 5: Vridning ur planet [2].

### Identifikation av aromatringar [1]:

Alkener, alkyner och aromater ger CH-sträckningar i området mellan  $3200\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$ . Dessa toppar i kombination med toppar vid  $1600\text{ cm}^{-1}$  och  $1500\text{ cm}^{-1}$  påvisar att det finns aromatringar i molekylen.

Aromatsubstitutionen kan ej avgöras genom att studera topparna ovan utan kan identifieras med hjälp av andra toppar i spektret, som t.ex.:

Monosubstituerad aromat ger tre svaga toppar vid  $1150\text{ cm}^{-1}$ ,  $1100\text{ cm}^{-1}$  och  $1050\text{ cm}^{-1}$  samt två starka toppar vid  $700\text{ cm}^{-1}$  och  $750\text{ cm}^{-1}$ . Ortosubstituerad aromat ger toppar i området mellan  $1200\text{ cm}^{-1}$  och  $950\text{ cm}^{-1}$  samt en stark topp vid  $750\text{ cm}^{-1}$  och en svag vid  $700\text{ cm}^{-1}$ .

Parasubstituerade aromatringar ger toppar i området mellan  $1200\text{ cm}^{-1}$  och  $1000\text{ cm}^{-1}$  samt en stark topp i området mellan  $850\text{ cm}^{-1}$  och  $800\text{ cm}^{-1}$ .

### **Fördelar med FTIR-analys [3]**

1. Analys kan göras på liten mängd prov.
2. Organisk analys av bland annat polymerer och plaster.
3. Möjligt att mäta över ett litet mätområde (20x20 mikrometer).
4. Information om kemiska bindningar.
5. Molekylspecifik identifiering.
6. Analys av fasta material, gaser och vätskor.
7. Möjlighet till oförstörande provning.

## **2.2 Beskrivning av de polymerer som används av Polykemi.**

De polymerer som Polykemi köper in och modifierar till plastcompounds är termoplaster. Dessa är linjära eller grenade polymerer som mjuknar eller smälter (de blir plastiska) vid upphettning. Termoplaster mjuknar och övergår i smält form vid upphettning därför att de intermolekylära krafter som håller ihop kedjorna är så svaga att uppvärmningsenergin löser upp dem. När polymeren kyls ned under sin mjukningstemperatur stelnar den och behåller till stor del den form den fått vid upphettningen. Termoplaster kan formas genom formsprutning, extrudering, formblåsning m.m. Upphettning och formning av termoplaster kan ske flera gånger till skillnad från hårdplaster som bara kan formas en gång [4].

Polymerernas egenskaper och användningsområden beskrivs i avsnitt 3. Polymererna benämns fortsättningsvis som baspolymerer.

### 3. Egenskaper och användningsområden för baspolymererna.

#### 3.1. Polyolefiner

Polyolefiner är en av de viktigaste grupperna inom termoplaster. [5]

Inom gruppen är polyeten och polypropen de viktigaste polymererna. Polyolefiner framställs av  $\alpha$ -olefiner såsom eten, propen och 1-buten. [4]

#### **HDPE och LDPE (högdensitetspolyeten och lågdensitetspolyeten)**

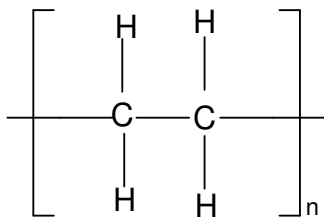
HDPE består av polymeriserad eten. HDPE är linjär vilket gör att polymerkedjorna kan packas tätt med hög densitet som resultat. Det finns även LDPE (Lågdensitetspolyeten) som består av en huvudkedja med långa och korta sidokedjor. Dessa polymerkedjor kan inte packas så tätt som de linjära vilket ger en lägre densitet. [4]

HDPE har god slagseghet över ett brett temperaturområde och kan användas i kontakt med livsmedel vilket gör polymeren lämplig för hushållskärl och förvaringslådor. Polymeren har även en god kemikalieresistens och kan därmed användas till tankar och rör. [6]

Tabell 1: Jämförelse mellan HDPE och LDPE [6]:

	Densitet ( $\text{kg/m}^3$ )	Smältpunkt ( $^{\circ}\text{C}$ )
<b>HDPE</b>	940-965	115-140
<b>LDPE</b>	910-940	105-125

Användningsområden: Hushållskärl, lådor för transport och förvaring, bensintankar samt rörsystem för färskvatten och avlopp. [7]



Figur 6: Strukturformel för HDPE.

#### **PP, polypropen**

Polypropen framställs genom polymerisation av propen. Polymeren har en smältpunkt på  $165^{\circ}\text{C}$  (isotaktisk PP) [4] och densitet omkring  $900 \text{ kg/m}^3$ .

PP är styvare än HDPE och behåller sina mekaniska egenskaper bättre än HDPE vid höga temperaturer. PP är dock känsligt för oxiderande syror och blir sprött under  $-20^{\circ}\text{C}$ . [6]

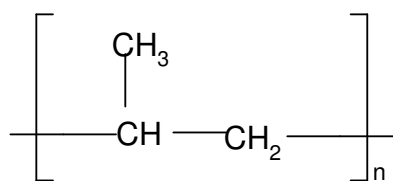
#### **PPC, polypropencopolymer:**

PPC är en blocksampolymer bestående av polypropen och polyeten där polyeten föreligger som fasseparerade "öar".

Användningsområden: Bildetaljer (t.ex. stötfångare och fläktpropellrar [8]) samt hushållsartiklar (t.ex. förpackningar).

#### **PPH, polypropenhomopolymer**

Linjär polypropen

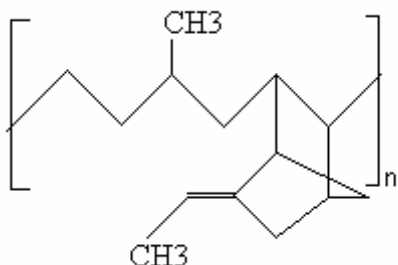


Figur 7: Strukturformel för PPH.

### EPDM, eten-propen-gummi

EPDM är ett gummi material för utomhusbruk och därmed lämpligt för bilindustrin. [5]  
 Polymeren är en termoelast i ovulkad, icke tvärbunden form.

Användningsområden: EPDM används främst inom gummiindustrin. EPDM med låg dienhalt används som slagseghetsmodifierare i främst olefintermoplast.

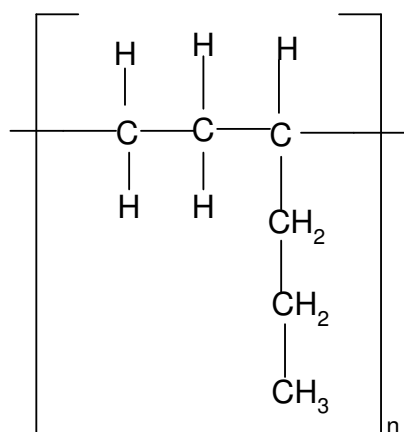


Figur 8: Strukturformel för EPDM.

### Tafmer

Eten-buten sampolymer som används som slagseghetsmodifierare. Tafmer är ett handelsnamn.

Användningsområden: Slagseghetsmodifierare.



Figur 9: Strukturformel för Tafmer.

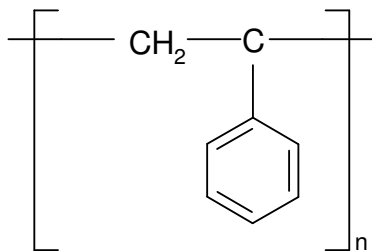
### 3.2. Styrenplaster [4]

Styrenplaster är homopolymerer eller sampolymerer. Homopolymeren består enbart av polymeriserad styren medan sampolymererna består av styren polymeriserad med t.ex. butadien, akrylnitril eller metylmetakrylat.

#### PS, polystyren

PS är en hård men spröd termoplast som har sin smältpunkt vid 230 °C (isotaktisk PS). [7]  
PS har obegränsade infärgningsmöjligheter och är billig vilket gör den idealisk för engångsartiklar. [4]

Användningsområden: engångsartiklar (muggar, knivar gafflar) och kylisolering. [4]

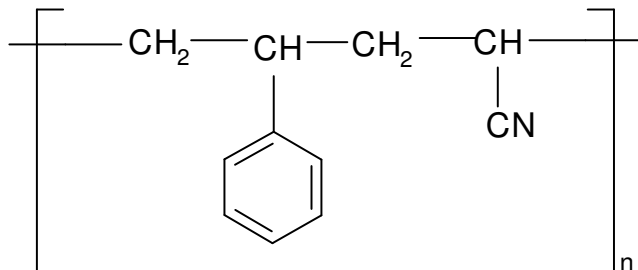


Figur 10: Strukturformel för PS.

#### SAN, styren-akrylnitril

Sampolymer bestående av styren och akrylnitril. Hård och styv polymer med goda kemiska och termiska egenskaper vilket gör den lämplig för förpackningar av olika slag. [6]

Användningsområden: flaskor, burkar och kosmetikaförpackningar. [4]

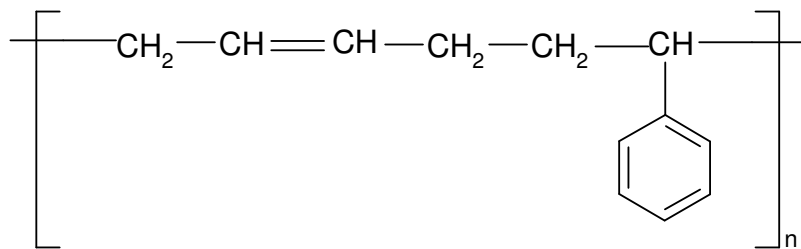


Figur 11: Strukturformel för SAN.

#### ABS, akrylnitril-butadien-styren.

Sampolymer bestående av styren och akrylnitril (SAN) som den kontinuerliga fasen ("huvudfas", matris) och styren-butadiensampolymer (SB-gummi) som den dispersa fasen. [4]  
ABS är en relativt billig polymer med en god kombination av mekaniska och kemiska egenskaper, polymeren har dock begränsad väderbeständighet (gulnar och blir spröd) och låg resistens mot vissa lösningsmedel. [6]

Användningsområden: bilgrillar, instrumentpaneler, fordonskarosser, leksaker, pennor m.m.



Figur 12: Strukturformel för SB-gummi (dispersa fasen i ABS).

### 3.3. Polyamider

Polyamider innehåller amidgrupper (-CONH-) i huvudkedjan. Trivialnamnet för polyamid är nylon vilket kommer från dess uppfinnare på DuPont. Polyamider benämns med ett index, t.ex. PA 6, vilket anger antalet kolatomer i den monomer som polymeren framställts från (se figur 13). I PA 66 står siffrorna för att polymeren framställts av två olika monomerer med sex kolatomer i respektive monomer. [4]

PA har en bra kombination av mekaniska och kemiska egenskaper, en nackdel är dock att polymeren upptar och avger fukt. Hänsyn till detta måste tas vid konstruktion av detaljer i PA.

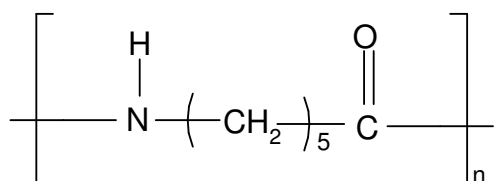
Tabell 2: Jämförelse mellan PA 6 och PA66 [6]:

	Densitet (kg/m <sup>3</sup> )	Smältpunkt (°C)
<b>PA 6</b>	1084 [9]	ca. 225
<b>PA 66</b>	1090 [9]	ca. 265

#### PA 6

PA 6 är den vanligaste av polyamiderna. Polymeren har hög seghet och hög nötningsbeständighet [10]. Slagsegheten för oförstärkt PA 6 är högre än för PA 66 och lågtemperaturegenskaperna är något bättre än för PA 66 [7].

Användningsområden: Kåpor till verktyg, hushållsredskap samt plastdetaljer i motorrummet på fordon.



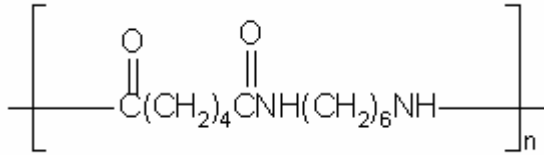
Figur 13: Strukturformel för PA 6 .

#### PA 66

Denna polyamid framställs av en diamin och en disyra. Den första siffran anger antalet kolatomer i diaminen (hexametylendiamin) och den andra siffran anger antalet kolatomer i disyran (adipinsyra). [4]

PA 66 har högre styvhet, nötningshärdighet och formbeständighetstemperatur än PA 6.

Användningsområden: kyltankar, handtag och navkapslar. [7]



Figur 14: Strukturformel för PA 66.

### 3.4. Polyestrar

I polyester finns esterbindningar (R1-COO-R2) i polymerens huvudkedja. [4]  
Ofta kombinerar man polyesterplaster med fiberarmeringar och fyllmedel. [10]

Polyestrar har hög styvhet och hårdhet, de är nötningsresistenta och har god kemikalieresistens. Dessa egenskaper gör dem lämpliga för t.ex. flaskor och delar till bromssystem [6]. Exempel på polyestrar är PET och PBT.

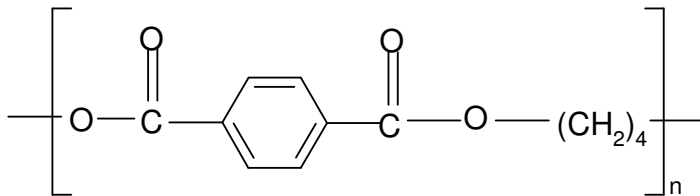
Tabell 3: Jämförelse mellan PBT och PET [6]:

	Densitet (kg/m <sup>3</sup> )	Smältpunkt (°C)
<b>PBT</b> (polybutentereftalat)	1300 [10]	220-225
<b>PET</b> (polyetentereftalat)	1300 [10]	ca. 265

#### **PBT, polybutentereftalat [7]**

PBT har bättre utmattningshållfasthet och bättre dimensionsstabilitet än PET.

Användningsområden: elektronik, elektroteknik samt delar till bromssystem och vattenpumpar.

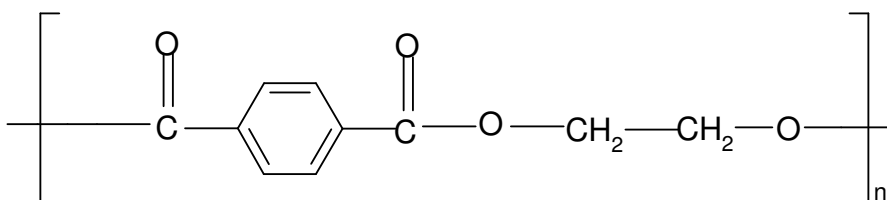


Figur 15: Strukturformel för PBT.

#### **PET (Polyetentereftalat)**

PET har högre styvhet än PBT (PET: 3,1 GPa, PBT: 2,0 GPa). Glasfiberfylld PET (45 % glasfiber) har ännu högre styvhet, 13,8 GPa. PET har bättre nötningshållfasthet än PBT [6]:

Användningsområden: tejp, flaskor, kugghjul, kåpor. [4]

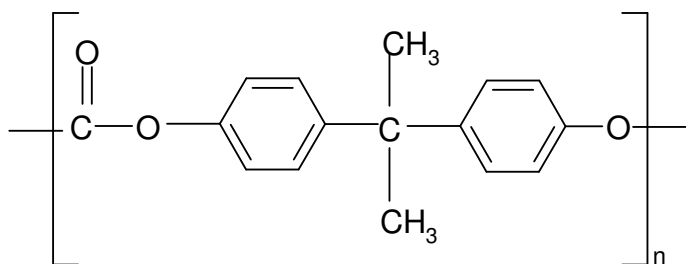


Figur 16: Strukturformel för PET.

### 3.5. Polykarbonat (PC)

Polykarbonat är en transparent polymer bestående av en diol och kolsyra och har vid låga temperaturer hög slagseghet. Polymeren är även väldigt värmebeständig. Polykarbonat är olösligt i t.ex. vatten, alkoholer och organiska syror. På grund av den höga smältviskositeten är PC svår att formspruta.

Transparent PC används som skyddsglas till billyktor och fodral till CD-skivor [4]. PC har densiteten  $1170 \text{ kg/m}^3$  [10]. Polymeren är amorf och saknar därmed exakt smältpunkt. PC är i smälta vid  $225 \text{ }^\circ\text{C}$  och har en bearbetningsbar smältviskositet mellan  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  och  $280 \text{ }^\circ\text{C}$  [7].



Figur 17: Exempel på strukturformel för PC.

### 3.6. Akrylplaster [11]

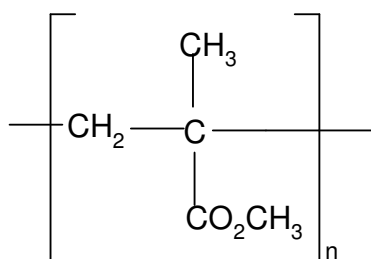
Akrylplast är helt färglös. Plasten har goda optiska egenskaper och används utomhus eftersom den påverkas mycket lite av UV-strålning, vatten och vind. Den har en begränsad slagåtlighet i kyla och angrips av syror samt olika lösningsmedel.

#### PMMA, polymetylmetakrylat.

PMMA kan användas vid formsprutning, extrudering och strängsprutning. Polymeren används precis som PC. PMMA kan t.ex. elastomermodifieras för att förbättra slagåtligheten i kyla. PMMA har smältpunkt på ca  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  och densitet  $1188 \text{ kg/m}^3$ . [9]

PMMA har trivialnamnet Plexiglas. Polymeren tål utspädda syror men inte ketoner, estrar, fenoler, aromater och klorerade kolväten. [4]

Användningsområden: Glasersättning t.ex. skyddsglas till billyktor. [6]



Figur 18: Strukturformel för PMMA.

### 3.7. Acetalplast

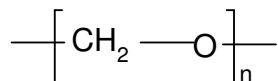
Acetalplaster har hög kristallinitet vilket gör att plasten har hög ythårdhet, låg friktion och bra nötningssegenskaper. Något som är utmärkande för acetalplaster är en bra kombination av seghet, styvhet och utmattningshållfasthet. Acetalplaster ska inte användas i elektriska produkter eftersom de har en hög förbränningshastighet vid brand. [10]

Acetalplaster förekommer som homopolymer och sampolymer. Homopolymeren består av en slags monomer, vilken framställs av formaldehyd. Sampolymeren består av två eller flera olika monomerer. Sampolymererna innehåller monomerer av formaldehyd och eten. De är sega, hårda och styva med hög utmattningshållfasthet. [6]

#### **POM, polyoxymetylen**

POM har smältpunkt på 165 °C (sampolymer) och 175 °C (homopolymer) [6] och densitet 1400 kg/m<sup>3</sup> (homopolymer). [9]

Användningsområden: kugghjul, vindrutetorkar [7], finmekaniska detaljer och propellrar till fläktar. [6]



Figur 19: Strukturformel för POM.

### 3.8. Termoelaster (Termoplastiska elaster, TPE) [6]

Termoelasterna omfattar ett mycket brett område. De används som ersättningsmaterial för vulkaniserat gummi. Vid framställning av termoelaster blockpolymeriseras styva kedjesegment av t.ex. styren med mjuka kedjesegment av t.ex. butadien. Termoelasterna uppför sig som ett gummi i rumstemperatur men då mjukningspunkten för de styva kedjesegmenten nås blir polymeren formbar som en termoplast. Den största fördelen med dessa material är att de är lättare att forma än vulkaniserat gummi, t.ex. genom formsprutning. TPE-materialen indelas i följande grupper:

- Styrenbaserade
- Olefinbaserade (TPO)
- Uretanbaserade (TPU)
- Esterbaserade
- Amidbaserade

#### **TPO**

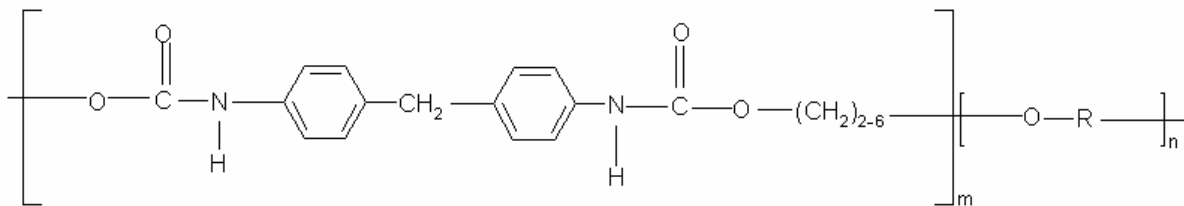
Olefinbaserad TPE är baserade på blandningar av polyeten och polypropen samt en elastomer t.ex. EPDM-gummi. Materialet har god mekanisk hållfasthet, hög resistens mot ozon och tål utomhusbruk. TPO kan lackeras om materialet har förbehandlats vilket är en fördel inom bilindustrin. Densitet: 840-1020 kg/m<sup>3</sup>. [6]

Användningsområden: stötfångare, spoilers och paneler. [7]

## TPU

Uretanbaserad TPE framställs som blocksampolymer av dioler och diisocyanater. Det finns två typer av TPU vilka beror på om diolen är en ester- eller en etertyp. De eterbaserade har bättre kemikaliebeständighet än de esterbaserade. TPU har generellt bättre egenskaper än övriga TPE-material, men i gengäld är de dyrare [6]. Polymeren är flexibel vid låga temperaturer, nöttningsbeständig och har hög rivstyrka samt stark vidhäftningsförmåga. Densitet: 1050-1200 kg/m<sup>3</sup>.

Användningsområden: isolering av tråd och kabel, smältlim, tätningar och vibrationsdämpare. [7]



Figur 20: Generell strukturformel för TPU.

## 4. Tillsatser

### Fyllmedel i termoplaster

Fyllmedel används i polymerer för förbättring av materialets egenskaper eller för att sänka deras pris.

Aktiva förstärkande: Talk och Wollastonit.

Icke förstärkande: Krita och bariumsulfat.

Förstärkande fyllmedel ökar de stärkande egenskaperna. Fyllmedel finns i tre former, sfärisk form, flakform respektive fiberform. Sfäriska fyllmedel har liten eller ingen stärkande effekt, flakformiga fyllmedel används för att ge stärkande egenskaper och glasfiber används för stärkande egenskaper, speciellt kombinerat med PA, PP, PBT m.m. [5]

Genom att använda sig av aromatiska polyamider (aramider, t.ex. Kevlar) och grafitfibrer kombinerat med plast har väldigt starka plastcompounds framställts.

Aramider kan spinns till fibrer och är starkare och styvare än glas och stål med hänsyn tagen till densiteten (Kevlar: 1450 kg/m<sup>3</sup>, stål 7800 kg/m<sup>3</sup>).

Dessa plastcompounds har resulterat i olika produkter tex. Tennisrack och fiskespö. [4]

### Additiv i termoplaster

Nästan alla kommersiella plaster i handeln innehåller additiv, oftast flera olika additiv.

Deras syfte är tvåfaldigt:

1. Att förändra polymerens egenskaper.
2. Att förhöja polymerens bearbetningsegenskaperna.

Modifieringsegenskaperna sträcker sig från pigment till deodoranter.

Olika typer av vax används som släppmedel för att polymeren ska släppa lättare från formen i t.ex. en formspruta. Vaxer kan även påverka plastens flytbarhet vilket bidrar till att cykeltiden förkortas. Släppmedel bidrar alltså till effektivare produktion. Nackdelarna med vaxer och släppmedel är att de kan vara dyra, ge utfällningar i formverktyget och de kan migrera i stor mängd till produktens yta.

Några viktiga kommersiella additiv, beroende av deras funktion, är t.ex. mjukgörare som ökar flexibiliteten och reducerar smältviskositeten för att underlätta formning och extrudering. [5]

### **Pigment i termoplaster**

För att ge ett plastcompound önskad färg tillsätts färgpigment t.ex. kimrök (svart) och titandioxid (vitt). Färgpigmenten är blandbara med plastcompoundet men olösliga i detsamma.

## **4.1. Ett urval av de fyllmedel som Polykemi använder.**

### **Krita (CaCO<sub>3</sub>):**

Kalciumkarbonat, salt av kalcium och kolsyra. [12]

### **Talk (Mg<sub>3</sub>Si<sub>4</sub>O<sub>10</sub>(OH)<sub>2</sub>):**

Talk är en term som innefattar flera mineral, de flesta har det dominerande innehållet magnesiumsilikat. Talk består av vattenhaltigt magnesiumsilikat, är mjukt, hydrofobiskt och känns tvålaktigt. Talk används som fyllmedel och förstärkning i polymerer.

Polypropen med 40 % talk har till stor del ersatt metall inom bilindustrin. Fördelen med att använda plastcompounds med talk inom bilindustrin är att fordonets vikt minskar vilket leder till minskad bränsleförbrukning. Talk ger en god värmeisolerande förmåga och är därför ett viktigt fyllmedel i komponenter i motorutrymmet, t.ex. i flätkåpor. [20]

### **Bariumsulfat (BaSO<sub>4</sub>):**

Bariumsulfat är svavelsyrans bariumsalt [13]. Saltet är ett vitt pulver utan lukt och används som färgpigment [9]. Polykemi använder bariumsulfat som fyllmedel.

### **Wollastonit (CaSiO<sub>3</sub>):**

Wollastonit är ett vitt silikatmaterial som förekommer i tätta, bladiga eller trådiga aggregat [14]. Ämnet är ett mineral som används främst inom den keramiska industrin men även inom plastindustrin [15].

### **Kaolin (Al<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>16</sub>Si<sub>4</sub>):**

Aluminiumsilikat, vitt pulver som fungerar som pigment. [9]

Kaolin förbättrar även bindkraften och har en förstärkande effekt då det används i plastcompounds. [16]

### **”Nano-lera” (H<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>12</sub>Si<sub>4</sub>) (Montmorillonit) [9]:**

Nano-lera är flakformigt vilket leder till att det har en stärkande effekt på polymeren. Nano-leran som Polykemi använder är ytbehandlad för att den ska dispergeras bättre i plasten.

## 4.2. Ett urval av de pigment som Polykemi använder.

### **Titandioxid** (TiO<sub>2</sub>): [14]

Titandioxid används som ett vitt färgpigment. I sin naturliga form är TiO<sub>2</sub> kristallint och framställs genom urlakning av limenit (mineral) med svavelsyra.

Utöver användningen som pigment används TiO<sub>2</sub> även för framställning av bl.a. kondensatorer och höljen på svetselktroder.

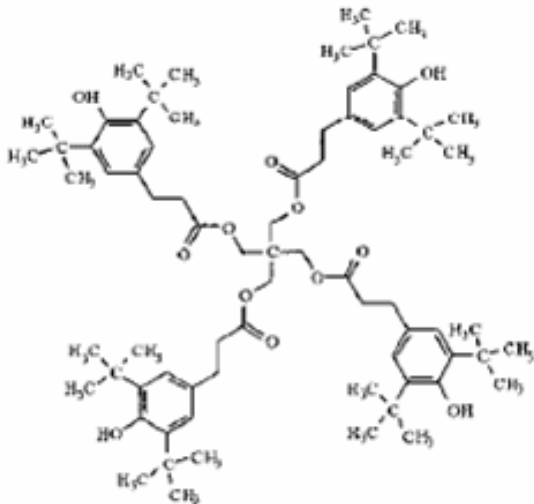
### **Kimrök** (*Carbon black*): [9]

Kimrök är finfördelad kol som tillverkas genom ofullständig förbränning av t.ex. petroleumprodukter eller naturgas. Används som svart pigment.

## 4.3. Ett urval av de additiv som Polykemi använder.

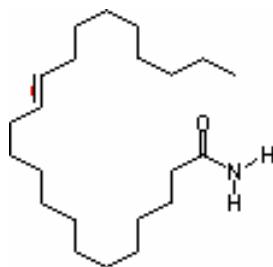
### **Irganox 1010** (C<sub>73</sub>H<sub>108</sub>O<sub>12</sub>): [9]

Irganox används som stabilisator (t.ex. antioxidationsmedel) inom polymerindustrin. Stabilisatorer i polymerer används för att förhindra oönskade kemiska och fysikaliska reaktioner.



Figur 21: Strukturformel för Irganox 1010 [20].

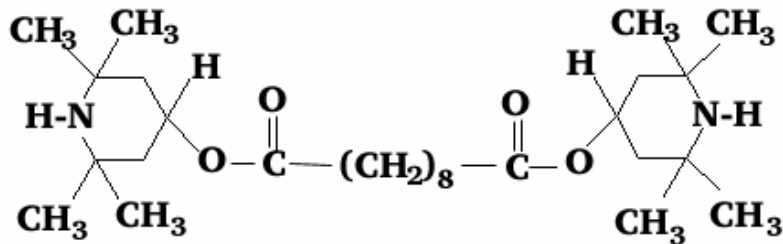
**Erucamide** (C<sub>22</sub>H<sub>43</sub>NO): Används som släppmedel.



Figur 22: strukturformel för Erucamide [20].

### Tinuvin 770

Tinuvin 770 används som UV-stabilisator. Ämnet är en s.k. HALS (*Hindered Amine Light Stabilizer*) som stabiliserar fria radikaler vilket ökar UV-beständigheten.

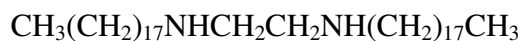


Figur 23: Strukturformel för Tinuvin 770 [22].

### Exempel på EBS-vax som används av Polykemi:

#### Licolub FA01

Licolub är ett amid-vax som består av 18 kol långa kedjor på var sin sida om amidgrupperna. Amidgrupperna har två kol emellan sig.

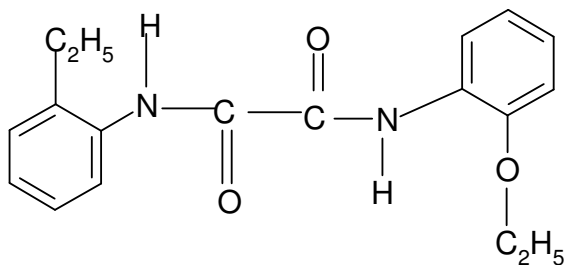


#### Waxo N [20]

Waxo N är en amin som består av 50 % Octadecanamide, N,N'-1,2-ethanediylbis- ( $\text{C}_{38}\text{H}_{76}\text{N}_2\text{O}_2$ ) och 50 % Hexadecanamide, N,N'-1,2'-ethanediylbis- ( $\text{C}_{34}\text{H}_{68}\text{N}_2\text{O}_2$ ).

### Sanduvor VSU

Sanduvor används som UV-stabilisator.

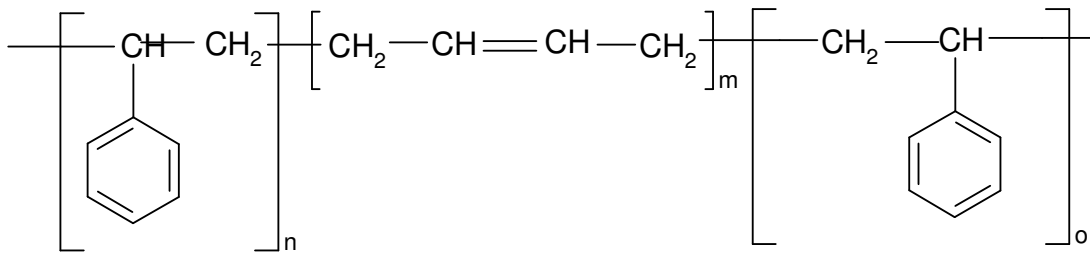


Figur 24: Strukturformel för Sanduvor [20].

### SBS (styren-butadien-styren) [10]

SBS är en termoplastelastomer som består av styren och en elastomer (butadien).

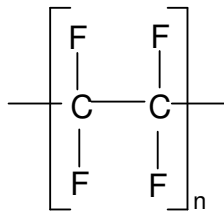
Styrenblocken finns i ändarna på kedjorna och butadienet i mitten. Styrenblocken utgör det hårda blocket medan butadienet utgör det mjuka.



Figur 25: Strukturformel för SBS.

### PTFE

Polytetrafluoreten är ett kristallint ämne med unika temperaturegenskaper. Ämnet har utmärkt kemikalieresistens och goda elektriska egenskaper. Nackdelen med PTFE är dess pris och dess låga styvhet [17]. PTFE används som släppmedel och flamskyddsmedel [9].



Figur 26: Strukturformel för PTFE.

## 5. Utrustning

På Polykemi användes följande utrustning för IR-analyser:

Instrument: PerkinElmer, FT-IR Spectrometer, Paragon 1000

Program i datorn som är kopplad till instrumentet: Spectrum (5.0.1)

Tillverkare: PerkinElmer Instruments LCC

På Malmö Högskola användes följande utrustning för IR-analyser:

Instrument: Nicolet., Impact 410.

Program i datorn som är kopplad till instrumentet: EZ OMNIC (4.1a)



Bild 1: Hela arbetsplatsen på Polykemi.



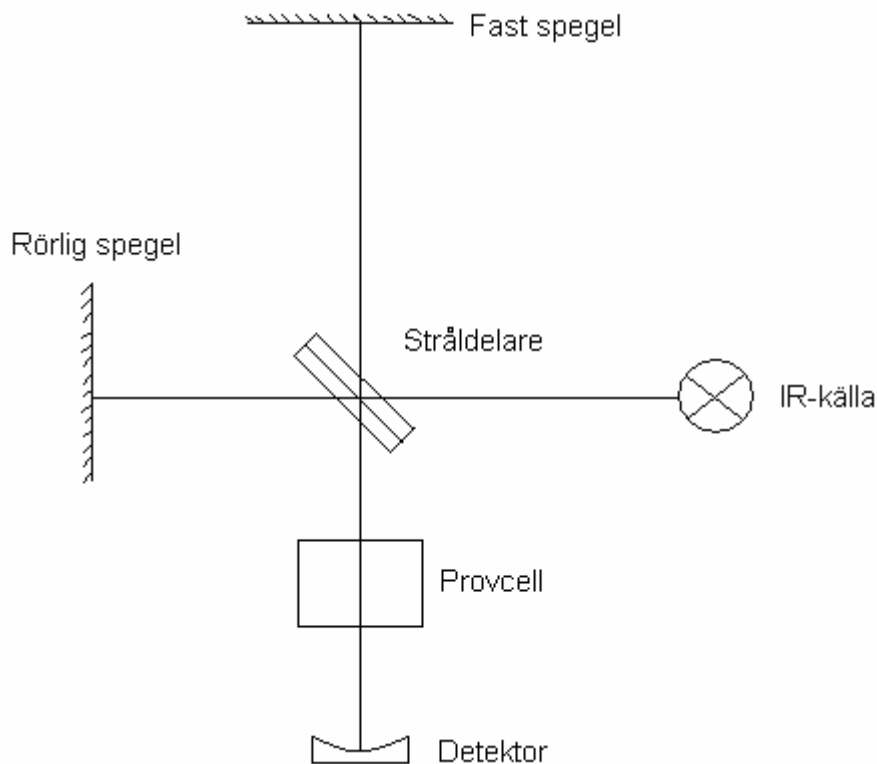
Bild 2: Scanning av film.



Bild 3: Scanning med diffus reflektans.

### Instrumentet [2]

Ett FTIR-instrument består av en IR-ljuskälla riktad mot en stråldelare. Stråldelaren är en semitransparent spegel som ofta består av kaliumbromid överdragen med germanium. Ca 50 % av ljuset passerar spegeln medan övrigt ljus reflekteras. Det reflekterade ljuset går mot en stationär spegel varifrån det reflekteras tillbaka till stråldelaren. Det ljus som passerar stråldelaren reflekteras i en rörlig spegel för att sedan återvända till stråldelaren. Vid stråldelaren går ljuset från speglarna samman. Eftersom hälften av ljuset reflekterats i den rörliga spegeln har interferens erhållits. Från stråldelaren går sedan ljuset genom provet till en detektor.



Figur 27: Blockschema av FTIR-spektrofotometer [2].

## 6. Utförande

### Laborationer

Laborationsdelen i detta examensarbete inleddes med att spektra togs upp för baspolymererna. Följande baspolymerer analyserades.

Tabell 4: De analyserade baspolymererna

<b>Polyolefiner:</b>	<b>Styrenplaster:</b>	<b>Polyamider:</b>	<b>Polyestrar:</b>
EPDM	PS	PA 6	PBT
HDPE	ABS	PA 66	PET
PPC	SAN		
PPH			
Tafmer			
TPO Adflex			
TPO Engage			
<b>Polykarbonat:</b>	<b>Acetalplaster:</b>	<b>Termoelaster:</b>	
PC	POM	TPU Pellethane	

Därefter tolkades de spektra som upptagits, för resultatet av tolkningarna se ”Studie av baspolymerer” i resultatdelen.

Nästa steg i laborationerna var att ta upp spektra för ett urval av de fyllmedel, pigment och additiv som används av Polykemi.

Följande ämnen analyserades:

Tabell 5: De analyserade tillsatserna:

BaSO <sub>4</sub>	Closite lera	Krita Calcitec	Krita Mikhart	PTFE
Sanduvor VSU	SBS	Talk	Tinuvin	TiO <sub>2</sub>
EBS-vax	Wollastonit			

Därefter tolkades de spektra som tagits upp, för resultatet av tolkningarna se ”Studie av fyllmedel” i resultatdelen (sid. 26).

Slutligen analyserades elva olika plastcompounds. Deras sammansättning var inte känd för laboranterna. Spektra upptogs och tolkades. Målet var att finna sammansättningen hos dessa okända prover. För resultatet av dessa tolkningar se ”Studie av modifierade polymerer” (sid. 33) i resultatdelen. När de okända proverna tolkats gavs deras korrekta sammansättning av handledarna på Polykemi. Därefter studerades spektrerna återigen för att ge laboranterna förbättrade kunskaper inom FTIR-spektrofotometri.

### Analysmetoder [2]:

Under examensarbetet har två olika metoder använts, filmteknik och diffus reflektans.

Vid filmteknik smälts och pressas en plastbit till en tunn film. Efter upptagande av ett bakgrundsspektrum placeras filmen i strålgången och ett spektrum erhålls (se bild 2, sid. 22).

Vid diffus reflektans mortlas Kaliumbromid, ett bakgrundsspektrum upptas sedan från den mortlade kaliumbromiden. Kaliumbromiden blandas sedan med provet och ett nytt spektrum tas upp. Vid användandet av diffus reflektans reflekteras IR-strålen i provet och provets absorptions mäts (se bild 3, sid. 23). Diffus reflektans används för prover i pulverform. Polykemi använder metoden för att analysera och identifiera fyllmedel och additiv. Tekniken

baseras på att strålningen reflekteras, absorberas, sprids och transmitteras vid provets yta. Det reflekterade ljuset samlas upp och leds till detektorn. Det ljus som spritts inom provet och återvänt till dess yta är relevant för det uppkomna spektret .

#### Utbränning av prov

För att lättare kunna identifiera oorganiska fyllmedel, pigment och additiv i ett plastcompound är det lämpligt att bränna ut provet. Detta sker genom att en del av provet bränns i en ugn. Detta resulterar i att alla organiska föreningar i provet bränns ut. Det som återstår analyseras med hjälp av diffus reflektans.

#### **SOP (standard operating procedur) - filmteknik:**

Tag två granuler och placera dem på en aluminiumfoliebit i pressverktyget. Placera pressverktyget i pressanordningen. Spänn pressanordningen. När önskad temperatur är nådd (temperatur beroende på polymer) spänns pressanordningen igen. Sedan belastas pressanordningen med ett tryck. Trycket tillåts verka under ca tio sekunder. Därefter placeras pressverktyget i kylanordningen. När pressverktyget kylts ned öppnas det och plastfilmen avlägsnas från verktyget med hjälp av en skalpell eller liknande. Ett bakgrundspektrum upptas från instrumentet. Därefter placeras plastfilmen i en plastfilmshållare och scannas i FTIR-instrumentet.

#### **SOP – Diffus reflektans:**

KBr mortlas till fint pulver vilket placeras i en kopp och ett bakgrundsspektrum tas upp. Därefter blandas provet med kaliumbromiden från koppen och mortlas. När blandningen mortlats till ett fint pulver placeras det i koppen och ett spektrum för provet tas upp.

#### **SOP – Utbränning av prov**

Ca 50 granuler placeras i en degel. Degeln placeras i en ugn (ca 600 °C). Degeln tas ut ur ugnen då provet bränts ut (ca 15-20 minuter). Därefter behandlas provet som vid diffus reflektans.

### Tolkningsmall för IR-spektra. [18]

1. Bestäm närvaro, typ eller frånvaro av X-H-sträckningar (där X motsvarar O, N eller C).
  - a. Alkaner ger C-H-sträckningar i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$ .
  - b. Alkener, alkyner och aromater ger C-H-sträckningar i området mellan  $3200\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$ .
  - c. O-H-sträckning ger ofta ett brett band, beroende på vätebindning, över  $3000\text{ cm}^{-1}$
  - d. N-H-sträckning ligger i samma område som OH-sträckning, men ger oftast smalare band
2. Vid lägre vågtal kan man få bekräftelse för typen av X-H-sträckning.
  - a. Trippelbindningar ligger i området  $2500\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ .
  - b. Dubbelbindningar ligger i området  $2000\text{-}1540\text{ cm}^{-1}$ .
  - c. Enkelbindningar ligger i området  $<1500\text{ cm}^{-1}$ .
3. Studera övriga band i gruppfrekvensområdet genom att börja med det starkaste.
  - a. Ett mycket starkt band kring  $1700\text{ cm}^{-1}$  tyder på C=O-sträckning. (Denna sträckning kan även ge övertoner vid  $3400\text{ cm}^{-1}$ ). Kan förväxlas med N-H sträckning.
  - b. Ett starkt och ofta brett band vid  $1100\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$  härrör från asymmetrisk C-O-C sträckning i t.ex. etrar och estrar.
  - c. Aromater ger ofta 2 band vid  $1600\text{ cm}^{-1}$  samt ett vid  $1500\text{ cm}^{-1}$ . Aromatsubstitutionen kan avgöras genom att studera området mellan  $1670\text{ cm}^{-1}$  och  $2000\text{ cm}^{-1}$  samt området mellan  $600\text{ cm}^{-1}$  och  $900\text{ cm}^{-1}$ .

## 7. Resultat

### 7.1. Studie av baspolymerer.

Vid studien har riktlinjerna i följande referenser använts för tolkning av spektra: [1, 18, 21]

#### 7.1.1 Polyolefiner – generell tolkning

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns C-H sträckningar i molekylen (alkan).

#### EPDM – Etenpropengummi

C-H deformation i alkan vid  $1467\text{ cm}^{-1}$ ,  $1377\text{ cm}^{-1}$ .

Toppen vid  $721\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns polyetensegment i polymeren ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n>4$ ).

#### HDPE

C-H deformation i alkan vid  $1464\text{ cm}^{-1}$ .

Dubbeltoppen  $730\text{ cm}^{-1}$  och  $719\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns polyetensegment i polymeren ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n>4$ ).

#### PPC

Toppen vid  $725\text{ cm}^{-1}$  visar att polyetensegment är närvarande. Vid jämförelse med PPH 100-GA01 syns detta tydligare då denna topp saknas i spektret för PPH. Etenmolekylerna i PPC ligger som block med långa kolkedjor därav topparna vid  $725\text{ cm}^{-1}$ .

C-H deformation i alkan syns i området mellan  $1374\text{ cm}^{-1}$  och  $1456\text{ cm}^{-1}$  dessa toppar visar metylgruppen i propen.

#### PPC 401-CB50, PPC 2600M

Dessa båda polymerer går inte att skilja åt med FTIR. Kompletterande spektra togs upp. För resultatet av detta se diskussionen (sid. 40).

#### PPH

C-H deformation i alkan vid  $1378\text{--}1458\text{ cm}^{-1}$  visar metylgruppen i propen.

I PPH finns inga polyetensegment därför saknas toppen vid  $725\text{ cm}^{-1}$ .

#### PPH 100-GA01, PPH 1102M

Dessa båda polymerer går inte att skilja åt med FTIR. För PPH togs inga kompletterande spektra då det antogs att resultatet skulle bli det samma som för PPC.

#### Tafmer A1050S

I spektret syns C-H deformation vid  $1303\text{ cm}^{-1}$ ,  $1379\text{ cm}^{-1}$  och  $1460\text{ cm}^{-1}$ . Toppen vid  $722\text{ cm}^{-1}$  visar polyetensegment ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n>4$ ). Topparna vid  $1460$ ,  $1379$  och  $771\text{ cm}^{-1}$  visar propylgruppen i molekylen [1].

## **TPO Adflex X100G**

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns C-H sträckningar i molekylen (alkan).

C-H deformationen syns vid  $1374\text{ cm}^{-1}$  och  $1455\text{ cm}^{-1}$ . Dubbeltoppen vid  $725\text{ cm}^{-1}$  visar polyetensegmenten ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n>4$ ).

### **7.1.2 Styrenplaster**

#### **PS**

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns C-H sträckningar i molekylen (alkan). C-H deformationen syns vid  $1376\text{ cm}^{-1}$  och  $1451\text{ cm}^{-1}$ .

Topparna i området mellan  $3200\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$  tillsammans med topparna vid  $1600\text{ cm}^{-1}$  och  $1500\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns en aromatringar i molekylen.

I spektret syns två toppar, en vid  $1602\text{ cm}^{-1}$  och den andra vid  $1493\text{ cm}^{-1}$  som visar att det finns aromatringar i polymerkedjorna. I området  $1670\text{--}2000\text{ cm}^{-1}$  syns den monosubstituerade aromaten. De två topparna  $1040$  och  $1080$  visar också monosubstitutionen. De två starka topparna vid  $701\text{ cm}^{-1}$  och  $755\text{ cm}^{-1}$  verifierar att det är en monosubstituerad aromat

#### **ABS - generell tolkning**

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns C-H sträckningar i molekylen (alkan). C-H deformationen syns vid  $1319\text{ cm}^{-1}$ ,  $1358\text{ cm}^{-1}$  och  $1448\text{ cm}^{-1}$ .

I spektret syns två toppar en vid  $1602\text{ cm}^{-1}$  och den andra vid  $1497\text{ cm}^{-1}$  som tillsammans med topparna i området mellan  $3200\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns aromatringar i polymerkedjorna. I området  $1670\text{--}2000\text{ cm}^{-1}$  syns det att det är en monosubstituerad aromat som övertonen påvisar. De två starka topparna vid  $701\text{ cm}^{-1}$  och  $762\text{ cm}^{-1}$  verifierar att det är en monosubstituerad aromat.

Toppen vid  $2241\text{ cm}^{-1}$  visar nitrilgruppen.

#### **ABS 717C, ABS 747**

Dessa två polymerer går inte att skilja åt med FTIR. Kompletterande spektrum togs upp. För resultatet av detta se diskussionen (sid. 37).

#### **ABS 777D**

Spektret för denna polymer har inte toppen på  $3297\text{ cm}^{-1}$  som ABS 717C och ABS 747 har. Ytterligare skillnader är topparna vid  $1810\text{ cm}^{-1}$ ,  $1775\text{ cm}^{-1}$ ,  $1710\text{ cm}^{-1}$  (stark),  $1384\text{ cm}^{-1}$  (stark),  $1186\text{ cm}^{-1}$  (stark).

I denna polymer finns  $\alpha$ -metylstyren (metylgrupp i ortoposition på aromatringen, vilket ger en stelare kolkedja). Ortosubstitutionen syns tydligt på den starka toppen vid  $1186\text{ cm}^{-1}$ . Spektren för ABS 717C och ABS 747 har inte denna starka topp

## **SAN 127 L150**

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns C-H sträckningar i molekylerna (alkan). C-H deformationen syns vid  $1367\text{ cm}^{-1}$  och  $1453\text{ cm}^{-1}$ .

I spektret syns två toppar en vid  $1605\text{ cm}^{-1}$  och den andra vid  $1494\text{ cm}^{-1}$  som tillsammans med topparna i området mellan  $3200\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns aromatringar i polymerkedjorna.

I området  $1670\text{ cm}^{-1}$  och  $2000\text{ cm}^{-1}$  syns det att det är en monosubstituerad aromat som övertonen påvisar. De två starka topparna vid  $702\text{ cm}^{-1}$  och  $761\text{ cm}^{-1}$  verifierar att det är en monosubstituerad aromat.

Toppen vid  $2238\text{ cm}^{-1}$  visar nitrilgruppen.

### **7.1.3. Polyamider**

N-H sträckning syns som en bred absorptions mellan  $3240\text{ cm}^{-1}$  och  $3350\text{ cm}^{-1}$ .

Toppen vid  $725\text{ cm}^{-1}$  visar polyetensegmenten ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n > 4$ ).

Det finns en stark absorptions mellan  $1700\text{ cm}^{-1}$  och  $1600\text{ cm}^{-1}$  som visar C=O sträckning.

Polyamiderna som analyserades är monosubstituerade amider, vilket syns i områdena  $1640\text{ cm}^{-1}$  till  $1710\text{ cm}^{-1}$  och  $1480\text{ cm}^{-1}$  till  $1590\text{ cm}^{-1}$ .

Topparna från C=O sträckningen och från den monosubstituerade amiden ligger i samma område därav den mycket starka intensiteten på dessa toppar.

### **PA6 D24**

PA6 har starkare intensitet i området mellan  $3410\text{ cm}^{-1}$  och  $2830\text{ cm}^{-1}$  än vad PA66 har. Följande toppar finns i spektret för PA 6 D24:  $1123\text{ cm}^{-1}$ ,  $1075\text{ cm}^{-1}$ ,  $978\text{ cm}^{-1}$ ,  $960\text{ cm}^{-1}$  och  $834\text{ cm}^{-1}$ . De nämnda topparna finns inte i spektret för PA66 A40.

Topparna från den monosubstituerade amiden syns vid  $1550\text{ cm}^{-1}$  och  $1660\text{ cm}^{-1}$ .

### **PA66 A40**

PA66 har starkare intensitet på toppen vid  $930\text{ cm}^{-1}$ . Följande toppar finns i spektret för PA 66 A40:  $1146\text{ cm}^{-1}$ ,  $1065\text{ cm}^{-1}$ ,  $1042\text{ cm}^{-1}$  och  $907\text{ cm}^{-1}$ . De nämnda topparna finns inte i spektret för PA6 D24.

Topparna från den monosubstituerade amiden syns vid  $1545\text{ cm}^{-1}$  och  $1650\text{ cm}^{-1}$ .

## 7.2. Studie av tillsatser

Vid studien har riktlinjerna i följande referenser använts för tolkning av spektrum: [1, 18, 21]

### Talk

Spektrat har två toppar, en medium vid  $3662\text{ cm}^{-1}$  och en stark vid  $3678\text{ cm}^{-1}$ . Det har även ett brett band vid  $1000\text{--}1050\text{ cm}^{-1}$  och ett starkt band vid  $668\text{ cm}^{-1}$ .

### Tinuvin 770

Tinuvin 770 är en sekundär amin. Toppen vid  $3322\text{ cm}^{-1}$  visar N-H-sträckningen. Toppen vid  $1507\text{ cm}^{-1}$  och  $1111\text{ cm}^{-1}$  stärker antagandet om att det är en sekundär amin.

De starka banden vid  $1720\text{ cm}^{-1}$  och  $1240\text{ cm}^{-1}$  kommer från estergrupperna.

Dubbeltoppen vid  $720\text{--}740\text{ cm}^{-1}$  visar polyetensegmenten ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n > 4$ ) mellan estergrupperna.

### TiO<sub>2</sub>

Spektrat för TiO<sub>2</sub> har en stark topp vid  $1264\text{ cm}^{-1}$  och ett brett band vid  $3320\text{ cm}^{-1}$ .

### EBS-vax

EBS-vax är en sekundär amin. Toppen vid  $3302\text{ cm}^{-1}$  visar N-H-sträckning. Topparna vid  $1557\text{ cm}^{-1}$  och  $1117\text{ cm}^{-1}$  stärker antagandet om sekundär amin.

Toppen vid  $718\text{ cm}^{-1}$  visar att det är en lång kolkedja. Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  är C-H-sträckning i alkan. Toppen vid  $1472\text{ cm}^{-1}$  visar metylgrupperna.

Det EBS-vax som tolkades har handelsnamnet Waxo N.

### Wollastonit

Spektrat har en bred absorptions vid ca  $3100\text{ cm}^{-1}$ . Topparna vid  $1910\text{ cm}^{-1}$ ,  $1455\text{ cm}^{-1}$  samt området mellan  $900\text{ cm}^{-1}$  och  $1100\text{ cm}^{-1}$ .

### 7.3 Metodtest: Studie av modifierade polymerer.

Vid studien har de spektrum som tidigare upptagits samt följande referenser använts för tolkning: [1, 18, 21]

Vid studien av de modifierade polymererna erhöles elva okända plastcompounds. Uppgiften som gavs var att de okända proverna skulle identifieras genom att studera de tidigare upptagna spektrerna.

Efter att spektrerna från de modifierade polymererna tolkats erhöles facit från handledarna på Polykemi. Därefter gjordes ytterligare tolkning med facit i hand.

#### Okänt prov 1

Provet identifieras som POM med Tinuvin 770.

Följande toppar stämmer överens med POM:

- Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns C-H sträckningar i molekylerna (alkan).
- Toppen  $2025\text{ cm}^{-1}$  stämmer överens för POM och det okända provet men toppen är oidentifierad. Toppen vid  $1470\text{ cm}^{-1}$  och de två topparna långt ned vid  $634\text{ cm}^{-1}$  och  $460\text{ cm}^{-1}$  stämmer överens med POM.
- Det finns fler toppar som stämmer mycket bra men de ovan är de som utmärker sig.

Följande toppar stämmer överens med Tinuvin:

- Topparna vid  $3323\text{ cm}^{-1}$  (N-H-sträckning) och  $1720\text{ cm}^{-1}$ , båda topparna saknas i spektret för POM.

De två topparna vid  $1597\text{ cm}^{-1}$ ,  $1534\text{ cm}^{-1}$  är oidentifierade i provet.

Facit:

- POM
- TPU Pellethane

Vid tolkningen av det okända provet antogs att plastcompoundet enbart innehöll en baspolymer. Därför valdes Tinuvin 770 och inte TPU Pellethane.

TPU Pellethane har en topp vid  $1720\text{ cm}^{-1}$  precis som Tinuvin 770. Toppen visar att en estergrupp finns både i TPU Pellethane och Tinuvin 770.

Toppen vid  $3339\text{ cm}^{-1}$  visar N-H-sträckning i TPU Pellethane. Toppen vid  $2025\text{ cm}^{-1}$  för det okända provet stämmer överens med samma topp i spektret för TPU Pellethane.

Topparna över  $3000\text{ cm}^{-1}$ ,  $1534\text{ cm}^{-1}$ ,  $1597\text{ cm}^{-1}$  och  $1470\text{ cm}^{-1}$  visar aromatingarna i TPU.

#### Okänt prov 2

Provet identifieras som ABS 717C med SBS.

Spektret för det okända provet skiljer sig från SBS i området mellan  $1376\text{--}900\text{ cm}^{-1}$ .

Spektrerna för ABS och det okända provet stämmer mycket bra överens för övrigt.

Facit:

- ABS S20
- $\text{TiO}_2$

Efter utbränning av det okända provet så kunde vi konstatera att det var  $\text{TiO}_2$ . Med god plastkännedom är det lätt att anta om ett compound innehåller  $\text{TiO}_2$ . Ren  $\text{TiO}_2$  är vit men då det blandas med en lätt färgad polymer får polymeren en gråaktig färg (se bild 4). Vid liten tillsats av  $\text{TiO}_2$  fås även ett gråaktigt plastcompound.



Bild 4: Från vänster: ABS med  $\text{TiO}_2$ , ABS och  $\text{TiO}_2$ -pulver.

### Okänt prov 3

Provet identifieras som PPH med talk.

Vid tolkning av spektra från okänt prov hittades inget fyllmedel. Efter utbränning av provet kunde vi identifiera fyllmedlet som talk.

Vid jämförelse av spektret för det utbrända provet syns en topp vid  $3678 \text{ cm}^{-1}$  denna topp finns även i spektret för talk.

Området  $2000\text{-}1600 \text{ cm}^{-1}$  liknar varandra mycket i spektrerna för det utbrända provet och talk. Den breda toppen vid  $1040 \text{ cm}^{-1}$  och toppen vid  $670 \text{ cm}^{-1}$  är gemensamma för utbränt prov och talk.

Facit:

TPE bestående av:

- 88 % PPC
- 10 % Tafmer
- 2 % talk

Topparna vid  $1045 \text{ cm}^{-1}$  och  $1018 \text{ cm}^{-1}$  finns i både PPC och det okända provet. Inblandning av Tafmer går inte att se i spektret för det okända provet.

### Okänt prov 4

Provet identifieras som PBT med talk.

Följande toppar stämmer överens vid jämförelse av spektrerna för det okända provet och PBT:

- Topparna i området mellan  $3000 \text{ cm}^{-1}$  och  $2800 \text{ cm}^{-1}$  visar C-H-sträckningar.
- Topparna i området mellan  $3200 \text{ cm}^{-1}$  och  $3000 \text{ cm}^{-1}$  tillsammans med topparna vid  $1578 \text{ cm}^{-1}$  och  $1505 \text{ cm}^{-1}$  visar aromatringen i PBT. P.g.a. överlappning från karbonylgruppens starka band går det inte att avgöra aromatsubstitutionen genom att studera området mellan  $1670 \text{ cm}^{-1}$  och  $2000 \text{ cm}^{-1}$ .
- Det breda bandet vid  $1710 \text{ cm}^{-1}$  visar C=O (karbonylgruppen) sträckningen som ger övertoner vid  $3400 \text{ cm}^{-1}$ .
- Området  $1500 \text{ cm}^{-1}$  till  $1070 \text{ cm}^{-1}$  stämmer mycket bra.
- Spektrerna skiljer sig mellan  $1070 \text{ cm}^{-1}$  och  $950 \text{ cm}^{-1}$ .

Följande toppar stämmer överens vid jämförelse av spektrerna för det okända provet och talk:

- Topparna vid  $3678\text{ cm}^{-1}$  och  $670\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns talk i det okända provet.
- Skillnaden, i området mellan  $1070\text{ cm}^{-1}$  och  $950\text{ cm}^{-1}$ , som observerats vid jämförelse mellan spektrerna för det okända provet och PBT stämmer bra vid jämförelse mellan spektrerna för det okända provet och talk.

Facit:

- PBT med talk.

### **Okänt prov 5**

Provet identifieras som TPO Adflex med krita Mikhart.

- Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar C-H-sträckningar i alkan.

$1165\text{ cm}^{-1}$ ,  $997\text{ cm}^{-1}$ ,  $972\text{ cm}^{-1}$ ,  $841\text{ cm}^{-1}$ ,  $809\text{ cm}^{-1}$  stämmer överens vid jämförelse av TPO Adflex och okänt prov.

Dubbeltoppen  $729\text{-}721\text{ cm}^{-1}$  visar polyetensegment ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n>4$ ) och stämmer överens vid jämförelse av spektrerna för TPO och okänt prov.

Vid jämförelse mellan okänt prov och krita sammanfaller topparna vid  $2514\text{ cm}^{-1}$ ,  $1798\text{ cm}^{-1}$ ,  $876\text{ cm}^{-1}$  och  $712\text{ cm}^{-1}$ . Den breda absorptionsen ( $1777\text{ cm}^{-1}$  till  $1023\text{ cm}^{-1}$ ) i spektret för okänt prov kopplas till den liknande absorptionsen i spektret ( $1768\text{ cm}^{-1}$  till  $1216\text{ cm}^{-1}$ ) för krita.

Facit:

- PPC med krita.

Antagandet om TPO Adflex gjordes p.g.a. likheterna i topparna vid  $729\text{ cm}^{-1}$  och  $721\text{ cm}^{-1}$ . Vid närmare studie är det tydligt att PPC stämmer bättre överens med det okända provet.

### **Okänt prov 6**

Provet identifieras som PPC med talk.

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  och topparna  $1457\text{ cm}^{-1}$ ,  $1377\text{ cm}^{-1}$ ,  $1168\text{ cm}^{-1}$  och  $840\text{ cm}^{-1}$  stämmer bra överens vid jämförelse av det okända provet och PPC.

Vid  $725\text{ cm}^{-1}$  finns toppen som visar polyetensegment ( $[-\text{CH}_2-]_n$ ;  $n>4$ ).

Toppen vid  $3678\text{ cm}^{-1}$  för det okända provet stämmer överens med samma topp i talk. Den breda absorptionsen ( $1135\text{ cm}^{-1}$  till  $909\text{ cm}^{-1}$ ) i spektret för okänt prov kopplas till den liknande absorptionsen i spektret ( $1126\text{ cm}^{-1}$  till  $909\text{ cm}^{-1}$ ) för talk.

Facit:

- PPC 21 %
- PPH 48 %
- Tafmer 11 %
- Talk 20 %

Det går inte att se närvaron av PPH i PPC. Närvaron av Tafmer går inte att se.

### Okänt prov 7

Provet identifieras som EPDM med BaSO<sub>4</sub>.

Topparna i området mellan 3000 cm<sup>-1</sup> och 2800 cm<sup>-1</sup> visar C-H-sträckning i alkan. Topparna vid 1467 cm<sup>-1</sup> och 1377 cm<sup>-1</sup> visar C-H deformation i alkan.

Området mellan 1331-831 cm<sup>-1</sup> för det okända provet och området för 1331-936 cm<sup>-1</sup> för BaSO<sub>4</sub> ser likadant ut.

Den starka toppen för BaSO<sub>4</sub> vid 983 cm<sup>-1</sup> syns även i spektret för det okända provet.

Facit:

- PE med BaSO<sub>4</sub>

Vi har inte tagit upp spektra för LDPE. Med god polymerkunskap kan man att det är återvunnen kvalitet av LDPE. Toppen vid 1700 cm<sup>-1</sup> visar en oxidationsprodukt i LDPE med bl.a. C=O.

Dubbeltoppen vid 725 cm<sup>-1</sup> är tydlig i både det okända provet och det spektra som tagits upp för HDPE.

### Okänt prov 8

Provet identifieras som PPH med Closite lera.

Jämförelse av spektrerna för okänt prov och PPH visade att följande toppar var gemensamma:

Topparna i området mellan 3000 cm<sup>-1</sup> och 2800 cm<sup>-1</sup> som visar C-H-sträckning i alkan.

C-H deformation i alkan syns vid 1458 cm<sup>-1</sup> och toppen vid 1378 cm<sup>-1</sup> visar metylgruppen i propen.

Vid närmare studie av området mellan 2800 cm<sup>-1</sup> och 3000 cm<sup>-1</sup> observerades en skillnad mellan PPH och PPC. I spektret för PPH finns en absorbans vid 2855 cm<sup>-1</sup> som inte finns i spektret för PPC. Denna absorbans finns även i det okända provet vilket stärker antagandet om att det är PPH. Spektret för PPH saknar toppen vid 725 cm<sup>-1</sup> som visar polyetensegment ( $[-CH_2-]_n$ ;  $n > 4$ ), denna topp saknas även i spektret för det okända provet.

Inget fyllmedel kunde kopplas till det okända provet. Efter utbränning av provet jämfördes spektret för det utbrända okända provet med Closite lera. Då visade det sig att följande toppar sammanföll, det breda bandet 3732-3564 cm<sup>-1</sup> och området mellan 1790-1540 cm<sup>-1</sup> där bl.a. följande toppar sammanfaller 1654 cm<sup>-1</sup>, 1647 cm<sup>-1</sup> och 1638 cm<sup>-1</sup>, även området mellan 1220-957 cm<sup>-1</sup> sammanfaller.

Det fanns toppar som saknades i det utbrända provet, jämfört med spektret för Closite lera (obränd), p.g.a. att den organiska ytbehandlingen på Closite leran har bränts ut.

Facit:

- PPH 92 %
- Lera 5 %
- PP-g-MAH 3 %

PP-g-MAH innebär maleinsyraanhydridympad polypropen, anhydriden syns mellan 1800 cm<sup>-1</sup> och 1860 cm<sup>-1</sup>. Anhydriden är reagerad med leran och ger därför inga starka toppar.

### Okänt prov 9

Provet identifieras som PA66 A40 med Waxo N. För tolkning av spektret se tolkningen av baspolymeren PA66.

I området  $3610-1186\text{ cm}^{-1}$  kan man se att spektrerna liknar varandra, fast styrkan skiljer sig åt. I PA66 finns amidgrupper vilket också finns i Waxo N, detta gör att topparna i PA66 förstärks vilket kan ses i spektret vid bl.a.  $3600-2750\text{ cm}^{-1}$ . Likheter finns även vid toppen  $959\text{ cm}^{-1}$  som har likartade skuldror både i det okända provet och Waxo N

Facit:

- PA6 med  $\text{TiO}_2$

PA66 valdes vid tolkningen eftersom det antogs att de gemensamma topparna för Waxo N och PA66 förstärks och ger ett spektra liknande det okända provet. Efter noggrannare studie av spektrerna är det tydligt att det är PA6.

Efter utbränning konstaterades att  $\text{TiO}_2$  är ett pigment i plastcompoundet.

### Okänt prov 10

Provet identifieras som TPO Adflex med krita Mikhart.

Topparna i området mellan  $3000\text{ cm}^{-1}$  och  $2800\text{ cm}^{-1}$  visar C-H-sträckning i alkan.

$1165\text{ cm}^{-1}$ ,  $997\text{ cm}^{-1}$ ,  $841\text{ cm}^{-1}$ ,  $809\text{ cm}^{-1}$  stämmer överens vid jämförelse av TPO och okänt prov.

Vid jämförelse mellan okänt prov och krita sammanfaller topparna vid  $2514\text{ cm}^{-1}$ ,  $1798\text{ cm}^{-1}$ ,  $876\text{ cm}^{-1}$  och  $712\text{ cm}^{-1}$ .

Den breda toppen ( $1777\text{ cm}^{-1}$  till  $1084\text{ cm}^{-1}$ ) i spektrat för okänt prov kopplas till liknande topp i spektrat ( $1768\text{ cm}^{-1}$  till  $1216\text{ cm}^{-1}$ ) för krita.

Facit:

- PPH 13 %
- SBS 26 %
- SEBS 4 %
- Krita 33 %
- Paraffinolja 24 %

Topparna i området mellan  $3200\text{ cm}^{-1}$  och  $3000\text{ cm}^{-1}$  visar att det finns aromatringer. Det finns antydning till aromatsubstitutionen mellan  $2000\text{ cm}^{-1}$  och  $1700\text{ cm}^{-1}$  men denna är svår att tyda.

Paraffinoljan förvillade oss vid tolkningen att tro att det är TPO Adflex.

Inga spektrum har upptagits på SEBS (Styren-eten-buten-styren) och paraffinolja.

### **Okänt prov 11**

Provet identifieras som PA66 med Wollastonit.

För tolkning av spektrat se baspolymeren PA66.

Efter utbränning av provet konstaterades att fyllmedlet var Wollastonit. Vid jämförelse av spektrerna för Wollastonit och det utbrända provet sågs att följande toppar stämde mycket bra överens: absorbansen mellan  $3664\text{ cm}^{-1}$  och  $2476\text{ cm}^{-1}$ , toppen  $1906\text{ cm}^{-1}$  samt bandet mellan  $1594\text{ cm}^{-1}$  och  $735\text{ cm}^{-1}$ .

Facit:

- PA66 69 %
- PA6 8 %
- Fusabond 8 %
- Wollastonit 15 %

Inget spektrum har upptagits på Fusabond (maleinsyraympad POE (Engage)).

## 8. Diskussion/slutsats

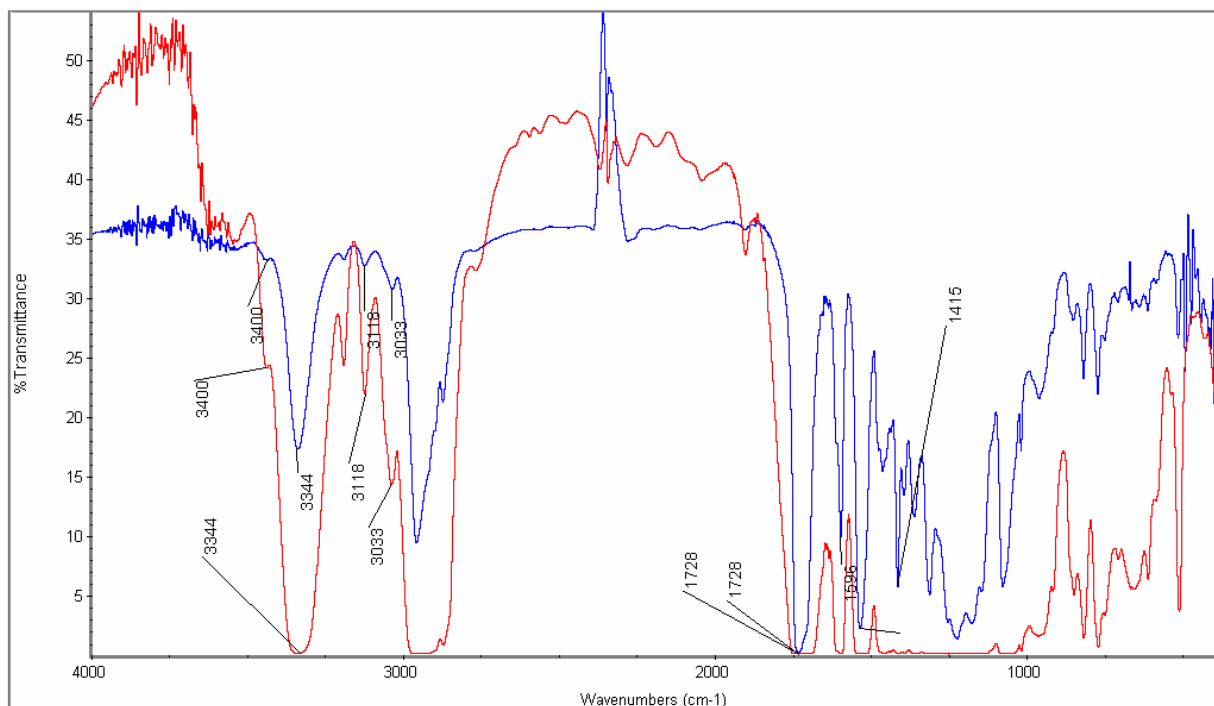
I de första spektrum som togs upp för de polymerer som inte går att skilja åt fanns intensitetsskillnader. För att se om dessa intensitetsskillnader var användbara för att möjliggöra särskiljning togs ytterligare spektrum upp.

Efter att ha tagit upp kompletterande spektra kunde det konstateras att de intensitetsskillnader som iakttagits inte kunde användas för särskiljning av polymererna. Intensitetsskillnader fanns även då kompletterande spektra och "original" spektra jämfördes för respektive polymer. Slutsatsen är att tjockleken på plastfilmen ger intensitetsskillnaderna.

För att få tjockare plastfilmer användes ett lägre tryck vid beredning av filmen. Det tryck som användes var 6 ton. När detta lägre tryck användes konstaterades det att filmen släppte lättare från "beredningsverktyget". Alltså är ett lägre tryck vid beredning av film att rekommendera för att möjliggöra en snabbare analys av naturfärgade polymerer. Om polymeren däremot är färgad kan en tjockare film vara svår att lysa igenom och därmed kan de små skillnaderna som kan vara avgörande för en analys försvinna.

Vissa spektra var svåra att tolka då topparna hade så hög intensitet att det inte gick att se om de t.ex. var dubbeltoppar. För att möjliggöra tolkning av dessa spektra togs spektra upp på Malmö Högskolas FTIR instrument.

För TPU Pellethane blev det spektra som togs upp på Malmö Högskola tydligare än det som tagits upp på Polykemi (se spektrum 1). För PA6, PA66, PBT och POM blev spektrerna inte tydligare.



Spektrum 1: Blå kurva visar TPU-spektrum upptaget på MAH och röd kurva visar TPU-spektrum upptaget på Polykemi.

Vid studien av de modifierade polymererna brändes ett antal prover ut för att identifiera oorganiska fyllmedel i plastcompoundet. Detta gjordes dock inte från början för alla prover. I efterhand kan det konstateras att utbränning av okända prover är att rekommendera för att underlätta identifikation av fyllmedel.

## 9. Referenser

1. Skoog, Holler och Nieman. Principles of Instrumental analysis, femte upplagan. Thomson Learning. 1998.
2. Truedsson, L.-Å. Infrarödspektrofotometri, 2002.
3. IFP Research,  
<http://www.ifpsicomp.se/ARKIV/prodblad/Materialanalys%20FTIR.pdf>. 060607.
4. Wesslén. Polymerteknologi, Syntetiska polymerer och polysackarider. KFS i Lund AB. 1997.
5. Stevens, M.P. Polymer Chemistry, an introduction, tredje upplagan. Oxford University Press. 1999 .
6. Klason, C. Kubát, J. Plaster, Materialval och materialdata, femte upplagan. Industrilitteratur AB. 2001.
7. Edshammar, L.-E. Plasthandboken – en materialguide för industrin. Industrilitteratur AB, 2002.
8. National Encyklopedin, [http://www.ne.se/jsp/search/article.jsp?i\\_art\\_id=284185](http://www.ne.se/jsp/search/article.jsp?i_art_id=284185), 060721.
9. Kemiska ämnen, <http://kemi.prevent.se>. 060619
10. Strömvall, H.-E. Producera i plast. Industrilitteratur AB. 2002.
11. Plastinformationsrådet. <http://www.plastinformation.com>. 060621
12. Nationalencyklopedin, [www.ne.se](http://www.ne.se), uppslagsord: Krita. 060621
13. Nationalencyklopedin, [www.ne.se](http://www.ne.se), uppslagsord: Bariumsulfat. 060621
14. Bonniers uppslagsverk, tredje upplagan. Bokförlaget Bra Böcker AB, 1983.
15. Tricorona. <http://www.tricorona.se/files/ar2005.pdf> . 060706
16. CDM. [http://www.cdm.se/produkter/specialkemi/gummi\\_och\\_plast/](http://www.cdm.se/produkter/specialkemi/gummi_och_plast/), 060707
17. Konstruktörslotsen.  
<http://lotsen.ivf.se/?path=/KonsLotsen/Bok/Kap2/Materialkategorier/Polymerer.html>  
060710
18. Truedsson, L.-Å. Analys av spektrum som vägledning vid identifikation, 2003.
19. Bower, D.I. Maddams, W.F. The vibrational spectroscopy of polymers. Cambridge University press. 1989
20. Kemikalieinspektionen, [www.kemi.se](http://www.kemi.se), 060808
21. Early infrared spectroscopy. Perkin Elmer.
22. SpecialChem S. A., <http://www.specialchem4polymers.com>, 060808.