

Bestimmung der IR-Kristallinität von PTFE

Einige Thermoplaste wie PTFE zeigen beim Erstarren aus der Schmelze oder bei Ausscheiden aus einer Lösung heraus eine gewisse Ordnung der Molekülketten, was durch die Kristallinität der Probe, also den Anteil von in Kristalliten vorliegendem Polymer am Gesamtpolymer, mathematisch beschrieben werden kann. Die Kristallinität eines Polymers hat Einfluss auf seine optischen, thermischen, mechanischen und chemischen Eigenschaften und ist somit eine wichtige Kenngröße für Polymere. Im Folgenden wird die Kristallinität einer PTFE-Probe mithilfe der Infrarotspektroskopie ermittelt.

Geräte:

Infrarotspektrometer, Probenhalter

Chemikalien:

PTFE-Folie (d = 0,05 - 0,1 mm)

Durchführung:

Die PTFE-Folie wird in das Infrarotspektrometer eingebracht und gemessen. Die IR-Kristallinität lässt sich nun wie folgt berechnen:

$$X_{cr} = 100 - 25[1/(T_{775} * T_{2380}) - 1/(T_b * T_{2380})] \quad (1)$$

X_{cr} = Kristallinität (in %)

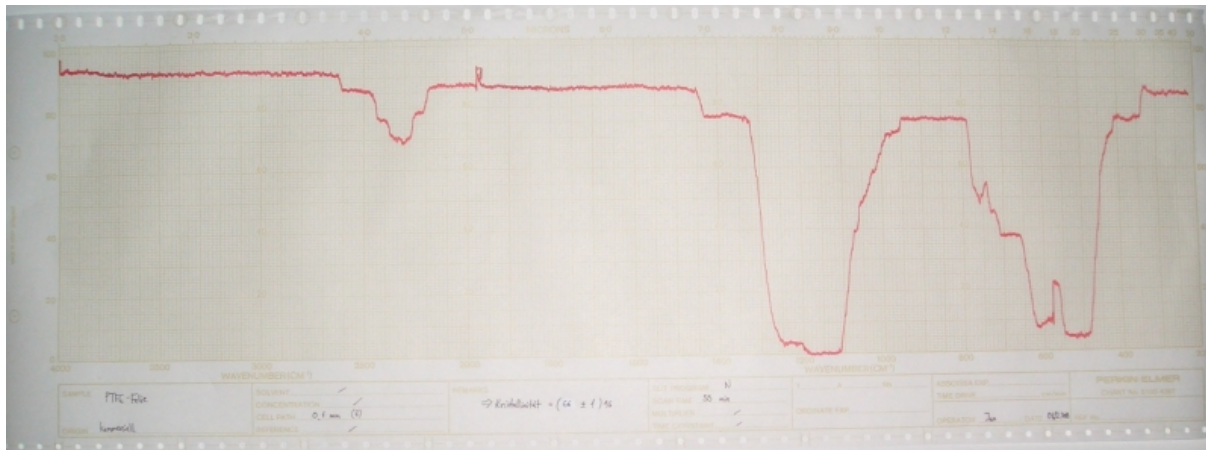
T_n = Transmission bei Wellenzahl $n \text{ cm}^{-1}$

T_b = Transmissionswert der Basislinie

Erklärung:

(Teil)kristalline Polymere haben von Deformationsschwingungen herrührende Peaks in ihren Infrarotspektren, die amorphe Polymere nicht aufweisen. Andererseits können auch amorphe Polymere Peaks haben, die kristalline Polymere nicht aufweisen. In diesem Fall empfiehlt es sich, den amorphen Peak bei 775 cm^{-1} zu verwenden. Die Transmission bei solchen Peaks muss normiert werden durch einen von der Kristallinität unabhängigen Peak als internen Standard und ist umgekehrt proportional zum Anteil des amorphen Polymers am Gesamtpolymer, sodass so die Kristallinität einer Probe errechnet werden kann.

Bild:



Infrarotspektrum einer 0,1 mm dicken PTFE-Folie, aufgenommen mit einem Perkin-Elmer 457 Infrarotspektrometer, Spaltprogramm N, Aufnahmezeit 55 min. Daraus lassen sich folgende Werte ablesen:

$$T_{775} = 48\%$$

$$T_b = 86\%$$

$$T_{2380} = 68\%$$

Die Kristallinität der Probe beträgt somit 66% und liegt im unteren bis mittleren Bereich der für kommerziell erhältliches PTFE üblichen Kristallinität (60 - 80%).

Quelle:

(1) Perelygin, I. S., et al. "Determination of the crystallinity of polytetrafluoroethylene from infrared absorption spectra." *J. Appl. Spectros.* Vol. 24, No. 6, 732-734. DOI: 10.1007/BF00612210