

SPINNFILTER ANALYSE

Aus Filterrückständen lernen

AUFGABENSTELLUNG

Verunreinigungen im Polymer führen bei der Chemiefaserproduktion immer mal wieder zu Spinnproblemen. Filter halten zwar viele (vor allem größere) Teilchen zurück, allerdings finden kleinere oder gelartige Verunreinigungen ihren Weg durch den Filter. Werden viele Partikel zurückgehalten, kommt es außerdem zu einem frühen Druckanstieg und der Filter muss vorzeitig gewechselt werden. Das Polymer wird durch Filter zwar gereinigt, die Ursache bleibt aber unbekannt.

LÖSUNG

Der Analytik Service Obernburg setzt hier mikroskopische Techniken an Querschliffen ein, um den Filterrückständen auf die Spur zu kommen.

Branchen

Chemiefaser
Kunststoffverarbeiter

Analyseziele

Prozessoptimierung
Produktoptimierung
Schadensfallanalyse

Materialien

Filtersiebe
Verunreinigte
Polymere

Analyseverfahren

Lichtmikroskopie
Rasterelektronen-
mikroskopie
(REM-EDX)

Ergänzende Verfahren

FTIR-Spektroskopie

Ähnliche Fragestellungen

Feststoffe in
Flüssigkeiten
Einschlüsse



BEISPIEL - LICHTMIKROSKOPISCHE ANALYSE

Nach dem Polieren des Querschnitts erkennt man in Reflexionsbeleuchtung die Filterdrähte, allerdings sind die Rückstände schlecht erkennbar (Abb. 1). Durch Verwendung polarisierten Lichts erhält man die Eigenfarbe der Rückstände. Der Ruß erscheint hier schwarz. Mit Hilfe der Fluoreszenz lässt sich häufig abgebautes Polymer nachweisen, das sich bei genügendem Druckaufbau durch die Öffnungen des Filters hindurchdrücken lässt. Die Farbe lässt sich mit der Stärke der Schädigung korrelieren.

BEISPIEL - MATERIALIDENTIFIZIERUNG MIT RASTERELEKTRONENMIKROSKOPIE / EDX

Eine Materialidentifizierung der Rückstände erfolgt mit Hilfe von Spektren der Röntgenanalytik (EDX) im Rasterelektronenmikroskop (REM). Dies ist für einfache Rückstände, z.B. mineralische Verunreinigungen ausreichend. Ist der Aufbau hingegen komplizierter, können Elementverteilungsbilder helfen den Aufbau zu verstehen. Im obigen Fall (Abb. 2) stammt der Rückstand von der Wand des Reaktionsbehälters, in dem das Polymer synthetisiert wurde, wobei im gleichen Behälter hintereinander verschiedene Polymertypen hergestellt wurden. Manganphosphat bzw. Antimon sind typische Katalysatoren bei der Polyesterherstellung, während Titandioxid als Weißpigment eingesetzt wird.

VORTEIL

Das beschriebene Verfahren gestattet eine Visualisierung und Identifizierung von Filterrückständen. Dadurch können Ursachen für Verunreinigungen analysiert und Prozesse optimiert werden. Durch die Filtration werden die Verunreinigungen aufkonzentriert. Das Verfahren ist in abgewandelter Form auch geeignet, um Feststoffe aus Flüssigkeiten zu separieren und zu untersuchen. Beim Analytik Service Obernburg steht darüber hinaus ein umfangreiches Know-How für andere mikroskopische und spektroskopische Verfahren zur Verfügung.

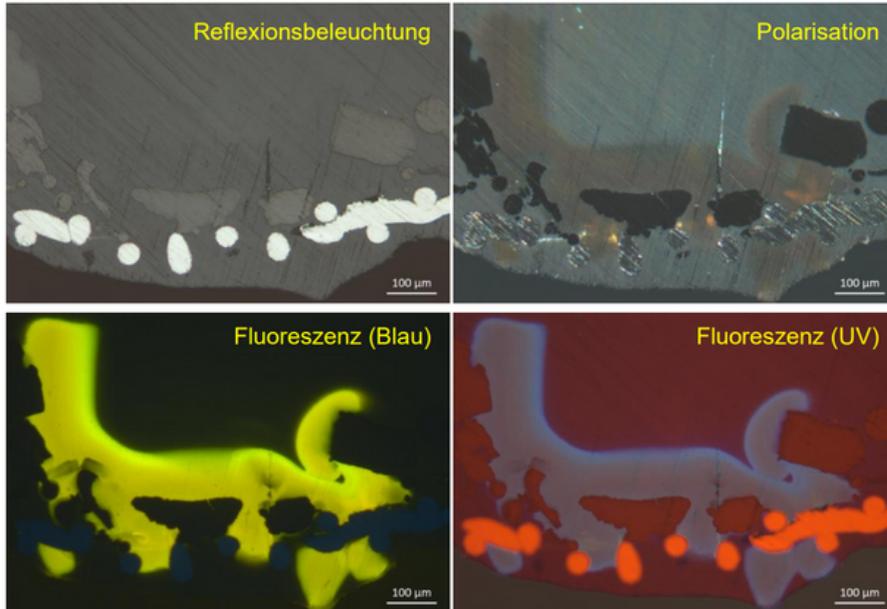


Abb. 1: Polierter Siebquerschnitt mit Rußpartikeln (schwarz) und abgebautem Polymer (Fluoreszenzaufnahmen)

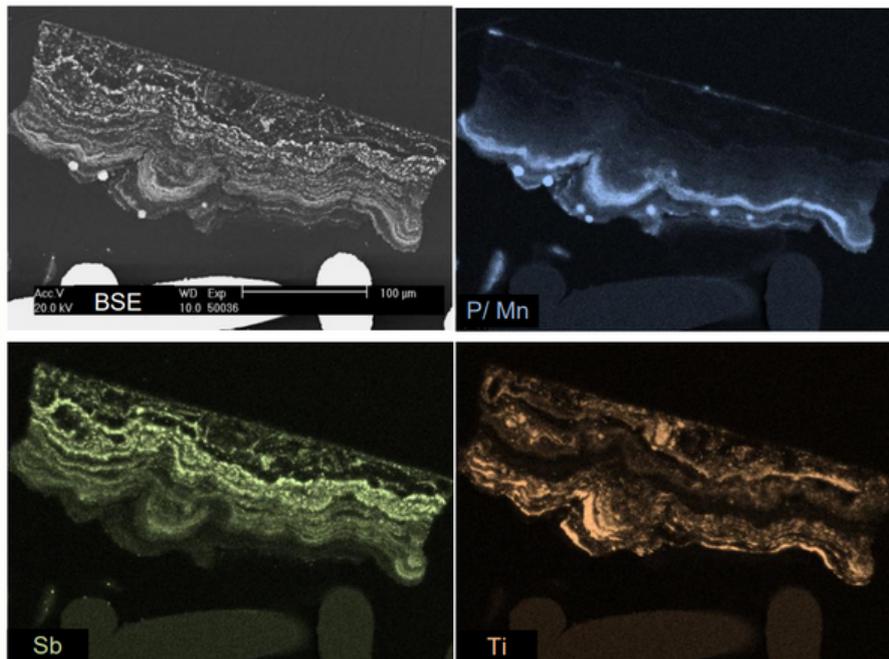


Abb. 2: Materialkontrast (BSE) und Verteilungsbilder ausgewählter Elemente