

Вимірювання характеристичної в'язкості для оптимізації виробництва пластиків

Ключові слова: Полімер, пластик, ISO 1628, PBT, ПБТ, PET, ПЕТ, поліестер, дакрон, майлар, лавсан, в'язкість, віскозиметр

Визначення характеристичної в'язкості (Intrinsic Viscosity -IV) пластиків є край важливим, оскільки від цього параметру залежать властивості матеріалу. Під час обробки структура полімеру може змінюватися, що може спричинити зміну властивостей кінцевого продукту, роблячи його непридатним для бажаного застосування. Lovis 2000M допомагає контролювати ці зміни для забезпечення найвищої якості Ваших продуктів.



1 Пластики та їх властивості

Термін "пластик" описує широкий спектр матеріалів з яких найвідомішими є ПЕТ, ПБТ, ПВХ та поліамід. Пластики виготовляються з полімерів, які є макромолекулами й складаються з повторюваних одиниць - мономерів (рис. 1). Тип мономеру і кінцевий розмір/довжина ланцюга полімеру будуть визначати властивості матеріалу і, отже, тип застосування.

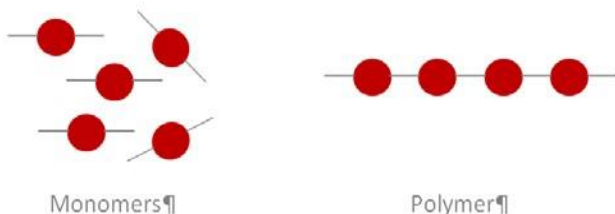


Рисунок 1. Полімер складається з мономерів, які повторюються.

Під час обробки, навантаження може призвести до структурних змін полімерів, переважно до зміни довжини ланцюга. Внаслідок структурних змін властивості виготовлених деталей можуть сильно відрізнятись від властивостей сировини. У більшості випадків це означає, що виготовлений

продукт більше не можна використовувати для бажаного застосування.

Властивості полімерів шляхом визначення певних параметрів якості контролюються в різних галузях, як у дослідницьких цілях, так і в процесі виготовлення і переробки полімерів для:

- Характеристики сировини та кінцевої продукції
- Оптимізації хімічних і фізичних властивостей
- Плануванні виробничих потужностей для проведення полімеризації
- Визначення параметрів процесу полімеризації
- Контролю якості сировини та кінцевих продуктів
- Уникнення браку

Віскозиметрія розбавлених розчинів

Один з методів, який можна використовувати для контролю якості пластиків, це віскозиметрія розбавлених розчинів. Полімер розводять у відповідному розчиннику, вимірюють в'язкість розчину полімеру і знаходять відношення між в'язкістю розчину та чистого розчинника. Таким чином вимірюється відносна в'язкість, основний параметр, з якого можна обчислити багато інших. Найбільш цікавою є характеристична в'язкість, яка пов'язана з молярною масою полімеру.

Lovis 2000M ідеально підходить для визначення властивостей полімерів з використанням віскозиметрії розбавлених розчинів, оскільки цей пристрій пропонує безліч функцій, які роблять вимірювання легкими та зручними:

- Програмне забезпечення для автоматичного розрахунку всіх бажаних параметрів полімерів
- Низьке споживання зразка/розчинника зменшує контакт з небезпечними хімікатами
- Висока хімічна стійкість

- Опціональне підключення автоподавача для автоматичної заміни зразка з метою підвищення пропускної здатності

У цьому звіті представлені вимірювання характеристичної в'язкості полібутилентерефталату (ПБТ), включаючи процедуру підготовки зразків.

2 Зразки та їх підготовка

Характеристична в'язкість [мл/г] вихідної сировини та кінцевої форми ПБТ вимірювалась, оскільки кінцевий продукт показував погані характеристики при застосуванні (відбувся розрив матеріалу в результаті навантаження). Зразки та хімічні речовини, які використовувалися, описано в таблиці 1.

Зразок та розчинники	Опис
Зразок	Полібутилентерефталат (ПБТ), сирий та оброблений
Розчинник 1	Діхлоруксусна кислота (DCA), для розчинення та вимивання зразка
Розчинник 2	Етанол для видалення розчинника перед сушінням

Таблиця 1. Зразок та розчинники, які використовувались

2.1 Підготовка зразка

Зразки готували згідно з вимогами ISO 1628-5, загального тест-методу для визначення в'язкості термопластів.

Сировина являє собою дрібні гранули, тоді як кінцевий продукт має бути подрібненим перед тестуванням, оскільки це один шмат пластику.

Порада: Подрібнення або розтирання може скоротити процес розчинення за рахунок більшої поверхні контакту. Більш того, це збільшує однорідність.

0,250 г зразка заповнили в градуйовану колбу на 50 мл і виміряли масу ($d = 0,1$ мг, табл. 1). Додавалася магнітна мішалка і приблизно 25 мл DCA і колба закривалася. Для розчинення зразок перемішувався на гарячій плитці при температурі 100 °С. Після приблизно 60 хв зразок повністю розчинявся і колбу знімали з гарячої плитки і охолоджували до кімнатної температури.

Порада: Час розчинення може змінюватися в залежності від типу полімеру та розміру гранул матеріалу. Завжди перевіряйте розчин на наявність нерозчинених частинок та прозорість.

Після видалення магнітної мішалки, колбу повністю заповнювали DCA, що призводило до концентрації 0,005 г/мл. Щоб уникнути градієнтів концентрації, колба ретельно струшувалася перед проведенням

вимірювань. Чистий розчинник обробляли таким самим чином, як і зразок. Кожен з зразків розчиняли по три рази.

Порада: Підготовка зразків є важливим кроком, оскільки помилки, які виникають на цьому етапі, призведуть до неправильних результатів і/або поганої відтворюваності.

3 Вимірювання

В цьому розділі описана процедура налаштування інструменту та метод вимірювання.

3.1 Налаштування інструменту

Для вимірювань використовувався Lovis 2000M в проточному режимі.

- Капіляр: 1.8 мм скло
- Матеріал кульки: сталь, вкрита золотом
- Ущільнювальне кільце: Kalrez

Можна замовити комплект для поліпшення хімічної стійкості, який включає партію покритих золотом кульок та ущільнювальні кільця Kalrez®.



Рисунок 2. Lovis 2000M в проточному режимі.

3.2 Налаштування методу вимірювання

- Метод вимірювання: Полімер
- Температура: 25 °С
- Кількість циклів вимірювання: 3
- Кут нахилу: 30°
- Дистанція вимірювання: довга
- Коефіцієнт варіації: 0.35%

3.3 Виміри та їх результати

Кожен зразок заповнювали і вимірювали три рази: всі параметри полімеру були автоматично розраховані з часу пробігу кульки у чистому розчиннику й розчині полімеру.

Таблиця 2 містить виміряні результати для сировини і кінцевого продукту, виготовленого з ПБТ – відносну та характеристичну в'язкість [мл/г].

Вимірювання показали відмінності в характеристичній в'язкості двох матеріалів. Можна припустити, що зміни в структурі полімеру відбуваються під час виготовлення кінцевого продукту. Саме ці структурні зміни, ймовірно, й призводять до незадовільної поведінки кінцевого продукту.

Зразок	Відносна в'язкість [Середнє значення $\pm 1\sigma$]	Характеристична в'язкість [Середнє значення $\pm 1\sigma$]
Сирий зразок	1.33 \pm 0.02	58.1 \pm 1.9
Оброблений зразок	1.39 \pm 0.02	68.4 \pm 2.1

Таблиця 2. Відносна та характеристична в'язкість сировини і кінцевого продукту.

Для перевірки якості вимірювань цікавими є два параметри, а саме: відхилення ВП/НЗ та коефіцієнт варіації (див. табл. 3).

- Відхилення ВП/НЗ говорить про різницю між часом вимірювання вперед (наприклад, кут +70°) та назад (кут -70°).
- Коефіцієнт варіації говорить про повторюваність вимірювання того самого зразка за різних циклів вимірювання.

Тип зразка	Коефіцієнт варіації [%]	Відхилення ВП/НЗ [%]
Сирий зразок	≤ 0.35	≤ 0.37
Оброблений зразок	≤ 0.28	≤ 0.26

Таблиця 3: Коефіцієнт варіації Lovis та відхилення ВП/НЗ як показники якості вимірювання

Порада: За замовчуванням, у приладі налаштовано границі відхилення ВП/НЗ. Якщо вони перевищуються, на екрані з'являється попередження. Межі коефіцієнта варіації можна змінити. За замовчуванням для полімерних розчинів встановлено 0,35%.

4 Підсумки

Lovis 2000 M є ідеальним рішенням для визначення властивостей полімерів і виявлення змін їх структурної поведінки.

Для більш комфортного вимірювання, до вимірювального вузла можна додати Xsample™ 340. Цей прилад проводить автоматичне заповнення та очищення зразка двома миючими засобами, таким чином зменшуючи контакт користувача з небезпечними хімічними речовинами.



Рисунок 3. Lovis 2000M + Xsample™ 340

5 Посилання

- ISO 1628-5, Пластмаси - Визначення в'язкості полімерів в розбавленому розчині, використовуючи капілярні віскозиметри - Частина 5: Термопластичний поліестер (ТП) гомополімери та сополімери

Якщо у Вас виникли додаткові запитання стосовно цього звіту про застосування, Ви можете звернутись до нас:

**03028 Україна, м. Київ,
вул. Стратегічне шосе 16**

Сайт: <http://dlu.com.ua>

Телефон: +38 (044) 229-15-31

Факс: +38 (044) 229-15-30

e-mail: sale@dlu.com.ua