

## Измерение характеристической вязкости для оптимизированной обработки пластмасс

Актуально для: Полимеры, пластмассы, ISO 1628, PBT, PET

Определение характеристической вязкости (ХВ) пластмасс важно, так как она определяет свойства материала. В процессе обработки структура полимера может изменяться, вследствие чего получается продукт с совершенно иными свойствами, возможно, даже не подходящими для желаемого применения. Lovis 2000 M поможет Вам отслеживать эти изменения, гарантируя высочайшее качество Вашей продукции.



### 1 Пластики и их свойства

Термин «пластики» описывает широкий спектр, в который входят такие известные полимеры, как: ПЭТ, ПБТ, ПВХ и ПА. Пластики состоят из полимеров, макромолекулы которых, в свою очередь, состоят из повторяющихся звеньев-мономеров (Рисунок 1).

Тип мономера и конечный размер/длина цепочки полимера будут определять свойства материала и, следовательно, его назначение.

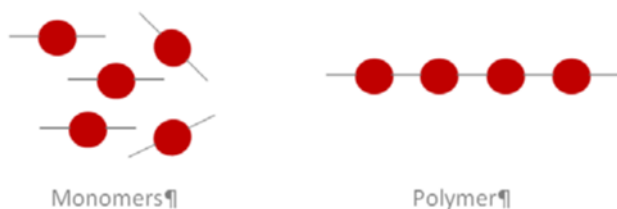


Рисунок 1: Полимеры, состоящие из повторяющихся мономерных звеньев

Во время производства нагрузка может привести к структурным изменениям полимеров, главным образом, к изменению длины цепи. В зависимости от степени структурных изменений, свойства

изготовленных деталей могут быть далеки от свойств сырья. В большинстве случаев это означает, что произведенный продукт больше непригоден для желаемого применения.

По многим причинам просто необходимо отслеживать свойства полимеров путём определения параметров качества в различных сферах, таких как исследование и разработка, производство и обработка полимеров:

- Характеристика сырья и конечных продуктов
- Оптимизация химических и физических свойств
- Проектирование полимеризационных установок
- Определение параметров процесса
- Контроль качества сырья и конечных продуктов
- Предотвращение производства бракованных партий

### Вискозиметрия разбавленных растворов

Один из методов контроля качества - вискозиметрия разбавленных растворов. Полимеры растворяют в подходящих растворителях и измеряют вязкость этих растворов по отношению к вязкости чистого растворителя. Этот метод выражает относительную вязкость - основной показатель, из которого можно вычислить множество других. Самой важной является характеристическая вязкость, связанная с молярной массой полимера.

Используя вискозиметрию разбавленного раствора, Lovis 2000 M идеально подходит для определения свойств полимеров, поскольку он обладает рядом особенностей, позволяющих производить измерения проще и удобнее:

- Программное обеспечение для автоматического подсчета всех желаемых параметров полимера
- Низкое потребление образца/растворителя, уменьшающее контакт с опасными химическими веществами
- Высокая химическая стойкость
- Опциональная комбинация с автоподатчиками образцов для повышения производительности анализов

В этом отчете представлены измерения характеристической вязкости полибутилентерефталата (ПБТ), включая подготовку образцов.

## 2 Образцы и подготовка проб

Была измерена характеристическую вязкость [мл/г] исходного сырья ПБТ и конечного продукта ПБТ, поскольку конечный продукт плохо себя проявил на практике (разрушение материала под нагрузкой). Образцы и используемые реагенты описаны в Таблице 1.

Образец и химические реагенты	Описание химикатов
Образец	Полибутилентерефталат(ПБТ), сырье и конечный продукт
Раствор 1	Дихлоруксусная кислота (DCA), для растворения полимера и очистки
Раствор 2	Этанол для удаления кислоты из системы перед сушкой

Таблица 1: Используемые химические вещества и тестируемые образцы

### 2.1 Пробоподготовка

Образцы были подготовлены в соответствии со стандартом ISO 1628-5, общепринятым методом для определения вязкости термопластов.

Сырье состояло из мелких гранул, тогда как перед тестированием конечного продукта, его пришлось измельчать, поскольку он представлял собой один кусок.

Совет: Дробление или измельчение может сократить процесс растворения, благодаря увеличению площади поверхности. Кроме того, это приводит к повышенной однородности.

0,250 г образца взвесили в градуированной колбе на 50 мл, вес был зафиксирован ( $d = 0,1$  мг, таблица 1). Добавили магнитную мешалку и приблизительно 25 мл DCA, колбу закрыли. Для растворения проба перемешивалась в течение 60 мин при температуре  $100^\circ\text{C}$ . Примерно через 60 минут образец полностью растворился, колбу удалили с горячей плиты и охладили до комнатной температуры.

Совет: Время растворения может меняться в зависимости от типа полимера и размера материала. Всегда проверяйте, чтобы полимерный раствор был прозрачным, чтобы не осталось никаких видимых остатков.

После удаления мешалки колбу заполняют дихлоруксусной кислотой до конечного объема 50 мл, в результате чего итоговая концентрация составит 0,005 г/мл. Чтобы избежать перепадов концентрации, перед измерениями колбу тщательно встряхивают. Пробу растворителя обрабатывали так же, как образец. Каждый из образцов растворяли три раза.

Совет: Подготовка проб - это важный шаг, поскольку ошибки, сделанные на этом этапе, приведут к неправильным результатам и/или плохой сходимости значений.

## 3 Проведения измерения

Этот раздел описывает настройку прибора и используемые параметры метода.

### 3.1 Установка прибора

Для измерений использовался Lovis 2000 M в проточном режиме.

- Капилляр: стеклянный 1,8 мм
- Материал шарика: сталь с золотым покрытием
- Уплотнительные кольца: Kalrez

Для повышения химической стойкости можно заказать специальный набор, включающий шары с золотым покрытием и уплотнительные кольца®Kalrez.



Рисунок 2: Lovis 2000 M в поточном режиме заполнения

### 3.2 Параметры метода

- |                             |         |
|-----------------------------|---------|
| • Режим измерения:          | Полимер |
| • Температура:              | 25 °C   |
| • Циклов измерения:         | 3       |
| • Угол, задаваемый вручную: | 30°     |
| • Дистанция измерения:      | длинная |
| • Коэффициент вариации:     | 0,35 %  |

### 3.3 Измерение и результаты

Каждая проба была наполнена и измерена три раза: после измерений чистого растворителя и раствора полимера, все параметры полимера были вычислены автоматически.

В таблице 2 представлены результаты для исходного сырья и конечного продукта из ПБТ, выраженные в относительной и характеристической вязкости [мл/г].

Были обнаружены различия в характеристической вязкости этих двух материалов.

Можно предположить, что изменения в структуре полимера возникают при изготовлении конечного продукта. Вероятнее всего эти структурные изменения приводят к неудовлетворительным показателям готовой продукции.

Тип образца	Относительная вязкость [Среднее. ± 1 σ (RSD %)]	Характеристическая вязкость [мл/г, среднее ± 1 σ (RSD %)]
Сырьё	1.33 ± 0.02 (1.1)	58.1 ± 1.9 (3.2)
Конечный продукт	1.39 ± 0.02 (0.1)	68.4 ± 2.1 (3.1)

Таблица 2: Относительная и характеристическая вязкость исходного сырья и конечного продукта

Для проверки качества измерений важны значения двух параметров: разница между FW / BW и коэффициент вариации (см. Таблицу 3).

- Разница между FW / BW – это разница между временем выполнения прямого измерения (например, при угле +70 °) и обратным измерением (например, при угле -70 °).
- Коэффициент вариации отражает сходимость по времени между циклами измерений.

Тип образца	Коэффициент вариации [%]	FW/BW разница [%]
Сырьё	≤ 0.35	≤ 0.37
Конечный продукт	≤ 0.28	≤ 0.26

Таблица 3: Коэффициент вариации и разница FW / BW как показатели измерения Lovis

Совет: Пределы для разницы FW / BW заданы внутри прибора. Если они превышены, на экране появится предупреждение. Можно установить предел для коэффициента вариации. По умолчанию для полимерных растворов установлено значение 0,35%.

#### 4 Вывод

Lovis 2000 M - идеальное решение для определения свойств полимеров и обнаружения изменений в их прочностных свойствах.

Для ещё большего удобства к измерительной установке можно добавить Xsample 340. Этот автоподатчик с одним шприцом обеспечивает автоматическое заполнение, очистку проб двумя чистящими растворами и облегчает контакт пользователя с опасными химикатами.



Рисунок 3: Lovis 2000 M + Xsample™ 340

#### 5 Референсы

1. ISO 1628-5, Plastics. Определение вязкости полимеров в разбавленном растворе с использованием стеклянных капиллярных вискозиметров - Часть 5. Термопластичные полиэфирные (TP) гомополимеры и сополимеры

#### Контакты Anton Paar GmbH

[support-visco@anton-paar.com](mailto:support-visco@anton-paar.com)

[support-lps@anton-paar.com](mailto:support-lps@anton-paar.com)