

ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНАЯ СКАНИРУЮЩАЯ КАЛОРИМЕТРИЯ

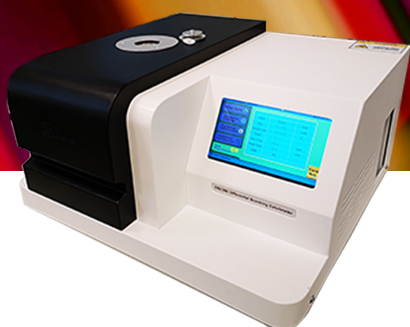


Рис. 1: Дифференциальный сканирующий калориметр DSC200 с воздушной системой охлаждения

Пример применения: ДСК для контроля качества в полимерной промышленности

Антон Бахтин, ведущий разработчик, ООО «Шелтек Групп»

Ярослав Сокоиков, специалист по термическому анализу, ООО «Шелтек Групп»

СОДЕРЖАНИЕ:

- Температура плавления, температура окончания плавления и необходимой энергии
- Температура стеклования
- Время и температура окислительной индукции полимеров

Введение

Дифференциальный сканирующий калориметр (ДСК) является одним из основных приборов в термическом анализе. Он может быть использован во многих отраслях - от фармацевтики до полимерной химии и от разработки наноматериалов до производства продуктов питания. Информация, которую получают этим методом, используется для понимания аморфного и кристаллического состояния вещества, полиморфных и эвтектических переходов, процесса отверждения и определения степени отверждения, а также многих других свойств материалов, используемых для проектирования, изготовления и испытания готовых изделий в полимерной промышленности.

В данной статье мы хотим продемонстрировать некоторые примеры применения дифференциальных сканирующих калориметров в производстве и переработке полимеров на примере современного ДСК по тепловому потоку **DSC 200** от компании XiangYi.

Определение температуры плавления, окончания плавления и необходимой энергии плавления

Исследование полимеров методом ДСК позволяет достаточно просто и точно определять такие важные характеристики полимерного сырья, как температура плавления, температура начала и конца плавления, энергия, необходимая для плавления. Эти параметры имеют большое значение как в разработке технологии переработки пластмасс, так и анализе их эксплуатационных характеристик. При исследовании фазовых переходов на охлаждение методом ДСК также становятся доступны данные по температурам кристаллизации и застывания полимерных композиций, что также важно для разработки технологических процессов и определения температурных диапазонов эксплуатации изделий из полимеров.

Анализ полимеров для определения температур иэнтальпии плавления и кристаллизации регламентируется **ГОСТ Р 56724-2015** и другим международными стандартами. Калориметры **DSC200** со встроенной системой охлаждения позволяют проводить данный анализ как с контролируемой скоростью нагрева, так и с контролируемым охлаждением в температурном диапазоне от -40°C до +550°C (Рис. 2).

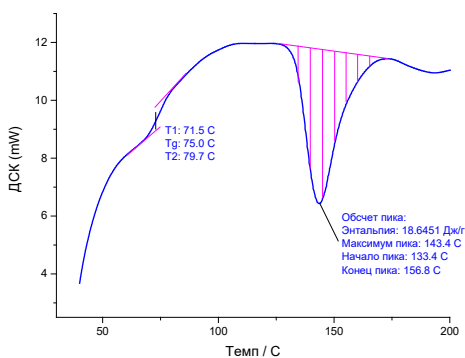


Рис. 2: ДСК-кривая плавления образцов вторичного полиэтилентерефталата (ПЭТ)

Расчет температуры плавления, а также начала размягчения и полного расплавления данного образца, произведенный инструментарием **PO ThermalAnalysis** позволяют оптимизировать процессы по вторичной переработке данного сырья. Также на кривой (Рис. 2) наблюдается и переход связанный со стеклованием ПЭТ для данного образца.

ООО "Шелтек Групп"

Москва, Ленинский проспект, 38А
+7 (495) 935 8888 | 8 (800) 350 1336

шелтек.рус
info@scheltec.ru
www.scheltec.ru

Определение температуры стеклования

Согласно **ГОСТ P55135-2012** стеклование – это «обратимые изменения в аморфном полимере или на аморфных участках частично кристаллического полимера из вязкого или высокоэластического состояния в твердое и относительно хрупкое состояние, или наоборот в вязкое или высокоэластическое из твердого и хрупкого состояния». Данный показатель является важной характеристикой полимеров и изделий из них с точки зрения эксплуатации. Этот эффект требует достаточного количества энергии по сравнению с дрейфом базовой линии, хотя и намного меньше, чем пик плавления. Эта энергия обычно проявляется как ступенчатое изменение базовой линии прибора, а температура стеклования определяется как средняя между началом и концом эффекта стеклования. На Рис. 3 показана ДСК кривая с эффектом стеклования для образца полиэтилентерефталата, полученная на дифференциальном сканирующем калориметре **DSC200** со встроенной системой охлаждения.

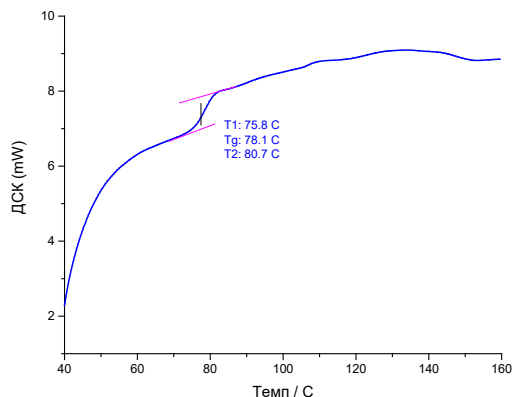


Рис. 3: ДСК-кривая стеклования образца полиэтилентерефталата (ПЭТ)

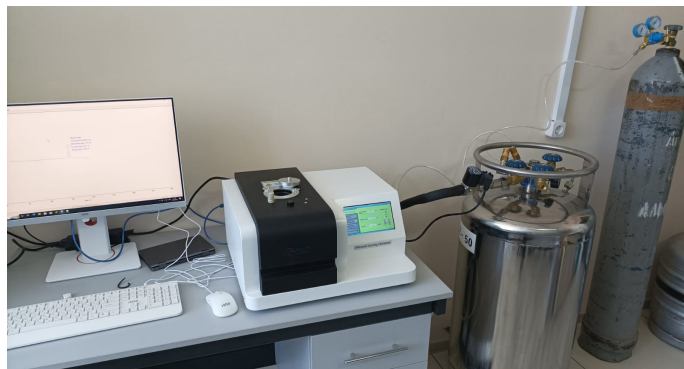


Рис. 4: Дифференциальный сканирующий калориметр DSC200L с жидкоазотной системой охлаждения

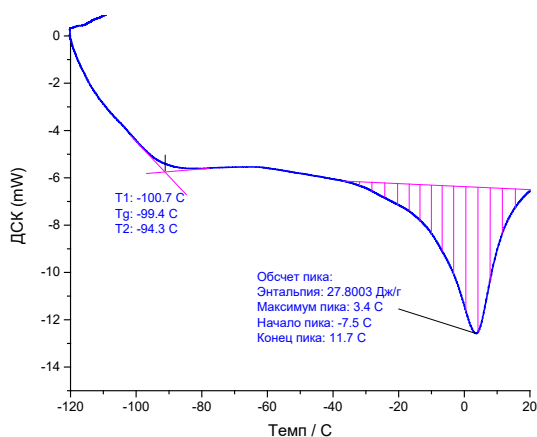


Рис. 5: ДСК-кривая стеклования образца синтетического каучука

Поскольку эффекты стеклования для большинства полимеров достаточно низкотемпературные, то для определения стеклования рекомендуется использовать либо модификацию калориметра **DSC200** со встроенной системой охлаждения, либо модель **DSC200L** с жидкоазотной системой охлаждения (Рис. 4).

На Рис. 5 показана кривая ДСК для образца синтетического каучука с температурой стеклования порядка -100°C , полученная на калориметре **DSC200L**.

Определение времени и температуры окислительной индукции полимеров

Исследование процессов окисления (сгорания) полимерных материалов имеет огромное значение для анализа и предсказания эксплуатационных характеристик материалов. Данный анализ позволяет не только оценить огнестойкость полимерной композиции, но и ее устойчивость к процессам медленного окисления и старения, а также эффективности антиокислительных добавок в композицию. Для исследования процессов окисления согласно **ГОСТ P 56756-2015** используют две характеристики процессов окисления, анализируемых методом ДСК:

Время окислительной индукции (изотермическое ВОИ, OIT) в минутах – условный показатель, характеризующий сопротивление стабилизированного материала окислительной деструкции, определенный калориметрическим измерением временного интервала до начала экзотермического окисления материала при заданной температуре в атмосфере воздуха или кислорода и при атмосферном давлении.

Температура окислительной индукции (динамическая ТОИ) в $^{\circ}\text{C}$ – относительный показатель сопротивления стабилизированного материала окислительной деструкции, определенный калориметрическим измерением температуры начала экзотермического окисления материала, который нагревается с заданной скоростью в атмосфере воздуха или кислорода при атмосферном давлении.

Для определения ВОИ обычно образец расплавляют в инертной атмосфере, затем переключают атмосферу на окислительную и выдерживают при постоянной температуре до начала экзотермического пика соответствующего процессу окисления. Полученные данные по временной шкале от начала выдержки в окислительной атмосфере до начала процесса окисления и являются показателем ВОИ (OIT в англоязычной литературе).

Дифференциальные сканирующие калориметры серии **DSC200** – это удобный, простой и точный инструмент для проведения анализа в строгом соответствии с требованиями **ГОСТ P 56756-2015** и других международных стандартов (**ISO 11357-6:2008**). Прибор оборудован встроенным контроллером газовых потоков, для автоматического переключения инертной атмосферы на окислительную в процессе анализа и модулем ПО для автоматического выполнения теста ВОИ.

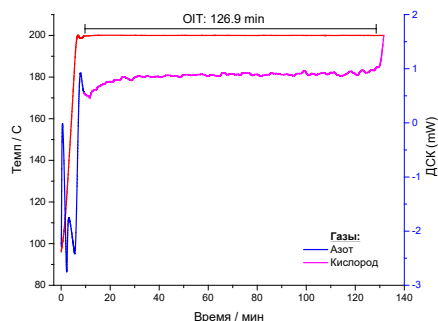


Рис. 6: Тест ВОИ для полипропилена с антиокислительной добавкой

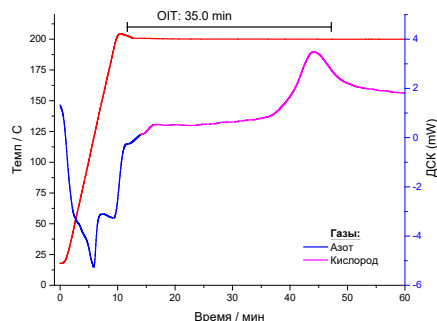


Рис. 7: Тест ВОИ для полипропилена без антиокислительной добавки

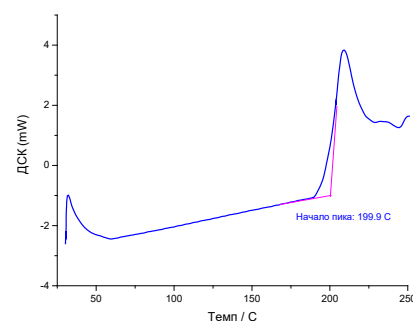


Рис. 8: ДСК кривая образца синтетического каучука в атмосфере воздуха (показана температура окислительной индукции).

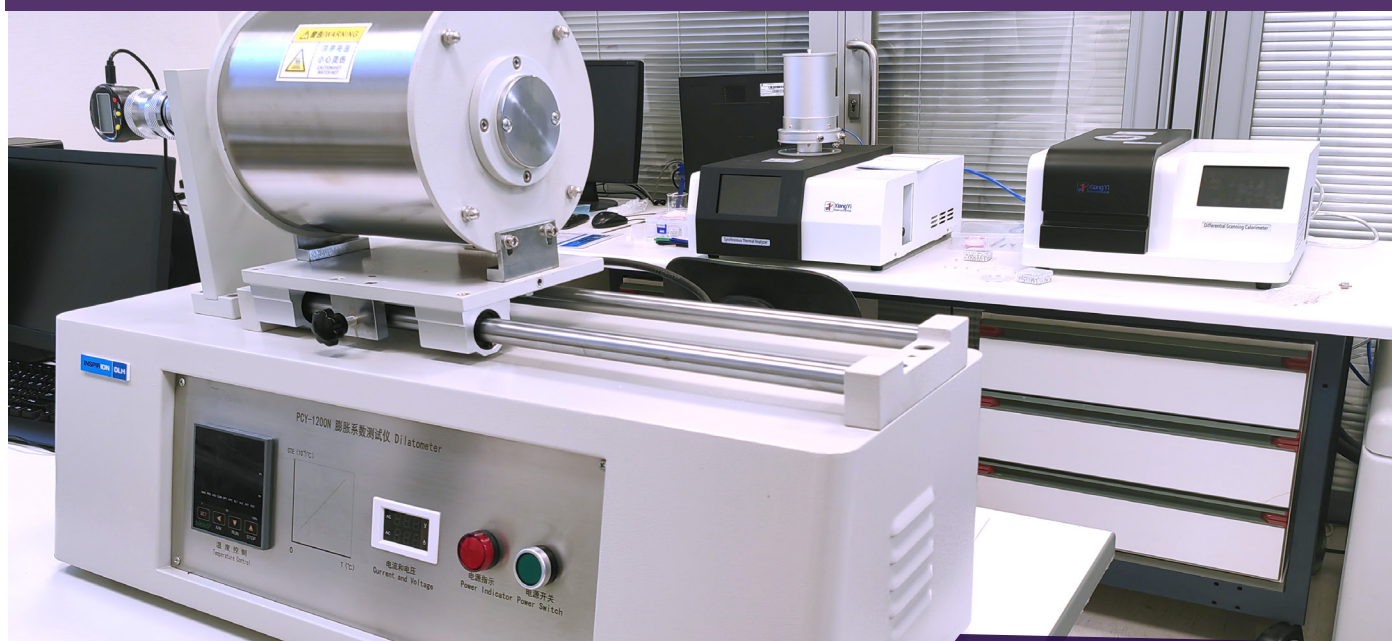
На Рис. 6 и 7 приведены ДСК кривые теста ВОИ для двух образцов полипропилена: с добавкой и без антиокислительных присадок. Сравнение данных кривых демонстрирует резкое увеличение стойкости полимера к окислению при внесении специальных антиокислительных добавок.

Тест ТОИ также имеет большое значение для оценки антиокислительных свойств полимеров. Он проводится в окислительной атмосфере в политермическом режиме и заключается в определении температуры начала окисления полимера. На Рис. 8 приведена ДСК кривая анализа образца синтетического каучука в атмосфере воздуха на которой определена температура окислительной индукции данного образца с помощью функций определения начала пика **ПО ThermalAnalysis**.

Заключение

Дифференциальные сканирующие калориметры серии **DSC200** производства компании XiangYi являются универсальными, точными, чувствительными и надежными приборами для решения различных задач исследования термофизических свойств полимеров и изделий из них в полном соответствии с ГОСТ и международными стандартами. Приборы оснащены необходимыми аксессуарами – встроенным контроллером газовых потоков, прессом для тиглей, тиглями из различных материалов и различных типоразмеров – для проведения ДСК исследований полимерных материалов. Простое и гибкое **ПО ThermalAnalysis** на русском языке обеспечивает обсчет ДСК кривых и получение основных параметров необходимых для оценки качества полимеров и изделий из них, а методическая и сервисная поддержка компании Шелтек, имеющей более чем 35 летний опыт поставки и обслуживания термоаналитического оборудования обеспечит простое внедрение метода ДСК в любых лабораториях полимерной промышленности.

Демонстрационная лаборатория термического анализа. ДСК | СТА | Дилатометрия



Приглашаем с образцами для исследования, консультаций и постановки метода!

Москва, Ленинский проспект 38А
Предварительная запись по телефону: +7 (495) 935 8888
на сайте: <http://шелтек.ру/>