

Контроль полимерных материалов и пластмасс: оценка теплофизических, структурных и оптических свойств в соответствии с российскими и международными стандартами

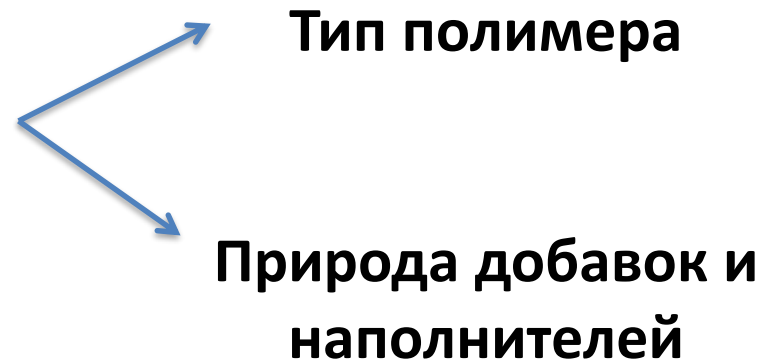
Цупрева Виктория, к.х.н.
Шимадзу Европа ГмбХ, Москва
26 апреля, 2017

Нормативная документация

Сырье/ Метод		Полиэтилен	Полипропилен	Поливинил хлорид	Полиамиды	Полиэфиры
FTIR		Экспрессный входной контроль, компонентный состав, оценка структуры и характеристик сополимеров				
	НД	ASTM D 2238, 3124, 6248, 5576	ASTM D 3900, 5576	ASTM D 5576, 2124		ASTM D 5594
ТА		Оценка тепловых свойств: определение удельной теплоемкости, определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования				
	НД	ГОСТ Р 55134-2012 (ИСО 11357-1:2009); ГОСТ Р 56754-2015 (ИСО 11357-4:2005)				ГОСТ Р 55134-2012 (ИСО 11357-1:2009); ГОСТ Р 56754-2015 (ИСО 11357-4:2005)
ТМ		Оценка механических свойств: растяжение и изгиб				
	НД	ГОСТ 11262, ISO 527, ГОСТ ISO 37-2013, ГОСТ 270-75, ISO 37, ISO 34-1, ГОСТ 4648-71, ISO 178				
вискозиметры		Оценка реологических свойств: вязкость, текучесть, скорость изменения объема				
	НД	ASTM D4440-15, ISO 11443, ГОСТ 11645-73, ГОСТ Р 54552-2011, ASTM D 1646-2007				

Современные аналитические методы

Инфракрасная спектроскопия



Нормативная документация

ИК-Фурье спектроскопия

ГОСТ 28665-90 Резина. Идентификация. Метод инфракрасной спектроскопии.

ГОСТ 26996-86 Полипропилен и сополимеры пропилена. Технические условия (с Изменениями N 1, 2).

ISO 12965:2000 Каучук бутадиеновый. Определение микроструктуры методом инфракрасной спектроскопии.

ISO 14558:2000 Каучук. Определение остаточной ненасыщенности гидрированного нитрильного каучука с помощью инфракрасной спектроскопии.

Частоты колебаний функциональных групп в среднем ИК-диапазоне

600 1300 1500 1800 2000 2300 2800 4000

Деформационные
колебания

Скелетн.
Валентн.
Колебания

C-C,
C-O,
C-N,
...

Колебания

C=C,
C=O,
C=N,
...

Колебания

C≡C,
C≡N,
...

Колебания

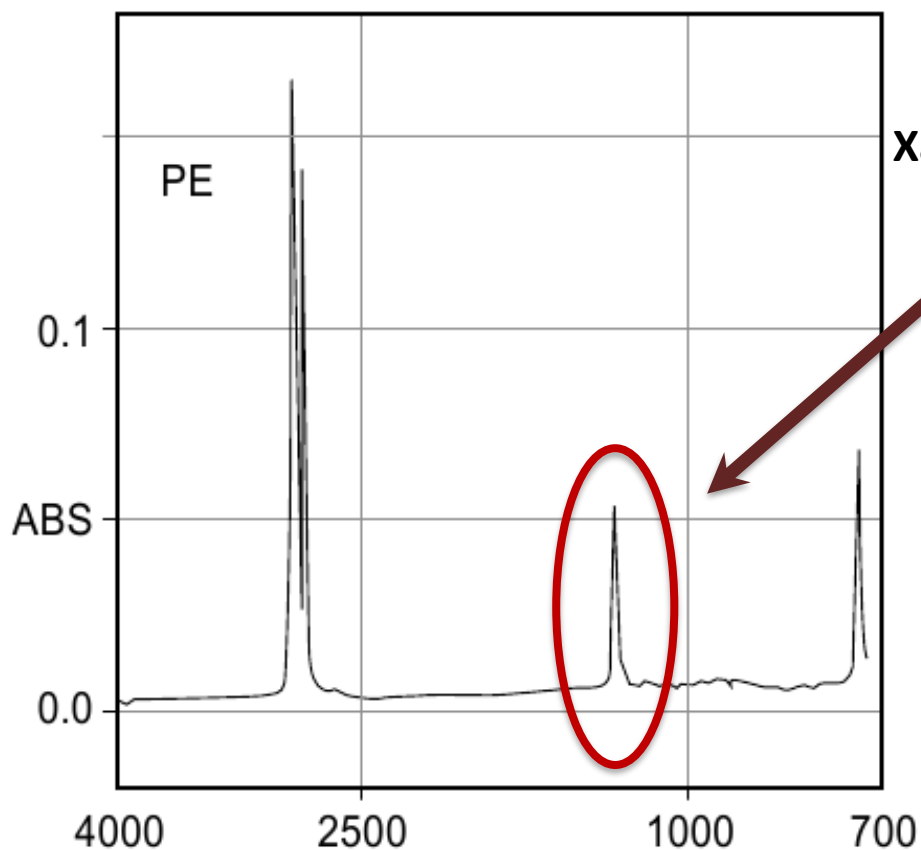
C-H,
O-H,
N-H,
...

Отпечатки
пальцев

Область колебаний функциональных групп

Современные аналитические методы

Почему ИК-спектроскопия ?



Характеристические полосы поглощения

C=C

Идентификация соединений

Готовое решение

IRAffinity-1S



+



- Диапазон 7800 – 350 cm^{-1}
- Разрешение 0,5/1/2/4/8/16 cm^{-1}
- Соотношение сигнал/шум > 30 000:1 (KRS-5)

ПО LabSolutionIR

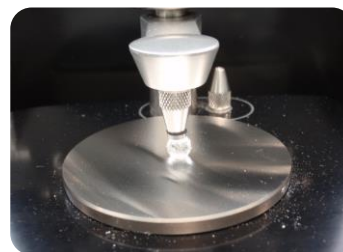
- ☐ Автоматическое распознавание приставок
- ☐ Двойная система автоматического осушения отсека интерферометра

Новые встраиваемые приставки НПВО, интегрируемые в спектрометр: Miracle-10, GladiATR-10, HATR-10.

❖ Призмы из KRS-5, ZnSe, Ge, синтетич. алмаза с горизонтальным или вертикальным расположением призмы

❖ Применяются для анализа жидкостей, твердых образцов, пленок, резин

❖ Без ПРОБОПОДГОТОВКИ



Простое в использовании программное обеспечение LabSolutions IR



Панель управления LabSolutions IR

Функции

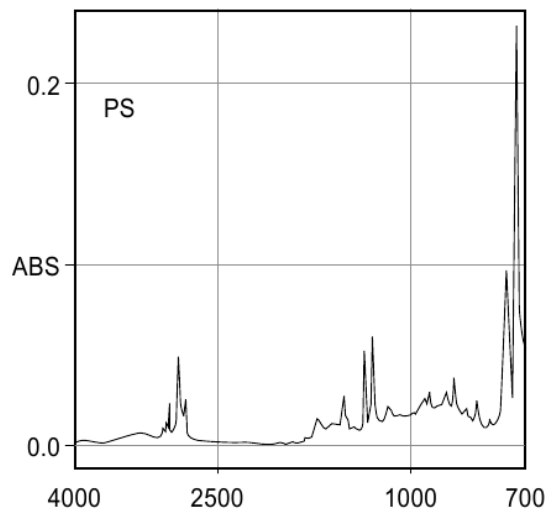
- Обработка данных
- Измерение спектра
- Количественный анализ
- Фотометрический режим
- Кинетический режим
- Картирование поверхности
- Макро-программы

Панель управления LabSolutions IR

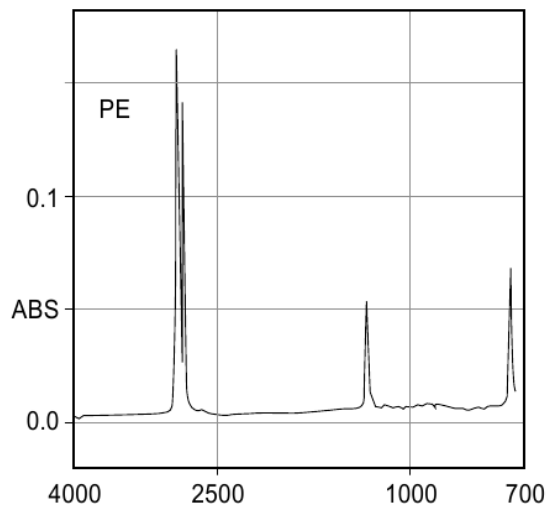
Macros

- Валидация JP/EP/CP/USP/ASTM
- Сканирование
- Отчет в соответствии с Фармакопеей
- Идентификация веществ
- Анализ примесей

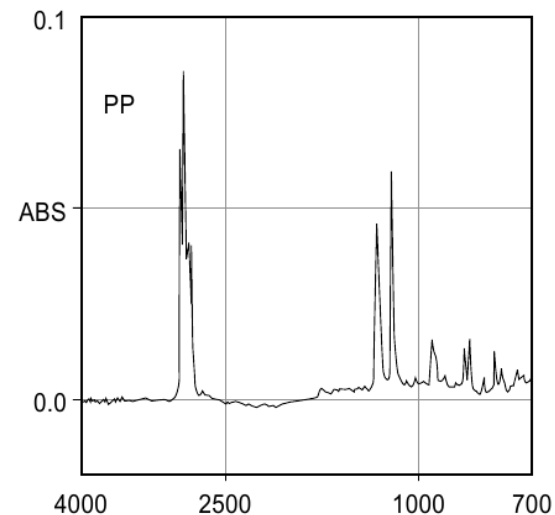




Спектр полистирена



Спектр полиэтилена



Спектр полипропилена



Анализ гранул и порошков



Анализ готовой продукции

Большая библиотека спектров и высокопроизводительная Функция Поиска

Библиотеку на 12000 спектров как стандарт

Содержание

- Оригинальная библиотека (порядка 2,000)
 - Полимеры, Реагенты, Агрохимикаты, Фармацевтические препараты
 - Примеси – неорганические, органические, полимеры
 - Пищевые добавки
- Стандартная библиотека (порядка 10,000)
 - Полимеры, спирты, фенолы, эфиры, растворители и т.д.

Анализ примесей

- Объединение собственных алгоритмов SHIMADZU с библиотекой спектров для анализа общих загрязнений
- Сокращение времени обработки полученных спектров до нескольких секунд

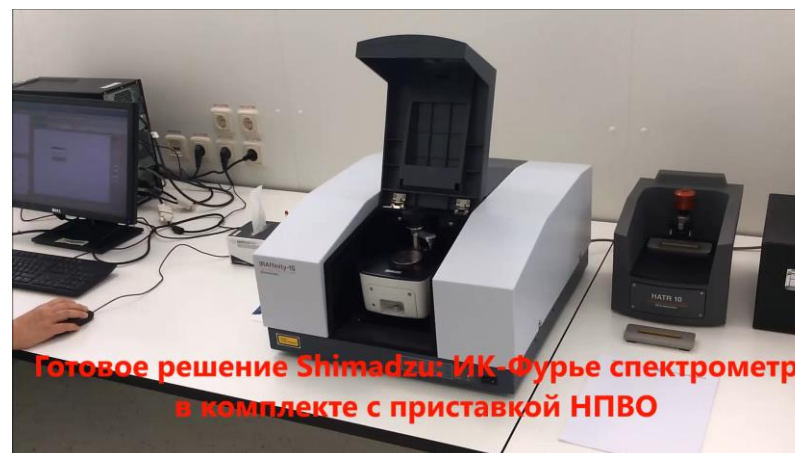
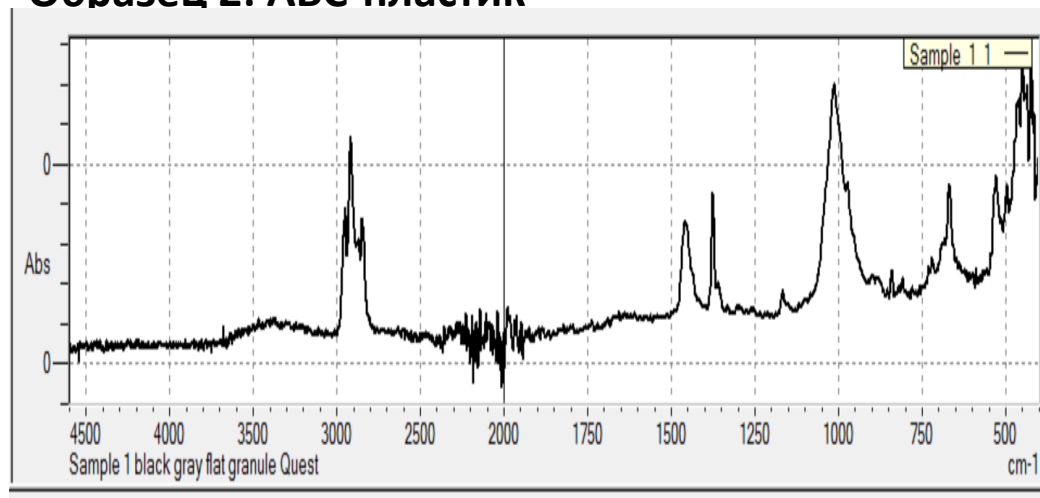
Функция поиска

Поиск по спектру, поиск описания (текста), комбинированный поиск и поиск по положению полос

Готовое решение

Образец 1: Тальк и полипропилен

Образец 2: АБС-пластик



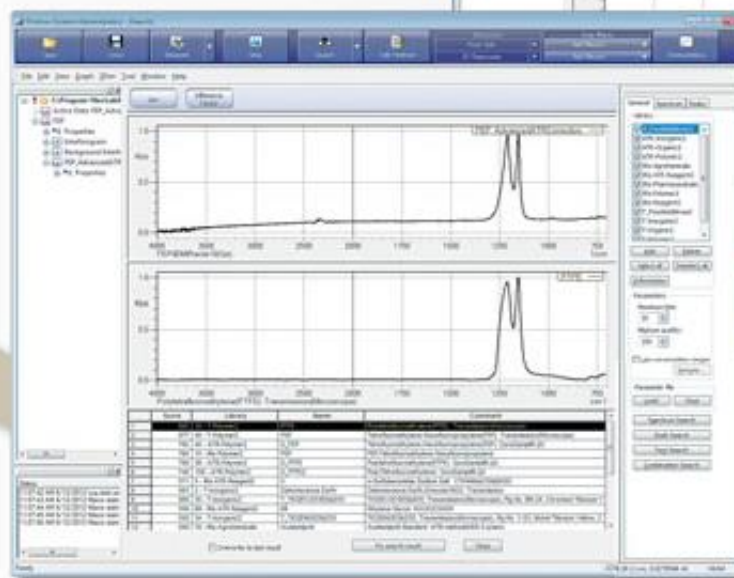
Готовое решение Shimadzu: ИК-Фурье спектрометр
в комплекте с приставкой НПВО



Sample measurement

ATR correction

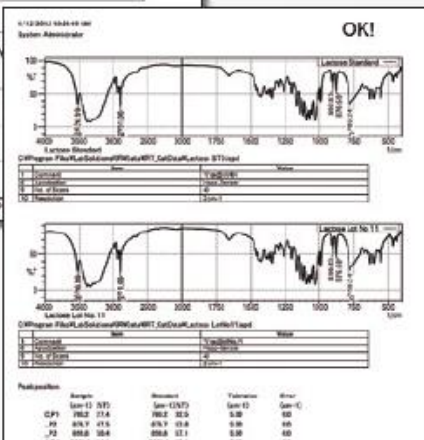
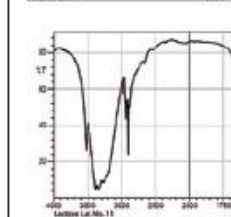
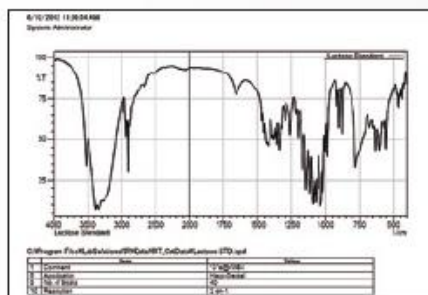
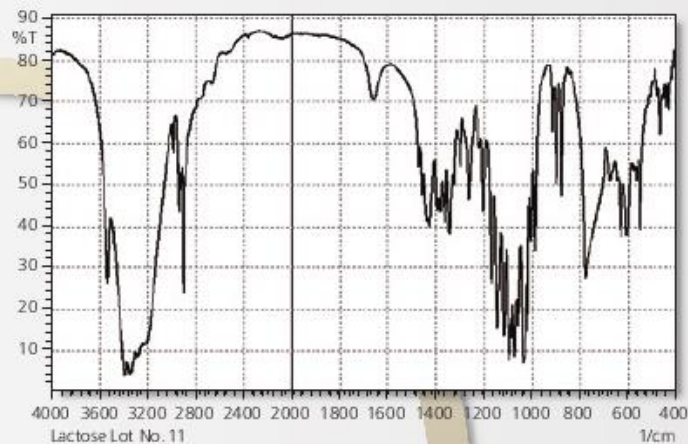
Search



Приложение «Идентификация веществ»



IRTracer-100



Pharma Report

[Comp] button : Start Pharma Report
[Edit Comp] button : Create or Edit Comp. Information

Buttons: Polystyrene (Report), Lactose (Report), Polystyrene (Printout), Lactose (Printout), Polystyrene (Peak), Lactose (Peak)

Buttons: Exit, Edit Comp.

Component configuration

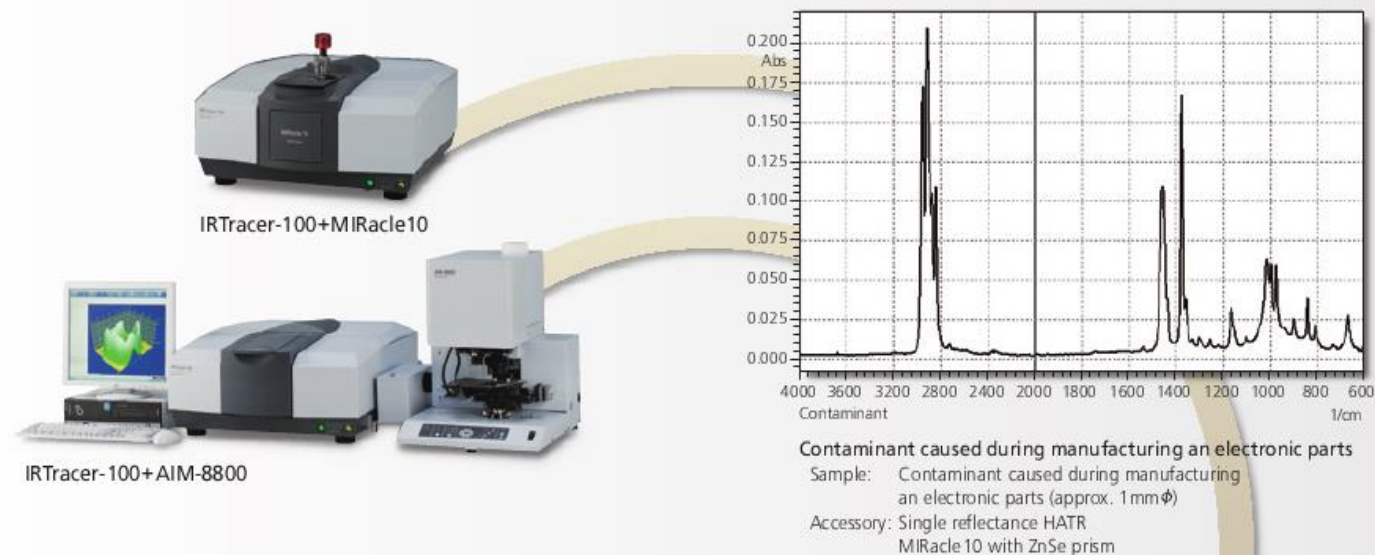
Comp Name: Lactose (Report)
Method: Report
Main Parameter: C:\Program Files\Shimadzu\IRTracer\Standard\lsp
Std. Spectrum: C:\Program Files\Shimadzu\IRTracer\Standard\lsp

Line No.	Wavenumber	Transmittance (%)	No. of Photo Peaks
1	1662	17.4	4
2	1662	17.4	5
3	1662	17.4	5
4	1662	17.4	5
5	1662	17.4	5
6	1662	17.4	5
7	1662	17.4	5
8	1662	17.4	5
9	1662	17.4	5
10	1662	17.4	5
11	1662	17.4	5
12	1662	17.4	5
13	1662	17.4	5

Tolerance (1) 1=1 1.3

Buttons: Report, Delete, Cancel

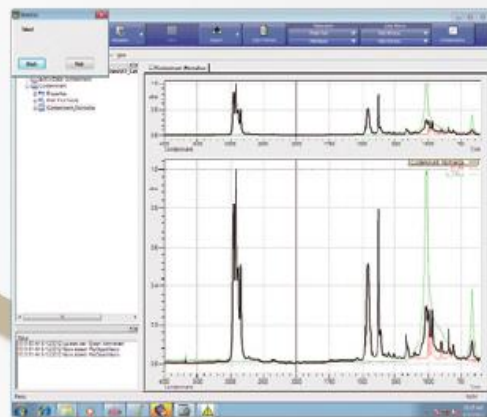
Приложение «Анализ примесей»



<<< Identification Report >>>

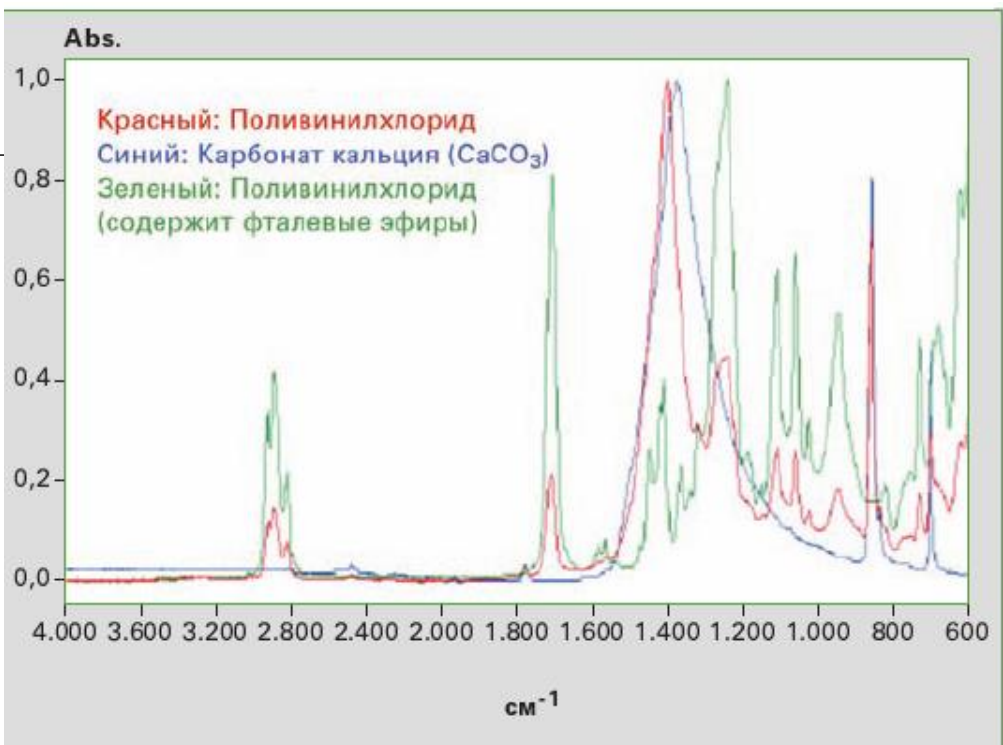
Major Components
 (+++) Polypropylene (PP) 1
 (+++) Polypropylene

Accessory Components
 (+++) TALC 1
 (+) TALC 2

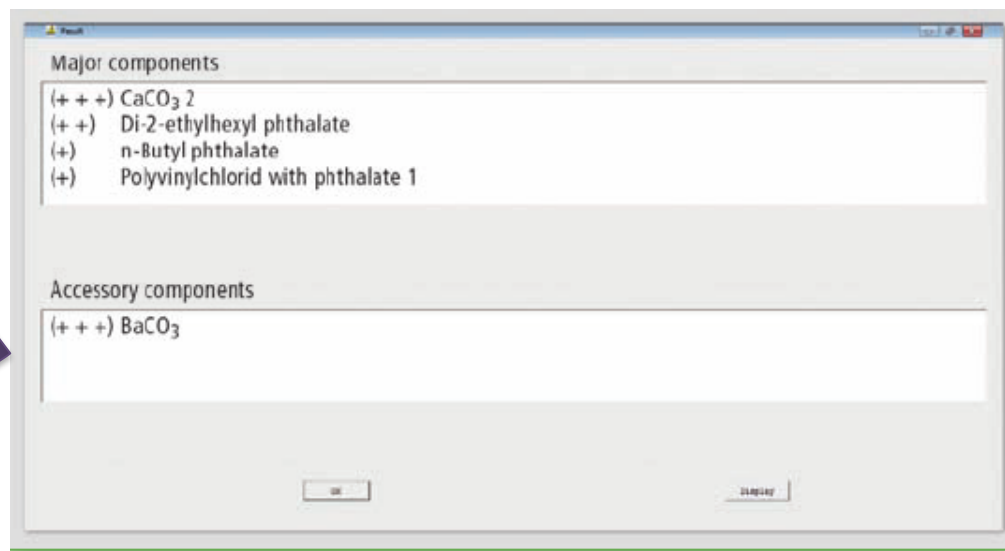


Major Components
 (+++) Polypropylene (PP) 1
 (+++) Polypropylene

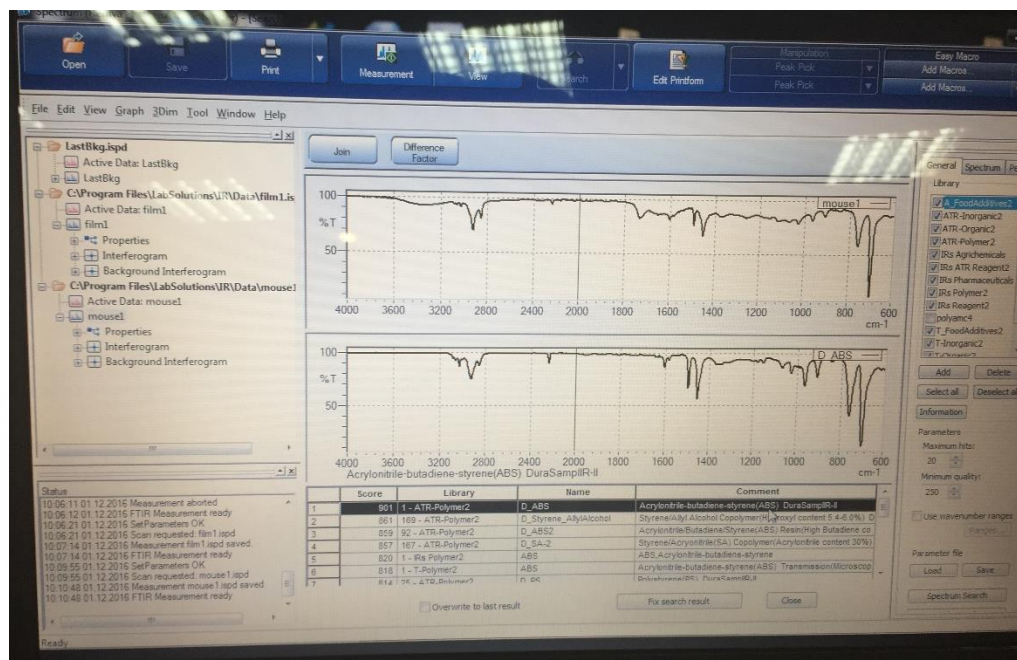
Accessory Components
 (+++) TALC 1
 (+) TALC 2



ПО LabSolutionIR

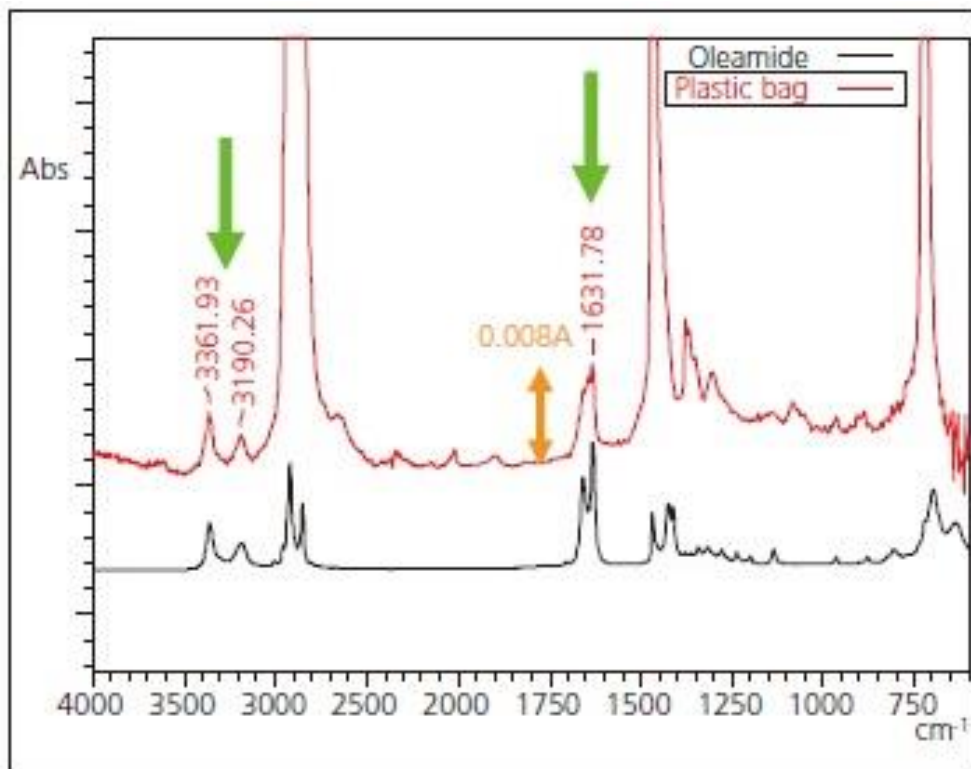


Сортировка полимерного сырья для вторичной переработки



Анализ полимерных материалов

Обнаружение следовых количеств примесей

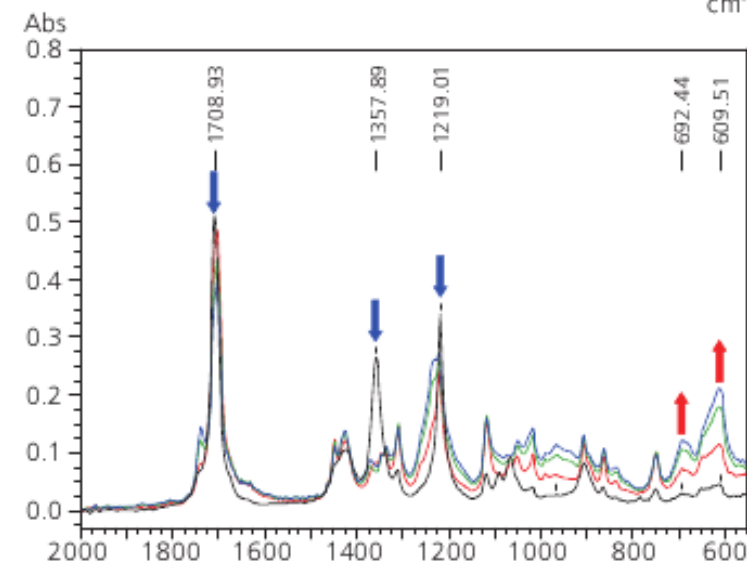
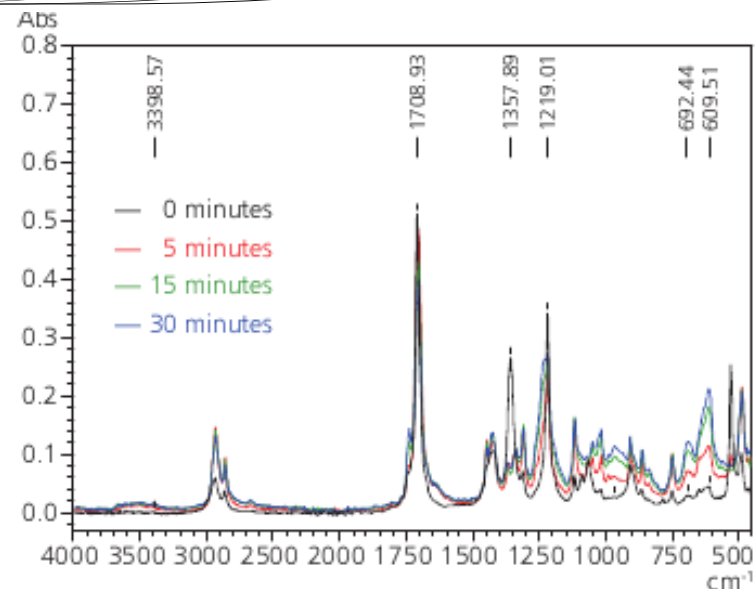
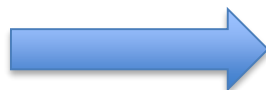


Оценка влияния внешних факторов на полимерную продукцию: освещение, отопление и т.д.

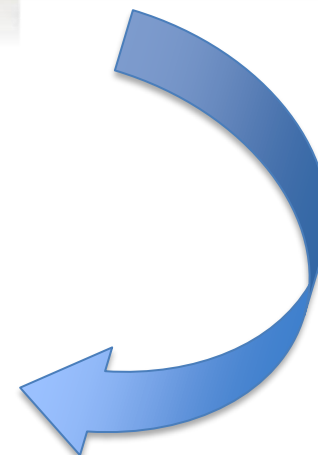
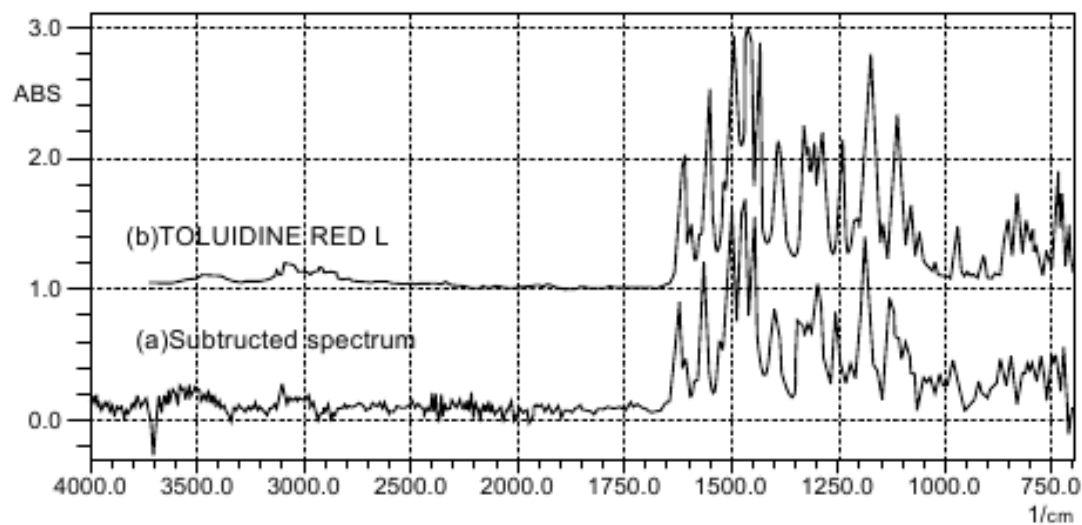
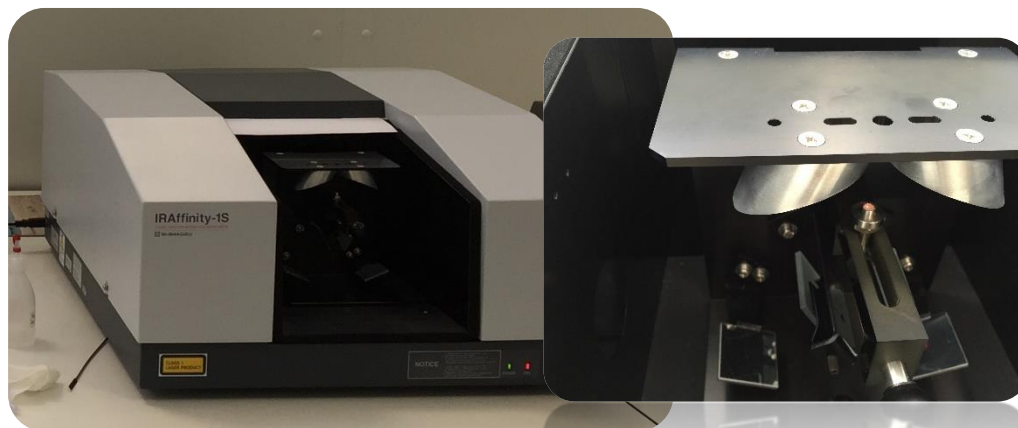


ПО LabSolutionIR

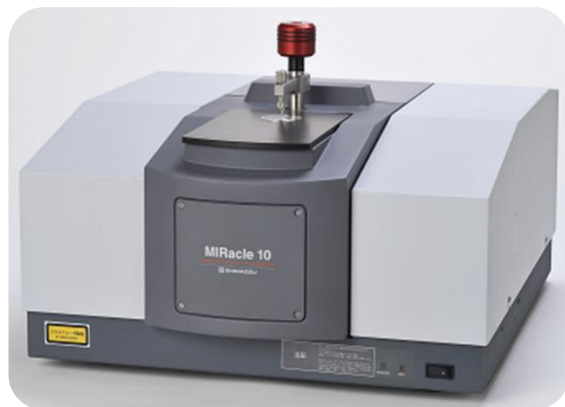
Измерение параметров во времени



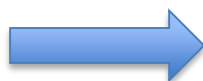
Анализ цветовых характеристик



Текстильные материалы: определение состава и идентификация волокон



ГОСТ Р 56561-2015 Материалы текстильные. Определение состава. Идентификация волокон.
Дата введения в действие 01.09.2016



Библиотека спектров



Определение натуральности и идентификация волокон текстильной продукции

Современные аналитические методы

Термоанализ

Оценка тепловых свойств полимерного сырья и готовой продукции:
поглощение тепла, удельная
теплоемкость, скорость реакции, испарение и разложение,
поглощение газа, содержание влаги,
термостойкость, коэффициент теплового расширения/сжатия,
температуры размягчения



Нормативная документация

Термоанализ

Пластмассы, полимерные материалы:

ГОСТ Р 56757-2015 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 7. Определение кинетики кристаллизации.

ГОСТ Р 56756-2015 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 6. Определение времени окислительной индукции (изотермическое ВОИ) и температуры окислительной индукции (динамическая ТОИ).

ГОСТ Р 56755-2015 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 5. Определение характеристических температур и времени по кривым реакции, определение энтальпии и степени превращения. ГОСТ Р 56754-2015 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 4. Определение удельной теплоемкости.

ГОСТ Р 56724-2015 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 3. Определение температуры и энтальпии плавления и кристаллизации.

ГОСТ Р 56723-2015 Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 3. Определение температуры пенетрации.

ГОСТ Р 56722-2015 Пластмассы. Термогравиметрия полимеров. Часть 2. Определение энергии активации

ГОСТ Р 56721-2015 Пластмассы. Термогравиметрия полимеров. Часть 1. Общие принципы.

ГОСТ 32618.2-2014 Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования.

ГОСТ Р 55135-2012 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 2. Определение температуры стеклования.

ГОСТ Р 55134-2012 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы.

ГОСТ 29127-91 Пластмассы. Термогравиметрический анализ полимеров. Метод сканирования по температуре.

ГОСТ 9.715-86 Единая система защиты от коррозии и старения. Материалы полимерные. Методы испытаний на стойкость к воздействию температуры.

ГОСТ Р 53293-2009 Пожарная опасность веществ и материалов. Материалы, вещества и средства огнезащиты. Идентификация методами термического анализа.

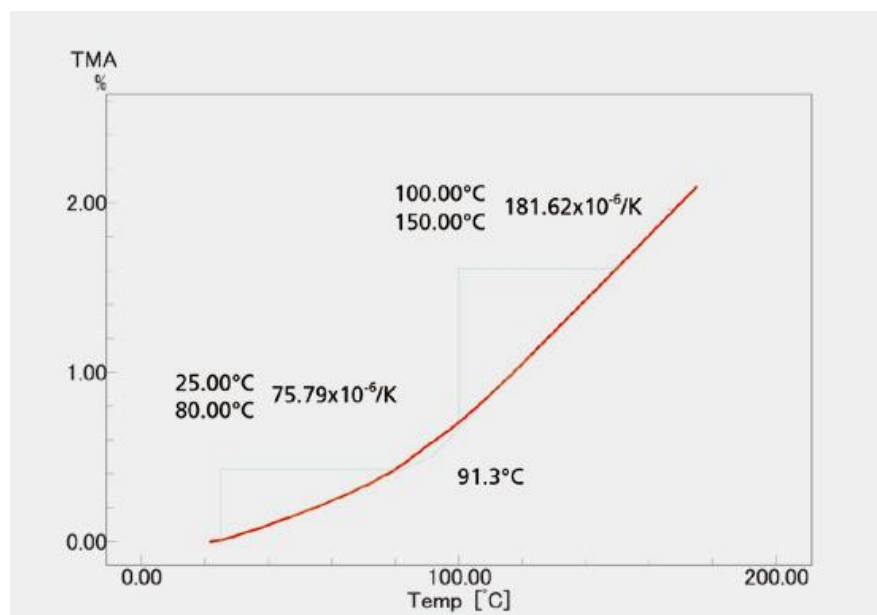
Термоаналитическое оборудование

- **Теплота:** DSC-60 Plus дифференциальный сканирующий калориметр
DSC-60A Plus автоматический дифференциальный сканирующий калориметр
- **Масса и теплота:** DTG-60/60H синхронные термоанализаторы
DTG-60A/60AH автоматические синхронные термоанализаторы
- **Масса:** TGA-50/50H термogrавиметрический анализатор
- **Линейный размер:** TMA-60/60H термомеханический анализатор
- **Температура:** DTA-50 дифференциальный термический анализатор

Термоаналитическое оборудование

ГОСТ 32618.2-2014 Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования.

Определение коэффициента теплового расширения эпоксидных смол

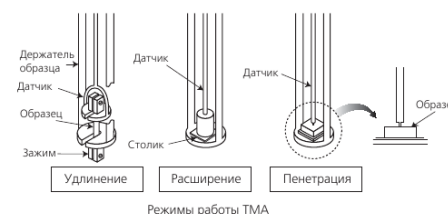


Изменение коэффициента теплового расширения в районе 90°



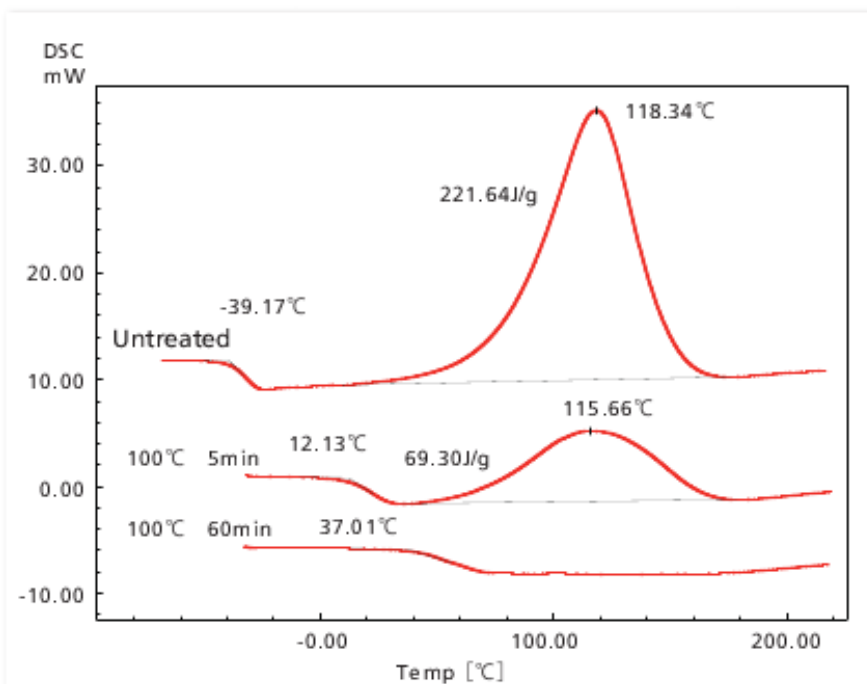
процесс стеклования

Режимы работы ТМА-60



Термоаналитическое оборудование

Композиционные материалы (стеклопластик, углепластик): оценка физических свойств с помощью DSC-60 (дифференциальный сканирующий калориметр)



Оценка процесса отверждения
эпоксидной смолы

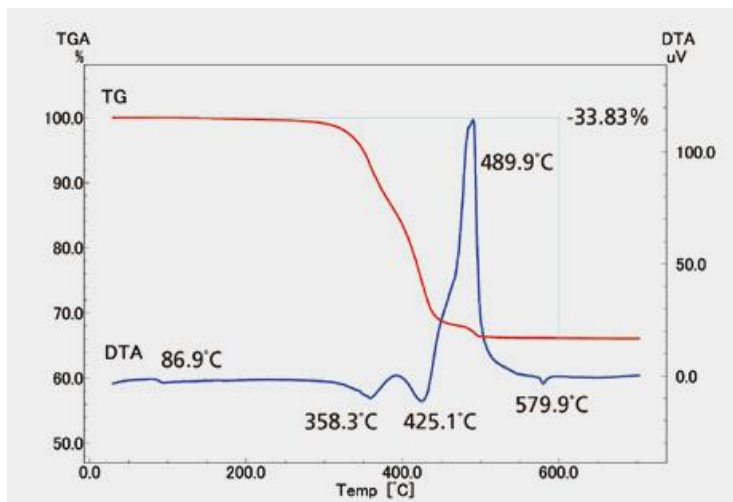


Изучение процесса в зависимости от температуры
и времени

Термоаналитическое оборудование

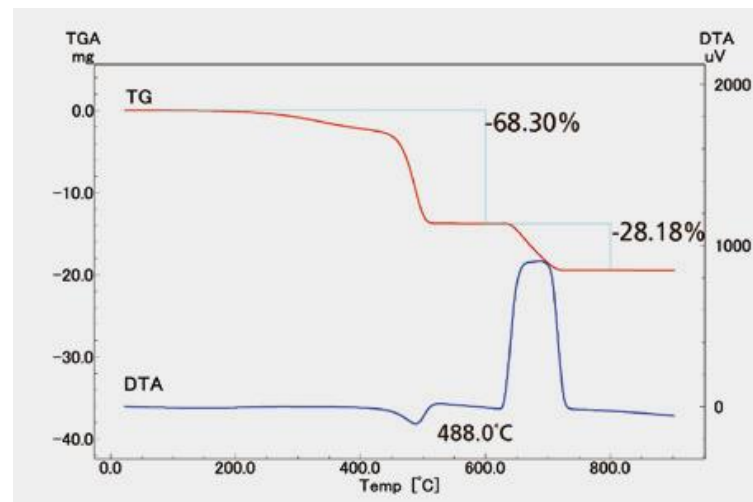
Определение добавок с помощью DTG-60/60H (синхронный термический анализатор)

Количественное определение армирующих добавок в эпоксидных системах



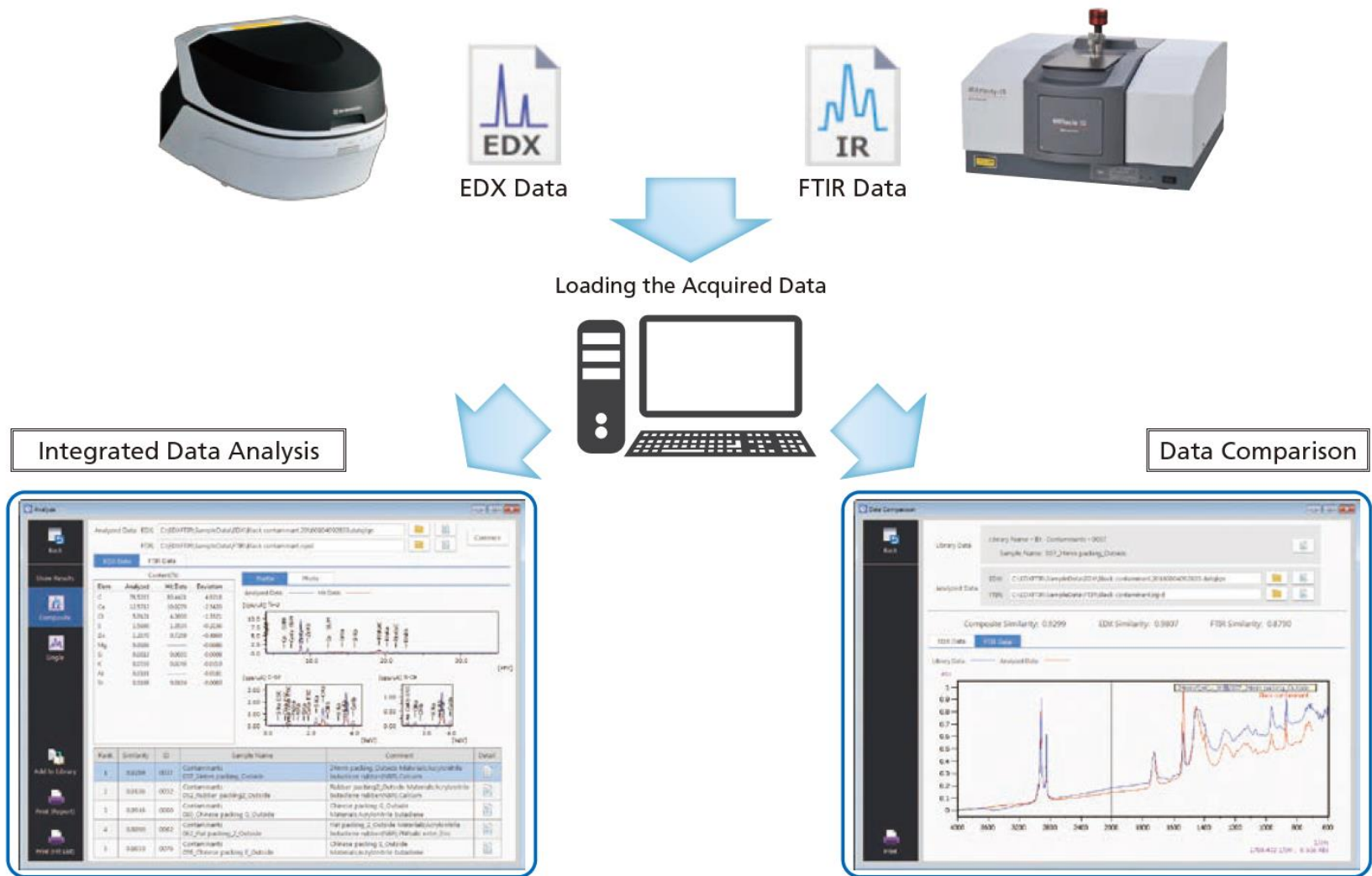
Добавки влияют на конечные свойства готовой продукции: химическая стойкость, адгезия, электроизоляционные характеристики и т.д.

Количественное определение сажи в бутадиенстирольном каучуке

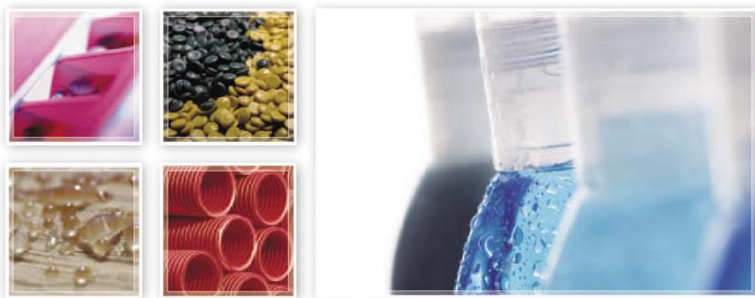


Каучуки используются для производства различных маслобензостойких резиновых технологических изделий. Применимо в автомобильной, нефтяной, полиграфической промышленности

Впервые: программное обеспечение EDXIR-Analysis



Испытания полимеров и пластмасс от сырья до готовой продукции



Спасибо!



Термоаналитическое оборудование

Уже более полувека компания Shimadzu производит оборудование для термического анализа. В зависимости от того, какое свойство материала измеряется, Shimadzu предлагает:

- | | | |
|---------------------------|---|---|
| • Теплота: | DSC-60 Plus
DSC-60A Plus | дифференциальный сканирующий калориметр
автоматический дифференциальный сканирующий калориметр |
| • Масса и теплота: | DTG-60/60H
DTG-60A/60AH | синхронные термоанализаторы
автоматические синхронные термоанализаторы |
| • Масса: | TGA-50/50H | термогравиметрический анализатор |
| • Линейный размер: | TMA-60/60H | термомеханический анализатор |
| • Температура: | DTA-50 | дифференциальный термический анализатор |

Интуитивно понятное программное обеспечение TA-60WS, соответствующее требованиям GLP/GMP, совместимо с последними версиями Windows и позволяет осуществлять все операции, начиная от анализа образцов до создания отчетов.

Области применения



Полимерная и химическая промышленность

- Оценка тепловых свойств полимерного сырья и готовой продукции: поглощение тепла, удельная теплоемкость, скорость реакции, испарение и разложение, поглощение газа, содержание влаги, термостойкость, коэффициент теплового расширения/сжатия, температуры размягчения;

Пищевая и фармацевтическая промышленность

- Оценка температуры и теплоты плавления; исследование условий сушки; исследование термической стабильности; исследование кристаллов, анализ взаимодействий активных ингредиентов и добавок в фармацевтических препаратах;

Электроника

- Оценка поведения (расширение и сжатие) сепараторов и других материалов батарей при нагревании; исследование процессов разложения электролита в зависимости от температурных условий.

<http://www.shimadzu.ru>