

ЗАСТОСУВАННЯ МЕТОДІВ ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ ОЦІНКИ ЯКОСТІ КАУЧУКІВ

Исследована возможность использования методов ступенчатой термogrавиметрии и деривативного термogrавиметрического анализа для количественного определения влаги, потерь массы при сушке, зола в промышленных каучуках.

APPLICATION OF METHODS THERMAL THE ANALYSIS FOR AN ESTIMATION OF QUALITY OF RUBBERS

The opportunity of use of methods step termogravimetry and derivate termogravimetry definitions of a moisture, losses of weight is investigated at drying, ashes in industrial rubbers.

Використання методів термічного аналізу з метою контролю якості сировини, проміжних продуктів і готових виробів знаходить усе більш широке поширення на практиці НДІ і контрольних лабораторіях підприємств гумової промисловості [1, 2].

Досліджено можливість застосування методів ступінчастої термogrавиметрії (ТГ) і деривативного термogrавиметричного аналізу (ДТГ) для кількісного визначення вологи, втрат маси при сушінні нафтаму-2, золи (показників, що відносяться до даних хімічного аналізу при вхідному контролі якості) у промислових каучуках СКДС, СКЕП, СКЕПТ, СКФ, а також для встановлення температур початку максимальної швидкості і кінця розкладання нафтаму-2 у каучуках.

Зразки для аналізу готували у вигляді крихти з розміром частинок не більше 0,1мм, наважка 100мг. Установлення температурних характеристик розкладання нафтаму-2 у каучуках проводили на зразках, що не містять нафтам-2 після переосадження, у промислових зразках і утримуючих нафтам-2 до 6 % мас., уведений способом дифузійної модифікації [3, 4]. Дослідження проводили на дериватографі фірми «Мом» марки Q-1500Д у середовищі повітря при нагріванні зі швидкістю 10°C/хв. від кімнатної температури до 600°C ступінчатим методом, що полягає в наступному:

а) для визначення втрат маси при сушінні зразок нагрівали до 105°C в ізометричному режимі до постійної маси;

б) для визначення вмісту нафтаму-2 температуру зразка підвищували до 340°C, зразок витримували при 340°C в ізометричному режимі протягом 10 хв;

в) для визначення вмісту золи температуру підвищували до 600°C в ізотермічному режимі до досягнення постійної маси залишку після згорання зразка.

Для визначення масової частки вологи в каучуках СКФ зразки нагрівали до 120°C в ізометричному режимі протягом 2 годин. Потім для визначенні втрат маси при сушінні температуру зразка СКФ-32 підвищували до 270°C протягом 5 годин, для СКФ-26 температуру зразка підвищували до 300°C, зразок витримували в ізометричному режимі при 300°C протягом 3 годин.

Температура і час витримки зразків в ізометричному режимі відповідали температурі і часу, зазначених у нормативній документації (НД) на каучуки, на обумовленні показники хімічними методами. Для цих температур за допомогою кривих ТГ визначались втрати маси зразків.

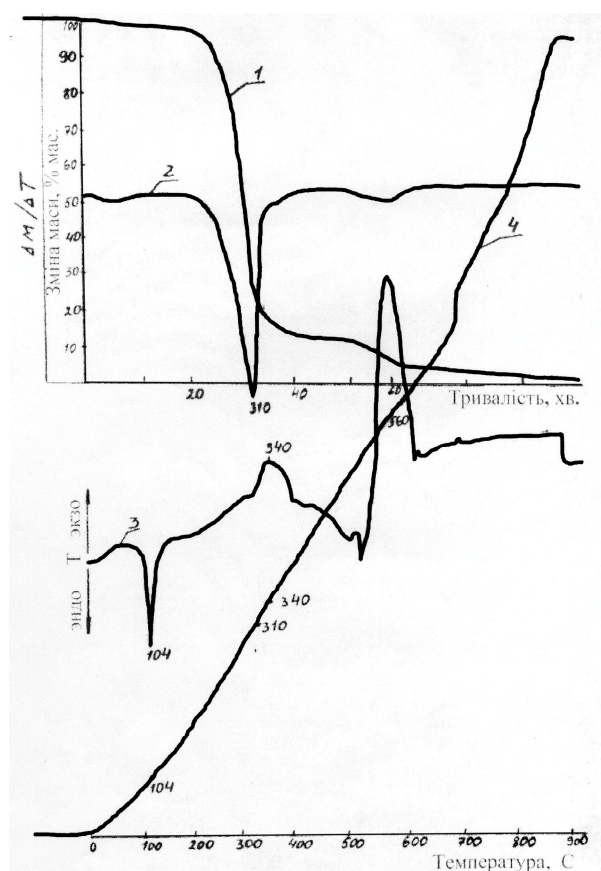
Результати випробувань каучуків на вміст масової частки вологи, втрати маси при сушінні, масової частки золи методами ступінчастої термогравіметрії і хімічними для порівняння приведені в табл.1. Як видно різниця їх невелика і складає не більше 2,5 %.

Таблиця 1 – Результати аналізу каучуків методами термогравіметрії і хімічними (згідно методик НД)

Тип полімеру	Мас. частка вологи, %		Відхилення, %, віднос..	Втрати маси при сушінні, %		Відхилення, %, віднос..	Мас. частка золи, %		Відхилення, %, віднос..
	ТГ	ГОСТ		ТГ	ГОСТ		ТГ	ГОСТ	
СКФ-32	0,08	0,080	0,0	0,11	0,11	0,0	—	—	—
СКФ-26	0,09	0,088	2,3	0,10	0,10	0,0	—	—	—
СКДС	—	—	—	0,20	0,20	0,0	0,30	0,30	0,0
СКЕП-50	—	—	—	0,20	0,20	0,0	0,08	0,08	0,0
СКЕПТ-40	—	—	—	0,40	0,39	2,5	0,05	0,05	0,0

Для визначення вмісту нафтам-2 у каучуках на початку були визначені температурні характеристики процесу його розкладання при нагрівання. Результати аналізу вихідного нафтам-2 методом термогравіметрії при динамічному режимі нагрівання зі швидкістю 10°C/хв. у стаціонарних умовах показали, що в температурному інтервалі від 185 до 340°C (див. рис. 1) втрати маси зразка становили близько 80 %. Решта 20 % маси згорають у діапазоні (560÷600)°C. Потім методом ступінчастої термогравіметрії в аналогічних умовах були досліджені зразки СКДС, СКЕПТ-40, СКЕП-50, що не утримують нафтам-2 після переосадження, промислові зразки й утримуючі нафтам-2 до 6 % мас. після дифузійної обробки.

Установка ізотермічного режиму при 340°C у 10-15 хв. дозволяє провести розкладання нафтам-2 перш, ніж почнеться помітна



1 – ТГ; 2 – ДТГ; 3 – ДТА; 4 – Т
Рис. 1 – Криві термогравіметрії і диференціального термічного аналізу нафтам-2

втрата ваги в результаті розкладання полімеру. Тому що при температурі до 340°C розкладається 80 % нафтаму-2, то для кількісного визначення його в каучуках методом термогравіметрії необхідно використовувати поправочний коефіцієнт.

Результати аналізу вмісту нафтаму-2 у каучуках методами деривативної термогравіметрії і хімічним для порівняння приведені в табл. 2. Як видно різниця у визначенні складає не більше 5 %.

Таблиця 2 – Вміст нафтаму-2 у каучуках за даними термогравіметричного і хімічного аналізів (згідно методик НД)

Тип полі- меру	Номер зразка*	ДТГ-ТГ	ГОСТ	Відносне відхилення вмісту нафтаму-2, ви- значеного ДТГ-ТГ та ГОСТ, % віднос.
СКДС	1	0,00	0,00	-
	2	0,90	0,92	2,20
	3	2,60	2,59	0,40
	4	4,35	4,45	2,20
	5	6,40	6,07	5,00
СКЕПТ-40	1	0,00	0,00	-
	2	0,30	0,30	0,00
	3	2,10	2,05	2,40
	4	3,50	3,57	2,00
	5	4,91	4,75	3,30
СКЕП-50	1	0,00	0,00	-
	2	0,20	0,20	0,00
	3	1,52	1,49	2,00
	4	2,65	2,68	1,10
	5	4,10	4,00	2,50

* 1 – зразок без нафтаму-2 після переосадження; 2 – промисловий зразок; 3,4,5 – зразки з вмістом нафтаму-2 після дифузійної обробки.

Таким чином, отримані результати вказують на можливість використання методів термічного аналізу (ступінчатої ТГ, ДТГ) для вхідного контролю якості каучуків за показниками хімічного аналізу.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Schwartz N.V. Анализ каучуковых смесей и вулканизатов методом термогравиметрии и пьезо-лизной хроматографии // Gummi Saceru Kunststoffe. – 1984. – Vol 37, №6. – P.P. 274-277.
2. Sickfeld I., Neubert D., Grob D. Термогравиметрический анализ вулканизированной резины // Kautschuk und Gummi Kunststoffe. – 1983. – Vol 36, №9. – P.P. 760-765.
3. Геращенко Е.И., Ангерт Л.Г. Диффузионная стабилизация вулканизатов // Производство шин, РТИ и АТИ. – М.: ЦНИИТЭнефтехим, 1981. – №12. – С. 10-13.
4. Геращенко Е.И., Проказова Е.В. Механизация процесса диффузионной модификации резино-технических изделий // Химическое и нефтяное машиностроение. – М. – 1987. – №3. – С. 17-18.