

Измерение плотности полиэтилена ЯМР-релаксометром Oxford MQC+

Кратко о преимуществах метода ЯМР

- Быстрые, точные и воспроизводимые измерения
- Отсутствие необходимости в подготовке образцов
- Простая линейная калибровка
- Наиболее простой и надежный метод, подходит для неквалифицированного персонала

Применение

Разнообразие видов полиэтилена (ЛПНП, ПЭНП и ПЭНД) достигается за счет изменения его плотности, связанной с кристалличностью полимера. При увеличении плотности и кристалличности увеличивается жесткость и снижается стойкость к ударным нагрузкам. Поэтому измерение плотности является критически важным параметром контроля качества.

Почему используется ЯМР-релаксометр MQC+?

Традиционные методы, включая метод погружения, метод титрования и метод с применением жидкостного пикнометра (стандарты ASTM D792, ASTM D1505, ISO 1183) могут быть трудоемкими, требуют квалификации операторов, а в некоторых случаях, использования опасных растворителей.

Настольный анализатор на основе альтернативный метода ядерного магнитного резонанса (ЯМР) **MQC+** является быстрым и простым в работе, имеет простую калибровку и требует минимальной подготовки образца. По этой причине он идеально подходит для рутинных операций в любой лаборатории или производственной среде, не требуя никаких дополнительных химических веществ или специального обучения операторов. В основе метода ЯМР лежит контроль и обнаружение отличий скоростей (времени спин-спиновой релаксации), характеризующих затухание сигнала ЯМР, получаемого от образцов полимера. В образце полимера, имеющего более высокую плотность, атомы (спины) расположены ближе друг к другу и, таким образом, процессы взаимодействия в таком образце протекают



более интенсивно по сравнению с процессами, протекающими в полимерах с более низкой плотностью.

В результате в образцах, имеющих более высокую плотность, сигналы ЯМР затухают быстрее, чем в образцах с более низкой плотностью, что позволяет провести количественную оценку обоих образцов - плотность образца пропорциональна относительному количеству плотно упакованного компонента в образце.

Для достижения оптимальной точности измерения перед тестом необходимо стабилизировать температуру полимера до уровня температуры магнита, как правило, составляющей 40 °С.

Калибровка

Поскольку в пределах типового ассортимента промышленных материалов калибровка является линейной, по сути, для калибровки прибора требуется только два широко используемых стандартных образца. Однако изначально рекомендуется, чтобы прибор был откалиброван с использованием 3–6, предпочтительно более, стандартных образцов с известным значением плотности полиэтилена, равномерно распределенными по всему диапазону измерения. Метод ЯМР - сравнительный, следовательно, он не может быть более точным, чем эталонный метод, с которым он сравнивается. Погрешность определения уменьшается при анализе большего количества стандартных образцов.

Измерения

Образцы полиэтилена засыпают стеклянные пробирки диаметром 18 мм до установленной метки. Перед выполнением анализа пробирки с пробой помещают на 30 минут в алюминиевый блок с температурой, контролируемой на уровне 40 °С. Время измерения составляет менее 20 секунд на каждый образец.

Результаты

На Рисунке 1 показана калибровка по плотности полиэтилена. Известные значения для калибровочных образцов должны быть очень точными, учитывая узкий диапазон плотностей (0,92–0,96 г/см³). Тем не менее, измерение на основе метода ЯМР является очень точным – в Таблице 1 показана воспроизводимость образца, измеренного 7 раз.

Рисунок 1. Калибровка ЯМР по плотности полиэтилена. Коэффициент корреляции и стандартное отклонение составляют 0,9930 и 0,0015 г/см³, соответственно

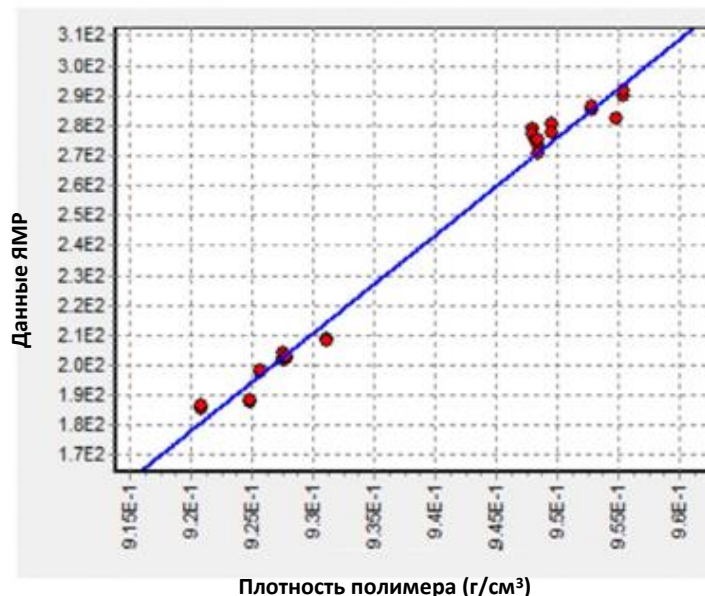


Таблица 1. Испытание на воспроизводимость измерения плотности полимера (г/см³)

| Опорное значение | Повторяемые измерения | | | | | | | Среднее значение | Стандартное отклонение |
|------------------|-----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------------------|------------------------|
| | | | | | | | | | |
| 0,9276 | 0,9276 | 0,9281 | 0,9284 | 0,9282 | 0,9285 | 0,9280 | 0,9282 | 0,9282 | 0,0003 |

Заключение

- Метод ЯМР является стабильным в течение длительного времени и редко требует калибровки
- Метод ЯМР нечувствителен к воздушным пустотам между зёрнами порошка или гранулами полимеров
- Высокая точность измерения по сравнению с использованием жидких реактивов и другими ручными методами
- Короткое время измерения образцов
- Методика на основе ЯМР является неразрушающей, поэтому один и тот же образец может быть измерен несколько раз по сравнению с анализом с помощью других методик



Для получения дополнительной информации пишите на электронную почту: test@avrora-lab.com

OXFORD
INSTRUMENTS

АВРОРА
ТЕХНОЛОГИИ ИЗМЕРЕНИЙ

ООО «Аврора»
Адрес: 119071, Россия, Москва, а/я 33
Тел.: +7 (495) 258-83-05/-06/-07
www.avrora-test.ru
E-mail: test@avrora-lab.com