

Термостабильность ПВХ и соответствующих хлорированных полимеров

Отрасли

Пластики, полимеры

Ключевые слова

Термостабильность, термостойкость, 895, ПВХ, поливинилхлорид, хлорированные полимеры, пробоподготовка

Обзор

Определение термостабильности ПВХ (известное как тест дегидрохлорирование или DHC тест) характеризует стабильность поливинилхлорида и соответствующих хлорированных полимеров при тепловом воздействии.

В процессе измерения, через образец помещенный в реакционный сосуд пропускается азот при постоянной температуре. При разложении образца выделяется газообразная хлорная кислота, которая переносится током азота в измерительную ячейку и абсорбируется в измерительном растворе (деионизованная вода). В ходе всего анализа в измерительном растворе непрерывно измеряется электропроводность, которая повышается при абсорбции HCl. Таким образом проводится детектирование изменений образца. Время которое требуется для изменения электропроводности до определенного значения называют время стабильности и оно характеризует термостабильность ПВХ материала.

Определение термостабильности ПВХ описано в DIN 53381 part 1 или ISO 182 part 3 с применением 895 Professional PVC Thermomat. Данное испытание подходит для производства и обработки, проверки сырья, характеристики и сравнения ПВХ продуктов, а также для испытания эффективности термостабилизаторов в спрессованных ПВХ материалах.

Данная бюллетень содержит детально описание метода, включая пробоподготовку образцов.

Образцы

Поливинилхлорид (ПВХ) или соответствующие хлорированные полимеры.

Прибор

895 Professional PVC Thermomat	2.892.0010
Набор для определения поправки температуры	6.5616.100
Азот, Ф <99.995%, давление 1.5 бар	
Дополнительно оборудование для пробоподготовки	
Лабораторные весы (разрешение $\pm 0,01$ г)	

Реактивы

- Деионизованная вода (ISO 3696 Type II)

Пробоподготовка

Образцы с малым размером частиц

Образцы в виде порошка или частицах (макс. длина края 2 мм) могут быть проанализированы напрямую.

Пленки или другие крупные материалы

Пленки ПВХ или другие твердые продукты должны быть измельчены или разрезаны на кусочки. Длина края частиц должны быть не более 2 мм.

Анализ

Подготовка PVC Thermomat

Нагревательный блок разогревается до необходимой температуры.

Подготовка измерительной ячейки

Измерительная ячейка наполняется 60 мл деионизованной воды и помещается на блок PVC Thermomat и закрывается измерительной крышкой.

Подготовка реакционной ячейки

Для каждого измерения используется новый реакционный сосуд. Для очистки от частиц (например, от картонной коробки) реакционная ячейка очищается потоком воздуха внутри и снаружи током азота. Затем, образец взвешивается напрямую в реакционной ячейке. Используемый размер образца 0.5 ± 0.05 г. Реакционная ячейка закрывается крышкой с подсоединенными газовыми трубками. Убедитесь, что трубка для ввода газа всегда заканчивается над поверхностью пластиковых частиц.

Определение

Перед началом измерения температура нагревательного блока должна быть стабилизирована. Газовые трубки между прибором и реакционной ячейкой и между двумя ячейками должны быть подключены. Затем реакционная ячейка помещается в разъем на измерительном блоке и измерение незамедлительно начинается.

Параметры

Размер образца	0,5±0,05 г
Измерительной раствор	60 мл
Температура	170 ... 210 °C
Поток газа	7 л/ч
Измерение	Время стабильности
Изменение электропроводности	50 мкСм/см

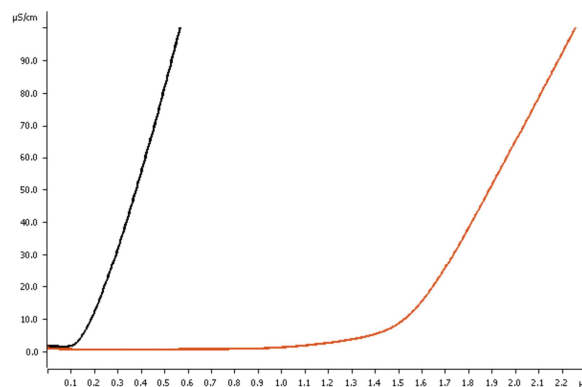
Измеряемая температура зависит от термостабильности образца. Обычно выбирается температура между 170 и 210 °C. Возможна установка температуры от 50 до 220 °C. Большинство испытаний проводится в диапазоне от 180 до 200 °C (ниже стабильность – ниже температура). Эмпирическое правило: повышение температуры на 10 °C увеличивает индукционный период с коэффициентом два.

Результаты

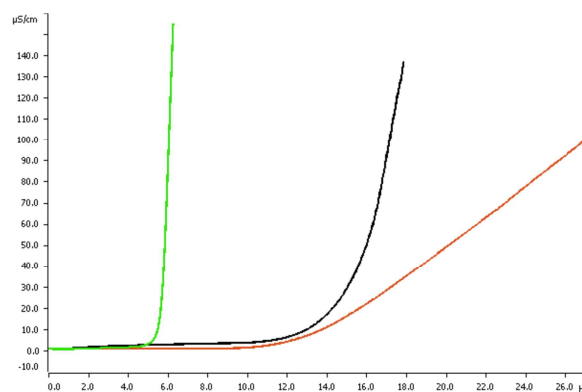
Образец	Температура/°C	Время стабильности/ч
Смола ПВХ (чистая)	180	0.39
Смола ПВХ (смесь)	180	1.90
Гранулы ПВХ 1	180	5.87
Гранулы ПВХ 2	180	16.0
Гранулы ПВХ 3	180	20.28
Пленка ПВХ	180	1.79

Примеры

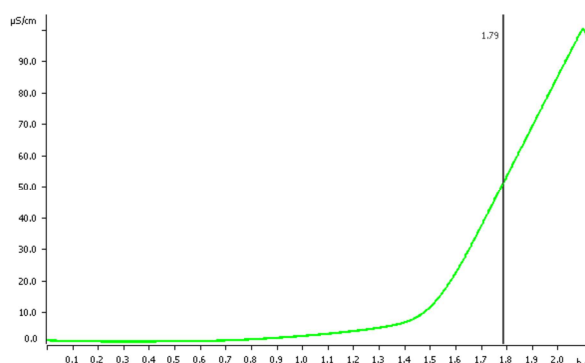
Смола ПВХ чистая (черная) и смесь (красная)



Гранулы ПВХ (3 типа)



Пленка ПВХ



Комментарии

- Любой тип загрязнения, частицы, царапины в стекле могут катализировать реакцию и тем самым влиять на результат. Загрязнение может ухудшать воспроизводимость результатов или приводить к некорректным результатам. Поэтому рекомендуется использовать новые реакционные ячейки и трубки для воздуха для каждого измерения и удалять частицы резким потоком азота
- Температура является основным параметром для измерения термостабильности. Особенно важно правильное определение "температурной поправки" при сравнении результатов полученных на разных инструментах. Более подробную информацию о "температурной поправке" можно узнать в инструкции к программному обеспечению StabNet и самому прибору
- Поток газа имеет значение для надежного переноса продуктов реакции из реакционной к измерительной ячейке. Кроме того, расход газа не влияет на результат, в случае если корректно определена температурная поправка.
- Размер образца является важным параметром для измерения твердых образцов ПВХ. Поскольку поток газа не может перемешивать образец, то в большом объеме не может быть гарантирована однородность температуры. Следовательно, предпочтительным является небольшой

размер образца, который просто закрывает дно реакционного сосуда.

- Поскольку время стабильности измеряется через абсолютное значение электропроводности, то константа каждой ячейки должна быть определена. Более подробная информация содержится в руководстве пользователя программного обеспечения StabNet.

Литература

- Инструкция к ПО StabNet
- Инструкция к 895 Professional PVC Thermomat
- Hamsen K.-H., Jaksch R., Kolb T., Schäfer J., Marks D., Sittel J., Zahn A.: Comparison of Thermal Stability Measurement Processes for PVC, *Kunststoffe international* 2003/09 35-39.
- DIN 53381-1; Prüfung von Kunststoffen – Bestimmung der Thermostabilität von Polyvinylchlorid (PVC) – Dehydrochlorierungsverfahren
- ISO 182-3; Plastics – Determination of the tendency of compounds and products based on vinyl chloride homopolymers and copolymers to evolve hydrogen chloride and any other acidic products at elevated temperatures – Part 3: Conductometric method