

Э. ХЕЙНСОО, Айли КОГЕРМАН, О. КИРРЕТ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ В ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛАХ

E. HEINSOO, Айли КОГЕРМАН, О. КИРРЕТ. NIISKUSE MAARAMINE POLUMEERSETES
MATERJALIDES

E. HEINSOO, Айли КОГЕРМАН, О. КИРРЕТ. DETERMINATION OF MOISTURE IN THE POLY-
MER MATERIALS

Определение влажности полимеров представляет собой весьма важную и сложную проблему. Для этой цели применяют сложные и дорогостоящие аппараты (напр., масс-спектрометры), выдано немало патентов и авторских свидетельств на автоматические анализаторы влаги. Однако в практической работе чаще пользуются классическим весовым методом. Навеску полимера высушивают при 105°C до постоянного веса, взвешивая ее через каждые несколько часов. Этот метод точный, но занимает много времени (10—12 ч).

Нами предлагается простой и быстрый метод определения влажности полимеров, основанный на применении принципов и аппаратуры ступенчатой пиролизной газовой хроматографии (СПГХ) [1].

Аппаратура состоит из пиролизатора, газового хроматографа и желательного еще интегратора. Колонка хроматографа может быть любой, главное к ней требование — симметричность пика воды (в наших опытах использован полимерный сорбент «Сепарон СНН»).

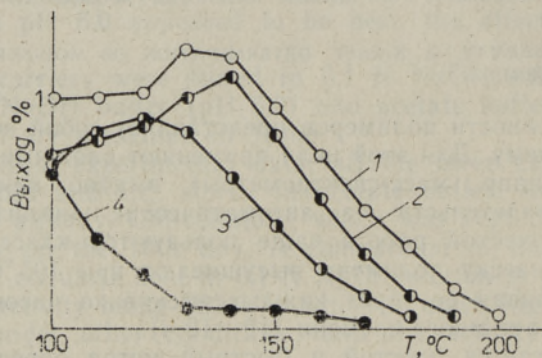
Образец массой 5—10 мг помещают в пиролизатор и подвергают импульсному нагреву при температуре 100° и хроматографически определяют количество воды. Далее температуру поднимают на 10° и проводят новый анализ. Эту процедуру повторяют до исчезновения пика воды на хроматограмме. Обычно для этого достаточно 6—8 нагреваний (температура последнего импульса 160—180°). Появление на хроматограмме какого-нибудь другого пика наряду с пиком воды указывает на начало термодеструкции полимера. В таком случае следует повторить анализ, ступенчато поднимая температуру не на 10°, а меньше, например, на 5° или на 2°. Таким способом достигается полное высушивание материала при более низкой температуре. Если известна температура начала термодеструкции полимера, можно все импульсные нагревы проводить и при одной температуре — на 30—40° ниже начала разложения полимера.

Данные таблицы показывают, что метод СПГХ позволяет получить довольно хорошо репродуцируемые и сопоставимые с весовым методом результаты. Две серии опытов с шерстью были проведены в разные дни в целях выяснения, насколько влажность воздуха влияет на содержание влаги в полимерах.

Однопиковая хроматограмма допускает использование довольно коротких хроматографических колонок, позволяющих проводить нагревы через каждые 2—2,5 мин. Общее время анализа не превышает 15—20 мин.

Содержание влаги в полимерных материалах, вес. %

Полимер	Метод СПГХ			Весовой метод
	Конечная температура образца, °С	Опыт 1	Опыт 2	
Шерсть I	190	6,605	6,332	—
Шерсть II	190	8,306	8,027	8,24
Нитрон	140	0,906	0,763	0,92
Капрон	170	1,609	1,677	1,65
Винол	160	1,904	2,181	2,15
Хлопок	190	4,992	4,957	5,05
Вискоза	200	8,260	8,505	8,55



Выделение воды из вискозы (1), шерсти (2), хлопка (3) и капрона (4).

Методом СПГХ можно определять содержание воды не только в полимерных, но и в других твердых материалах — например, в растительных и животных тканях, в горных породах и т. д.

Предлагаемый метод особенно удобен при исследовании термодеструкции различных материалов. Так, можно одновременно определить первоначальное содержание влаги в материале и высушить его (см. рисунок), чтобы вода не искажала результатов исследования пиролиза.

В полимерных материалах можно определять таким способом не только влажность, но и содержание остаточных непрореагировавших мономеров, температуры кипения которых обычно явно ниже температур начала термодеструкции соответствующих полимеров.

ЛИТЕРАТУРА

1. Heinsoo, E., Kogerman, A., Kirret, O., Coupek, J., Vilkova, S. Stepwise pyrolysis-gas chromatography of viscose fibres. — J. Anal. Appl. Pyrol., 1980, 2, N 2, 131—139.

Институт химии
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию
1/VI 1984