



Application Note AN M84

Быстрый и простой анализ полимеров

Введение

Современную жизнь невозможно представить без полимеров, которые находят применение в разных областях. Были разработаны сотни полимеров, подходящих для использования в различных целях. С появлением сополимеров и блок-сополимеров значительно возросло и число областей их применения. По этой причине производство полимеров является одной из самых важных отраслей химической промышленности.

Для анализа сырья, добавок, антипиренов и готовой продукции необходимы современные методы. ИК-Фурье спектроскопия является одним из самых быстрых и точных методов анализа для проведения входного контроля сырья и качества готовой продукции, в том числе и в производстве полимеров. ИК-Фурье спектроскопия позволяет устанавливать подлинность сырья и наличие в нем примесей, определять качество продукции и даже идентифицировать неизвестные образцы полимеров. ИК-спектр высокого качества регистрируется за несколько секунд, как правило, пробоподготовка и применение дорогостоящих расходных материалов не требуется. ИК-Фурье спектроскопия позволяет всего

за минуту идентифицировать сырье или установить соответствие конечного продукта его спецификации. С помощью библиотеки спектров полимеров Bruker Вы легко можете произвести идентификацию неизвестного соединения.

Современные приборы

Сегодня входной контроль сырья и качества готовой продукции с использованием ИК-Фурье спектроскопии производится в основном методом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО), который более удобен по сравнению с техникой измерения пропускания. ИК-излучение проникает в образец на глубину около одного микрона, детектор регистрирует спектр отражения. Исследовать можно любые образцы: твердые и жидкие, порошки и пасты, гранулы, суспензии и волокна и т.п. Весь анализ занимает буквально минуту, включая размещение образца, сбор и обработку данных. Метод НПВО позволяет даже анализировать верхние слои слоистого полимера, что невозможно сделать при измерении на пропускание.

Компактный ИК-Фурье спектрометр ALPHA с алмазным кристаллом НПВО – это доступная по цене система, надёжная и простая в использовании.

Эргономичный прижимной механизм упрощает размещение твердых образцов. Для обеспечения лёгкого доступа к анализируемому образцу прижимной механизм поворачивается на 360°. Алмаз – прочный и химически инертный материал, поэтому он идеально подходит для анализа различных образцов. Для измерения темных образцов с высоким коэффициентом поглощения (например, черных полимеров) модуль НПВО может быть дополнительно оснащен кристаллом из германия. Алмазная и германиевая пластины распознаются спектрометром автоматически, после чего устанавливаются соответствующие параметры измерения.

Спектрометр ALPHA позволяет получать надежные и воспроизводимые данные. Система Perfor-



Рисунок 1. Спектрометр ALPHA с алмазным модулем НПВО.

manseGuard™ обеспечивает непрерывную on-line диагностику и отображение текущего статуса прибора. Автоматическая валидация (OQ/PQ) обеспечивает постоянную работу спектрометра в соответствии со спецификацией. Более того, программное обеспечение OPUS полностью совместимо с GMP и 21 CFR part 11.

Для облегчения работы оператора была разработана специальная программа-помощник Wizard, которая помогает осуществить все стадии сбора и анализа

данных. С ее помощью даже неопытный пользователь может быстро провести анализ образца. На рисунке 2 представлен вид окна программы OPUS после того, как были проведены два измерения. Мастер, расположенный слева, предлагает заново зарегистрировать спектр фона или продолжить регистрацию спектров образцов

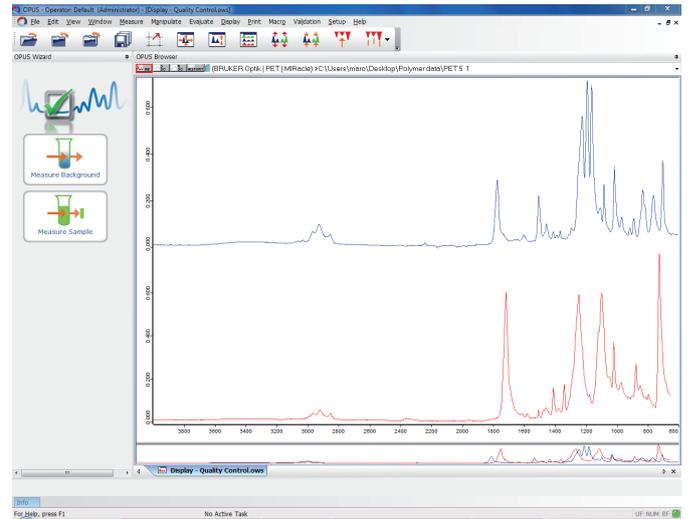


Рисунок 2. Интерфейс программного обеспечения OPUS с панелью Мастера слева.

1. Полиэтилентерефталат – это термопласт с широкой областью применения. Он используется для изготовления упаковки для напитков и продуктов питания. Входной контроль сырья заключается в подтверждении подлинности вещества и исключении возможного загрязнения другими полимерами.



- Сначала регистрируется спектр фона (без образца)
- Затем образец (лист, фольга, порошок, жидкость и т.п.) помещается на кристалл модуля НПВО. Хороший контакт образца и кристалла обеспечивает прижимной механизм.
- Регистрируется спектр образца



После измерения на панели Мастера появляются следующие картинки:



Для оценки полученных данных можно использовать функции «Сравнение спектров» или «Поиск в библиотеке». Распечатать спектры можно нажав на «Печать отчета». Для анализа другого образца нажмите «Новый образец».

Функция «Быстрое сравнение» сравнивает спектры образца и стандартов. В качестве спектра стандарта может выступать среднее нескольких спектров или множество отдельных спектров. Результат сравнения выводится на экран в виде надписи «OK» или «Not OK». Высокая степень корреляции спектров образца и стандарта (значение коэффициента корреляции лежит в установленных границах) позволяет идентифицировать образец как полиэтилентерефталат (рис.3).

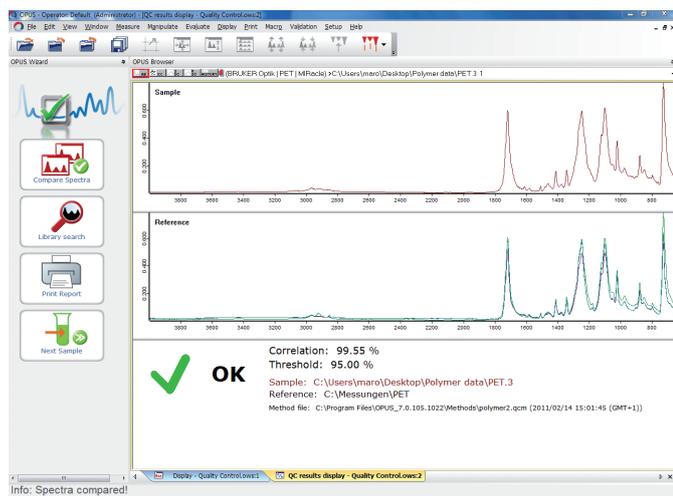


Рисунок 3. Сравнение с усреднённым спектром нескольких спектров полиэтилентерефталата, полученных ранее.

2. Если необходимо определить, является образец смесью поликарбоната и сополимера акрилонитрила, бутадиена и стирола (PC-ABS); чистым поликарбонатом (PC) или ацетатом целлюлозы (CA), то производится сравнение спектра образца со спектрами всех перечисленных веществ. Для этого необходимо просто указать папку, в которой находятся эти спектры. Результат сравнения представляет собой список веществ с указанием степени корреляции. Вещества, степень корреляции с которыми ниже установленного порога, выделены серым цветом (рис. 4). В данном примере образец однозначно идентифицируется как PC-ABS.

3. Образец неизвестного состава может быть идентифицирован путем поиска по библиотеке. Библиотека спектров отражения полимеров Bruker содержит спектры многих коммерчески доступных пластиков и их смесей. Спектр каждого вещества был зарегистрирован дважды: с использованием кристаллов алмаза и германия. В нашем примере первые шесть позиций в списке совпадений занимают различные спектры PC-ABS, что позволяет однозначно идентифицировать образец (рис.5).

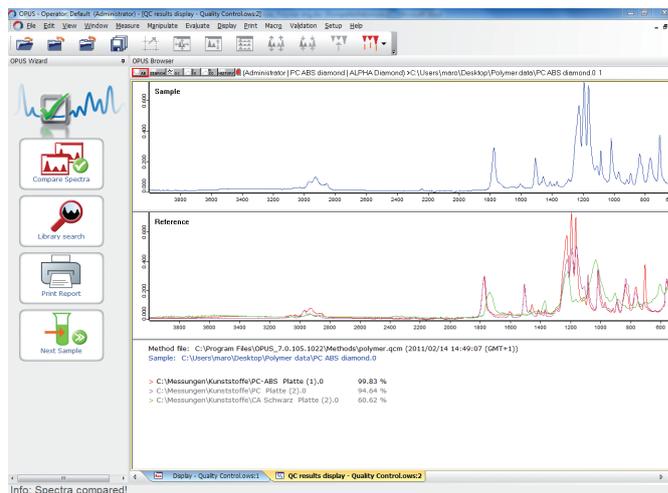


Рисунок 4. Сравнение с различными спектрами (коэффициент корреляции со спектрами №№ 2 и 3 ниже установленного предела).

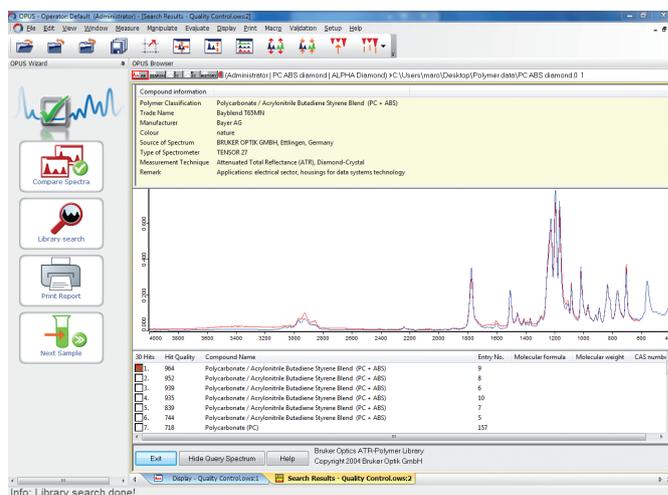


Рисунок 5. Поиск по библиотеке спектров полимеров Bruker. Образец идентифицирован как смесь поликарбоната и сополимера акрилонитрила, бутадиена и стирола.

Нажатие на картинку «Новый образец» закрывает окно вывода результатов и позволяет перейти к регистрации спектров фона или образца.

Анализ темноокрашенных образцов

Вещества с высоким коэффициентом поглощения, такие как саженатолненные каучуки, сложно анализировать с помощью алмазного модуля НПВО. Показатель преломления алмаза, равный 2,4, слишком мал, что ведет к проникновению излучения слишком глубоко в образец и возникновению артефактов в спектре. Германий, имеющий показатель преломления 4,01, высокую химическую устойчивость и широкий спектральный диапазон, может быть использован в модуле НПВО вместо алмаза. Таким образом, германий является идеальным материалом для анализа образцов с высоким коэффициентом поглощения. На рисунке 6 представлены спектры образца, зарегистрированные с использованием алмаза (верхний) и германия (нижний).

На спектре, полученном с использованием германия, не наблюдается артефактов, кроме того, полосы поглощения выражены более четко.

Благодаря небольшой глубине проникновения излучения в образец, германиевый модуль НПВО подходит для анализа тонких высокочувствительных пленок.

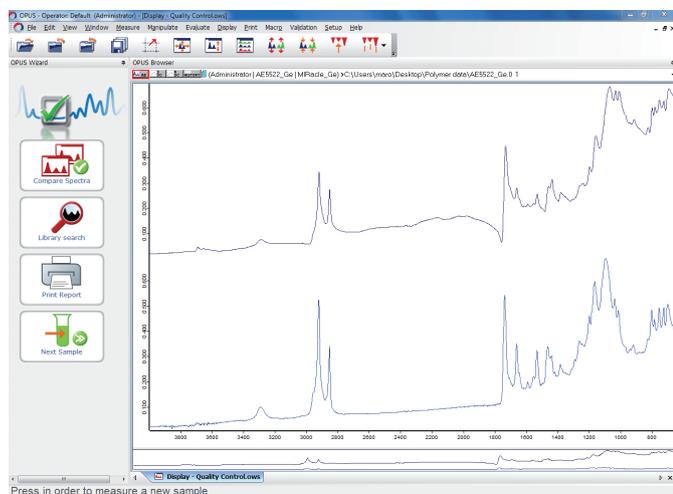


Рисунок 6. Сравнение спектров образца с высоким коэффициентом поглощения, полученных с использованием алмаза (верхний) и германия (нижний).

Заключение

Компактный ИК-Фурье спектрометр ALPHA, специальное программное обеспечение OPUS и обширные библиотеки спектров являются составными частями надежной и простой в работе системы анализа сырья и готовой продукции полимерной промышленности. Методы быстрого сравнения могут использоваться даже при наличии всего одного спектра сравнения. Это идеальный инструмент для проведения анализа в процессе производства. Идентификация неизвестных образцов проводится за несколько секунд путем поиска совпадений в библиотеке спектров. Благодаря простоте работы с программой, проводить анализ с использованием ИК-Фурье спектрометра ALPHA могут даже начинающие пользователи.

● **Bruker Optics GmbH & Co. KG**

Ettlingen · Germany
Phone +49 (7243) 504-2000
info.bopt.de@bruker.com

www.bruker.com/optics

Bruker Optics постоянно улучшает качество продукции и оставляет за собой право на изменение спецификации без дополнительного оповещения Заказчиков. © 2021 Bruker Optics BOPT-01

ООО Брукер

Москва · Россия
Тел. +7-495-517-9284
info.bopt.ru@bruker.com

Украина Киев

info.bopt.ua@bruker.com