

МЕТОДЫ, ПРИБОРЫ, ОБОРУДОВАНИЕ

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ДИНАМИЧЕСКОЙ ТЕРМОГРАВИМЕТРИИ ДЛЯ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА В ЭЛАСТОМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИЯХ

Т.Ю. Савицкая¹, К.В. Вишневецкий¹, Е.Н. Кочко², Ю.В. Богданович²

¹УО «Белорусский государственный технологический университет», г. Минск, Республика Беларусь, ²ОАО «Белшина», г. Бобруйск, Республика Беларусь

The study is aimed at determining the composition of rubber compounds filled with various grades of technical carbon using TG curves. It is shown that it is possible to establish the characteristics of the decomposition temperature for each grade of carbon black, as well as to assess its quantitative content.

На современном этапе развития невозможно представить производство качественного готового изделия без широкого внедрения более совершенных методов исследования и средств оценки физико-химических характеристик ингредиентов и полимеров. В настоящее время для изучения их свойств и процессов, протекающих в них при нагревании, широкое применение находит динамическая термогравиметрия (ТГ).

Принцип метода основан на непрерывном слежении за изменением массы образца в ходе его нагревания в избранной атмосфере (азот, кислород). Регистрируя во времени температуру и потерю массы образца, можно определить температуру разложения и сделать заключение о содержании веществ в нем. Наблюдаемое изменение массы испытуемого образца, которое регистрируют в виде термогравиметрической (ТГ) кривой, является результатом реакций разложения, окисления или улетучивания компонента.

Исследование резиновых смесей, наполненных разными марками технического углерода, позволило с помощью ТГ-кривых установить характеристические температуры разложения для каждой марки технического углерода, а также провести количественную оценку его содержания.

В качестве объектов исследования были использованы образцы сырой резиновой смеси, применяемой при производстве протектора, изготовленные с применением разных марок технического углерода (N121,

N220, N339, N650), и ее вулканизаты. Термогравиметрические измерения выполнены в режиме сканирования температуры. Помещенный в камеру образец нагревается от 30 °С до 600 °С в среде азота (скорость 30 мл/мин), при достижении температуры (510-600) °С азот заменяется на воздух (скорость 30 мл/мин) и образец продолжает нагреваться до 900 °С. Температура перехода с инертной среды на окислительную подбирается опытным путем. Скорость нагрева 10 К/мин.

Поскольку скорость потери массы образца зависит от скорости разложения/окисления испытуемого образца, а также от вида используемой атмосферы и скорости потока газа, процесс деструкции происходит в несколько этапов.

На первом этапе в среде азота происходит пиролиз летучих компонентов с низким молекулярным весом (масло, сера, ускорители, противостарители, смолы).

На втором и третьем этапах в среде азота до температуры (510-600) °С происходит потеря массы из-за деструкции полимерной цепи и можно идентифицировать полимер или смесь полимеров в образце (для смеси полимеров с неодинаковой термической стабильностью наблюдается два пика). На данных этапах необходимо учитывать влияние содержания серы на температуру пиролиза полимера: чем выше содержание серы и плотность поперечных связей, тем более низкая температура разрушения полимера.

На четвертом этапе при подаче воздуха идет вторичный пиролиз – сжигание технического углерода. После его полного сжигания остается невыгоревший остаток (белила цинковые и др.).

После обработки полученных ТГ-кривых видно, что марки технического углерода с большим значением абсорбции дибутилфталата сжигаются при более низкой температуре (N121→N220→N339→N650), при этом температура полного разложения технического углерода в вулканизатах несколько выше, чем в сырой резиновой смеси. Температурный интервал, в котором протекает реакция, определяется как разность начальной и конечной температур, т.е. $T_H - T_K$.

При одинаковом процентном содержании технического углерода в смеси – около 30 % – разные марки технического углерода имеют разную скорость сгорания. Например, при заданной скорости нагрева 10°К/мин содержащийся в смеси технический углерод марки N121 сгорает в ~ 1,3 раза быстрее, чем технический углерод марки N650, что видно на ТГ-кривых.

По результатам исследования методом термогравиметрии состава эластомерных композиций отмечено, что наиболее точное количественное определение возможно для каучуков и технического углерода. Относительная погрешность в среднем составляла $\pm 4\%$ и $\pm 2\%$ соответственно.

Существенное облегчение в интерполяции простой кривой потери веса дает полученная ДТГ-кривая, которая позволяет по максимуму пиков лучше различать перекрывающиеся стадии процессов. Одним из способов уменьшения погрешности определения является корректировка процесса разложения в части снижения скорости нагрева с 10 К/мин до 2 К/мин при проведении испытания. В результате можно отметить, что погрешность, полученная при определении остаточной массы, связана с тем, что в массу невыгоревшего остатка кроме цинковых белил также входят неорганические вещества, содержащиеся практически во всех каучуках и смолах.

Таким образом, по температурам разложения и скорости сгорания разных марок технического углерода, возможно провести идентификацию марки техуглерода и его количественное содержание в резиновой смеси.

СМАЧИВАЕМОСТЬ КАК ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОЦЕНКИ АГРЕССИВОСТОЙКОСТИ РЕЗИН

Л.В. Гайдукова, М.Г. Игнатова, П.С. Гарчева, И.В. Баранец
ФГУП «НИИСК», г. Санкт-Петербург, Россия

The possibility of using wettability as an express method for assessing the swelling resistance of a material in aggressive media is shown.

Условия эксплуатации современных эластомерных материалов требуют сохранения работоспособности изделий в контакте с различными агрессивными средами. В одних случаях важна способность поглощать жидкость, а в других, напротив, минимально в ней набухать.

Широко используемые в настоящее время методы определения стойкости материалов в различных агрессивных средах по изменению свойств, массы и объема изделий после их экспозиции в жидкости являются весьма трудоемкими.

Набухание, как сложный физический процесс, имеет несколько стадий взаимодействия материала с жидкостью [1]. Известно, что