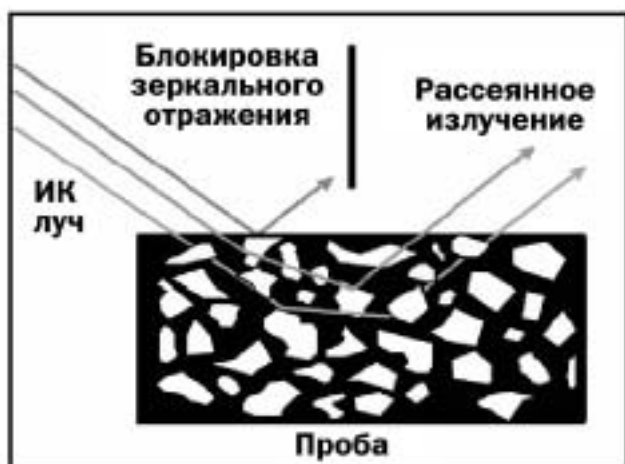


ПРИМЕНЕНИЕ БЛИЖНЕЙ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ СТЕПЕНИ СШИВКИ ТРУБ РЕХ-А

Степанова К.А., Иванов А.Н., Калугина Е.В., Самойлов С.В.

Спектрометры, работающие в ближнем ИК диапазоне (Б-ИК, 10000–4000 см^{-1} , или 1,0–2,5 $\mu\text{м}$), выгодно отличаются от ИК-Фурье спектрометров полным отсутствием чувствительности к влаге: в их конструкции не используются элементы, изготовленные из монокристаллических солей (KBr, NaCl, CsI и пр.). Это делает возможным применение БИК-спектрометров в производственных и складских помещениях, для контроля входного сырья, технологических процессов, качества готовой продукции.

В отличие от обычных ИК спектрометров, Б-ИК спектрометры предназначены в первую очередь не для идентификации исследуемых веществ, а для количественных определений или классификации. Для облегчения построения методов классификации и количественного определения используется специальное программное обеспечение [1].



В настоящей работе метод ИК-спектроскопии использовали для оценки степени сшивки труб РЕХ-а. Спектры накапливались с помощью оптико-волоконного зонда, работающего по принципу диффузного

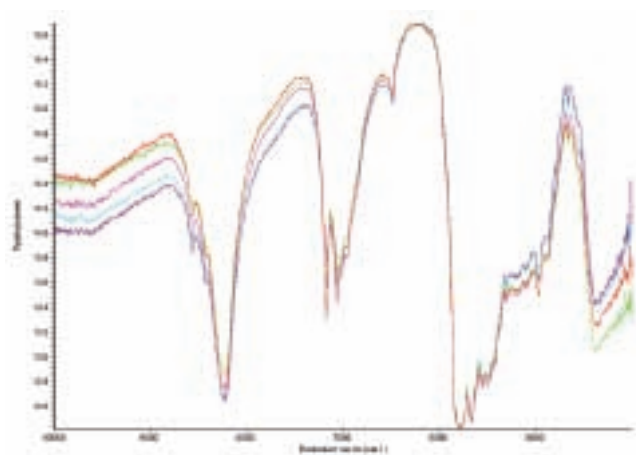
отражения. Сущность этого метода состоит в том, что на детектор прибора направляется ИК-излучение, рассеянное образцом в значительном телесном угле при полном подавлении зеркального отражения. При этом поглощается часть ИК-излучения, соответствующая колебательным полосам поглощения исследуемого материала [2].

Работа состояла из следующих этапов: накопление спектров стандартов, построение калибровочной кривой, анализ полученной зависимости и испытание методики в заводских условиях.

В качестве объектов исследования использовали трубы из пероксидно-сшитого полиэтилена «Джи-Пекс» производства СП «Голан-Пласт» Группы ПОЛИМЕРТЕПЛО.

Спектры накапливали с помощью оптико-волоконного зонда, спектральный диапазон 10000–4000 см^{-1} , количество сканов – 16, разрешение 8,0 см^{-1} . Типичные спектры трубы РЕХ-а представлены на рисунке 1.

Рис. 1. Спектры трубы РЕХ-а



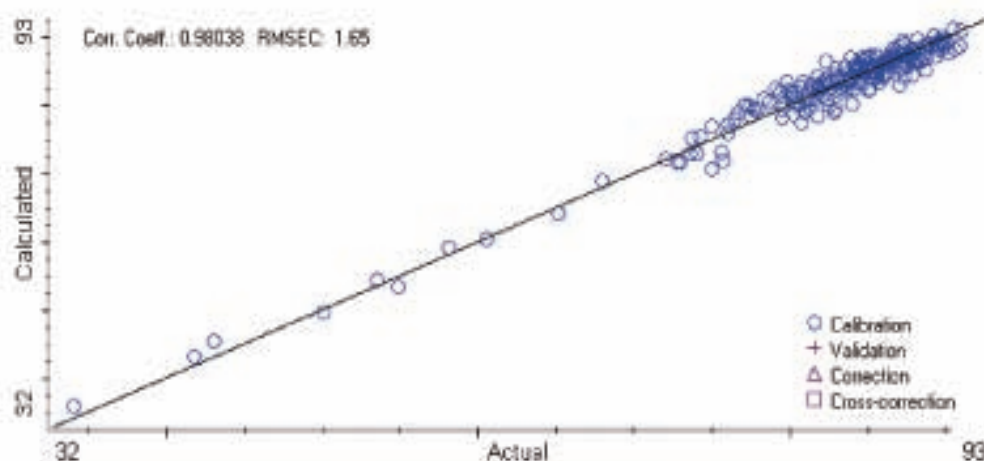


Рис. 2. Калибровочная кривая. По оси абсцисс расположены значения гель-фракции, полученные методом экстракции (Actual), по оси ординат – рассчитанные по Б-ИК спектрам труб с помощью калибровки (Calculated)

Калибровочную кривую строили с помощью программного обеспечения по методу частных наименьших квадратов. Было проанализировано более 1300 спектров (434 образца трубы типоразмеров D16 SDR 7,4, D20 SDR 7,4, D25 SDR 7,4, D32 SDR 7,4, D32 SDR 11 со степенью сшивки 32,5–91,0%). Для построения калибровочной кривой использовали спектры в диапазоне 10000–5700 см⁻¹, коррекции и сглаживания к спектрам не применялись. За истинное значение принимались данные гель-фракции, полученные методом экстракции в о-ксилоле.

В результате была получена следующая калибровка (рис. 2).

Таким образом, более 90% расчетных значений совпадают со значением гель-фракции ± 3 , все значения попадают в интервал «гель-фракция ± 5 ».

После получения калибровки метод испытывался непосредственно при производстве трубы в реальном масштабе времени (табл. 1).

Последние 3 типоразмера труб не присутствовали в калибровке в виде стандартов, тем не менее, точность их анализа оказалась достаточно высокой. Наибольшие отклонения наблюдали в случае тонкостенной трубы D50 AMT, хотя она и имеет схожую толщину стенки (около 2 мм) с трубами D16 и D20 SDR 7,4, но вследствие большего диаметра, видимо, по-другому отражает ИК-излучение. Чтобы повысить точность анализа таких тонкостенных труб, необходимо

расширять калибровку – добавлять в нее спектры тонкостенных труб.

Результаты работ показали, что метод достаточно информативен в качестве контрольного в реальном процессе производства. Внедрение метода позволит достаточно быстро обнаружить малейшие отклонения технологических режимов, влияющие на качество трубы PEX (степень сшивки), т. к. оценка степени сшивки происходит в режиме реального времени.

Выпускным параметром для контроля качества трубы должен оставаться контроль содержания гель-фракции (отрезок в начале и в конце процесса) в соответствии с НТД.

Таким образом, внедрение в процесс производства трубы PEX «on-line» контроля по ближнему ИК позволит не только дополнить аналитический контроль недостающими методиками, но и контролировать техпроцесс в реальном масштабе времени, ускорить контроль качества готового продукта, что должно привести к существенному повышению стабильности характеристик труб PEX-а.

Литература:

1. Тихомиров С.В., Кимстач Т.Б. Практическое использование ИК-Фурье спектроскопии для анализа полимеров. – Пластические массы, №7, 2007
2. Применение современных ИК-Фурье спектрометров Nicolet и приставок для анализа полимеров. – Пластические массы, №3, 2007.

Таблица 1. Испытания метода в условиях производства трубы

Типоразмер трубы	Гель-фракция, %	Рассчитанное по БИК значение, %
D32 SDR11	84,0; 82,6	80,9 \pm 0,9
	87,3; 85,8	83,1 \pm 1,0
D16 SDR 7,4	79,8; 81,9	81,9 \pm 2,1
	81,8; 82,0	82,0 \pm 2,0
D40 x 3,7	84,1; 84,7	81,0 \pm 1,4
D50 AMT	89,4; 89,1	80,5 \pm 1,7
D160 AMT	86,8; 86,5	85,0 \pm 3,5