

СПЕЦИАЛИЗИРОВАННЫЕ ПРИСТАВКИ

ПРИСТАВКА МНПВО

приставка многократного нарушенного полного внутреннего отражения с элементами из германия и селенида цинка

Для экспресс-анализа эластичных твердых веществ, порошков, пленок, волокон, а также жидких и пастообразных образцов.

Элемент из химически стойкого германия незаменим при анализе веществ, имеющих высокий показатель преломления, таких как саженаполненные резины, природные и синтетические каучуки всех типов. Позволяет исследовать химически агрессивные и сильно пачкающие вещества.

Элемент из селенида цинка позволяет увеличить чувствительность метода, даёт возможность визуализировать образец на мониторе компьютера в увеличенном масштабе и сохранить изображение для отчета или последующей работы.

Размер рабочей грани элементов 21×6 мм, отражений от образца – 3.



ПРИСТАВКА ОТРАЖЕНИЯ ПРИЗ

для получения спектров зеркального и диффузного отражения от поверхностей различных типов твердых объектов произвольной геометрии

Для анализа фармацевтических препаратов в виде таблеток, порошков и гранул, полимерных фрагментов, лакокрасочных покрытий, пленок, нанесенных на поверхности, оптических и полупроводниковых материалов.

Дополнительно реализован метод двойного прохождения – один из методов, используемых в ИК-микроскопии. Излучение дважды проходит через слой вещества, раскатанного по зеркальной стальной подложке. Минимальный линейный размер пробы 300 мкм, получаемая толщина слоя 5-10 мкм.

Приставка укомплектована встроенным держателем для образцов с набором сменных ячеек.

Система визуального контроля со встроенной видеокамерой и 75-кратным увеличением делает работу с приставкой удобной и повышает информативность и надежность полученных результатов.

для ИК-ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРА ФТ-801

НПФ «СИМЕКС»

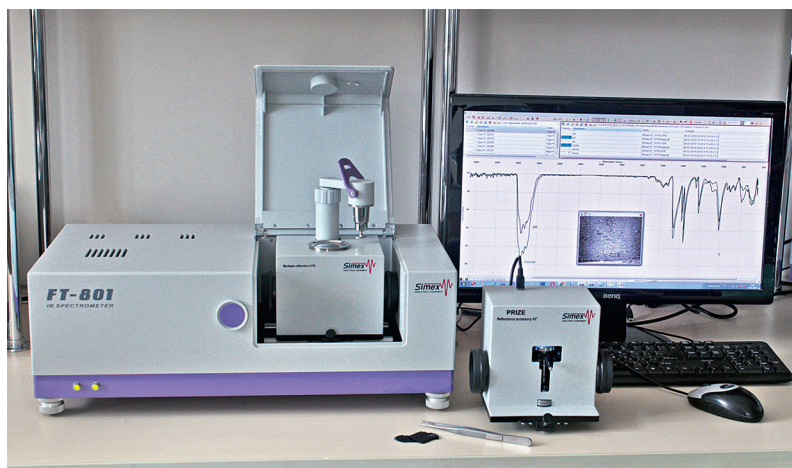
630055, г. Новосибирск,
ул. Мусы Джалиля, д. 3/1

(383)332-00-51, (383)332-00-53, (383)332-00-54
simex@simex-ftir.ru

www.simex-ftir.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ЧЕРНОЙ РЕЗИНЫ НА ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРЕ ФТ-801 МЕТОДАМИ ОТРАЖЕНИЯ

УДК 543.421/.424 Карстен О.И., Ежовская Т.Б., к.т.н., ООО НПФ "СИМЕКС", simex@simex-ftir.ru
 ВАК 02.00.02 Белов С.С., ООО "УКАкцентр", sb@axenter.ru



С каждым годом растет потребление полимерных композиционных материалов. В связи с этим возникают вопросы, связанные с регенерацией и дальнейшим применением отработанных изделий из полимеров. Проблема утилизации композиционных материалов на основе эластомеров, прежде всего, касается отработанных шин, а также резиновых изделий, применяемых при их производстве, – диафрагменных и варочных камер на основе бутилкаучука. Резиновые изделия на основе бутилкаучука устойчивы к действию кислорода, озона, солнечной радиации и бактерий, и для их произвольного разрушения требуются долгие годы, что приводит к серьезному загрязнению окружающей среды. Учитывая, что объемы отработанных диафрагменных и варочных камер по России составляют в год 1500–2000 тонн, а стоимость бутилкаучука выше стоимости обычных диеновых каучуков, частичная или полная замена его в резинах регенератом может дать существенный экономический эффект.

Бутильрегенерат появился на рынке вскоре после начала выпуска самого бутилкаучука. Для деструкции каучука применяют радиационный, паровой и термомеханический методы. Среди них наиболее важен радиационный метод, поскольку вулканизаты бутильрегенератов, полученных радиационной деструкцией, обладают ценными физико-механическими свойствами. Изучение вопроса радиационной регенерации резин ведется с середины прошлого столетия, в результате установлены основные закономерности этого процесса и предложены технологические решения. В промышленных масштабах бутилкаучук регенерируют из отработанных варочных камер и диафрагм, являющихся неизбежными отходами шинного производства [1–7].

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Разработка и тестирование достоверных и воспроизводимых методов ИК-спектроскопии для экспресс-оценки влияния электронного облучения на вулканизаты бутилкаучука, которые позволят обосновать оптимальную технологическую дозу облучения для их последующей вторичной переработки.

Образцы представляли собой плоские кусочки черной резины размером около 30×20 мм, толщиной 1 мм до и после облучения, маркированные словами: "до" и "после". Запись спектров производилась на ИК-фурье-спектрометре ФТ-801 с приставками зеркально-диффузного отражения ПРИЗ и многократного нарушенного полного внутреннего отражения (МНПВО) с элементом

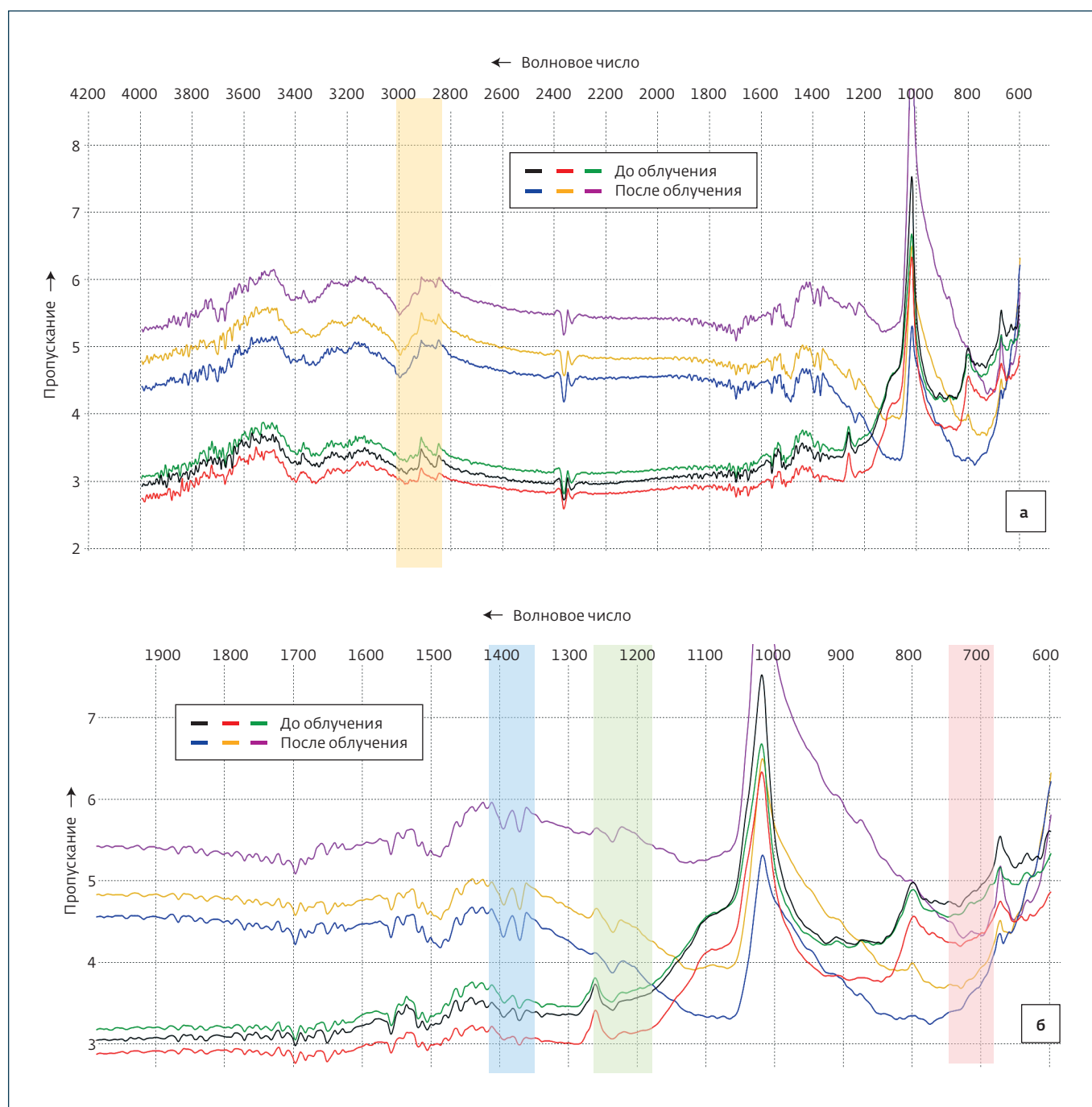


Рис.1. Спектры отражения образцов до и после облучения: а) в диапазоне 600–4200 см⁻¹; б) в диапазоне 600–2000 см⁻¹

из германия. Пробоподготовка в обоих методах не требовалась.

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Регистрация инфракрасных спектров образцов резины проводилась на ИК-фурье-спектрометре ФТ-801. На приставке зеркально-диффузного отражения ПРИЗ были записаны по три спектра от каждого образца

до и после облучения (рис.1). Для контроля воспроизводимости спектры снимали с разных участков поверхности и не подвергали никакой обработке. Спектры образцов до облучения обозначены черным, красным и зеленым цветами; спектры после облучения – синим, коричневым и лиловым цветами.

Все спектры на графиках рис. 2–4 приведены в единицах пропускания T, а именно:

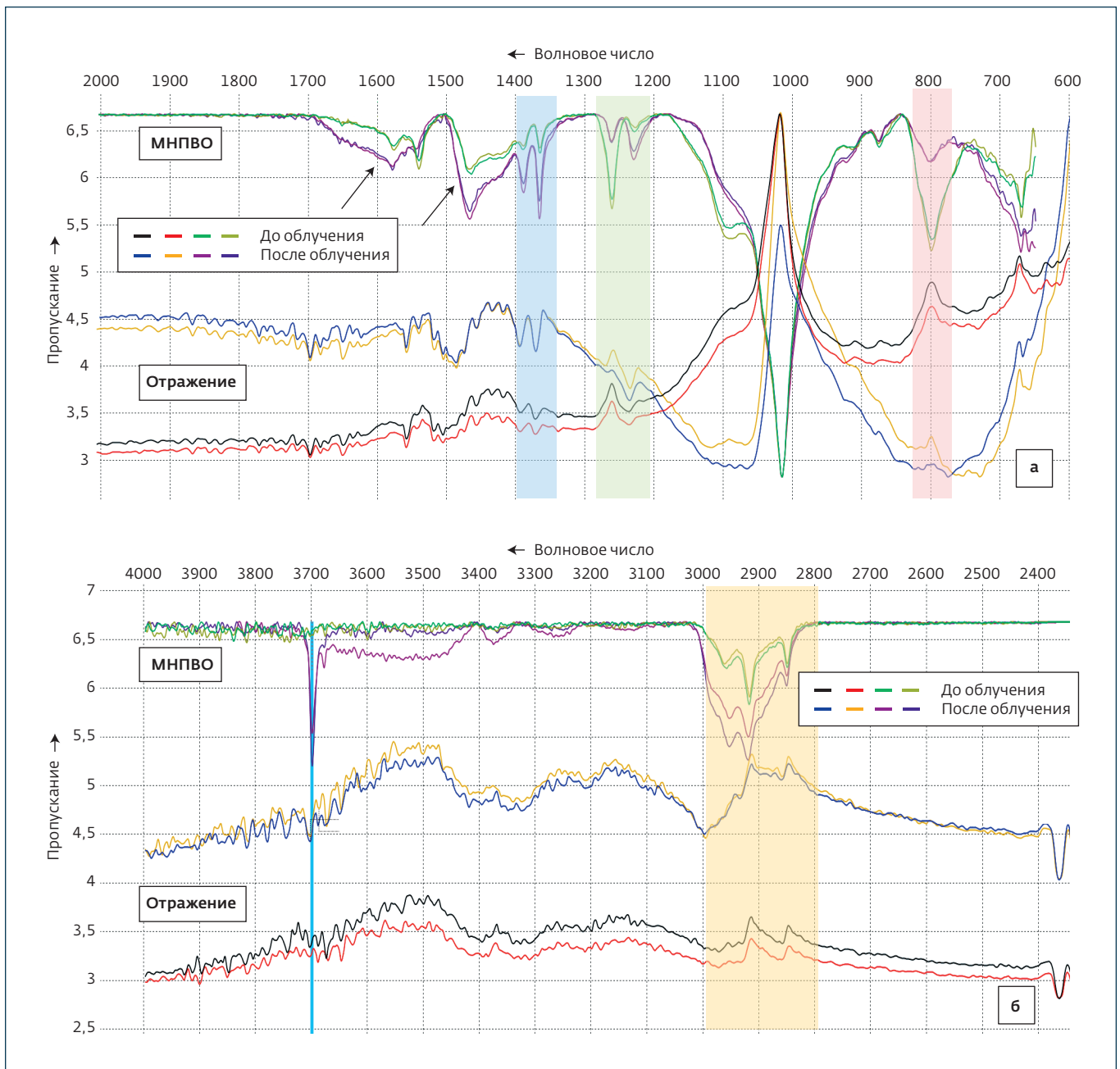


Рис.2. Спектры МНПВО и отражения до и после облучения: а) в диапазоне 600–2000 см⁻¹; б) в диапазоне 2300–4000 см⁻¹

$$T = \Phi / \Phi_0 \times 100\%,$$

где Φ – поток излучения, прошедший через образец, Φ_0 – поток излучения, упавший на его поверхность.

Для лучшего рассмотрения деталей на рис.1б приведен спектр в диапазоне 600–2000 см⁻¹. Области, в которых спектры имеют существенные отличия, отмечены светлыми полосами разных цветов. При сравнении спектров выделяют следующие отличия:

- общий уровень отраженного сигнала выше у облученного образца;

- формы линий в диапазоне 2800–3000 см⁻¹ (выделено желтой полосой);
- формы линий на 1250 см⁻¹ (выделено светло-зеленой полосой);
- у облученного образца более интенсивная двойная линия на 1400 см⁻¹ (выделено голубой полосой);
- у необлученного образца выражена линия на 800 см⁻¹ (выделено розовой полосой);
- наиболее характерное отличие – разный знак производной (наклона линии) на крыльях самого

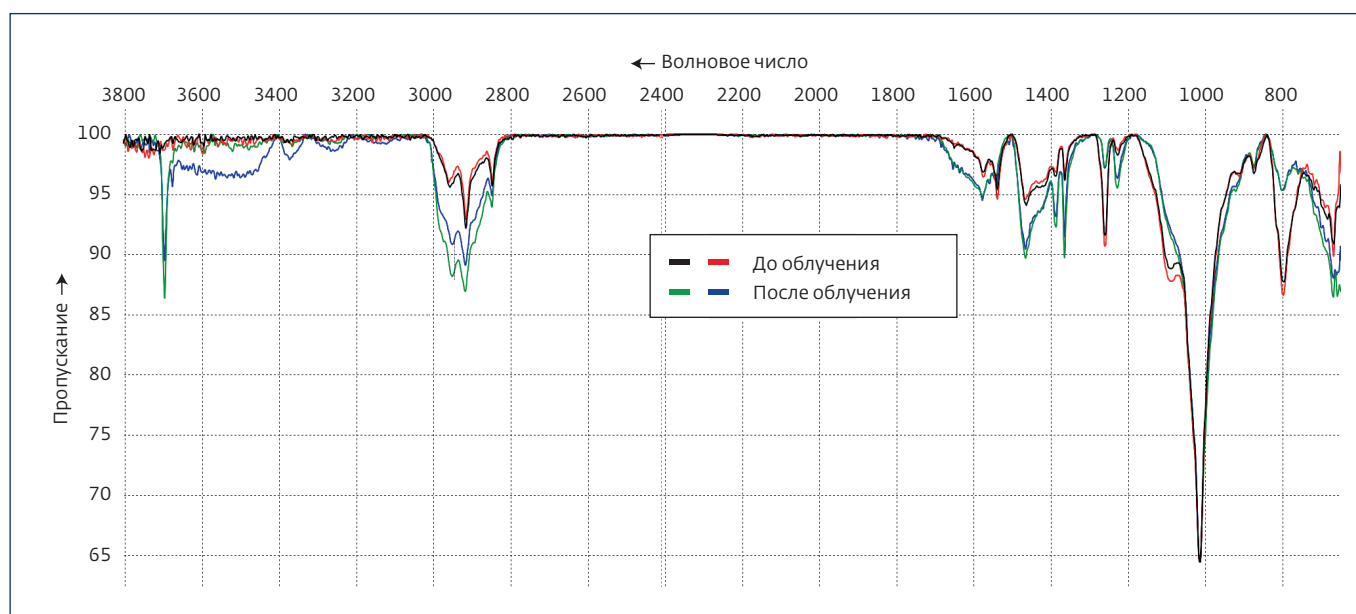


Рис.3. Спектр МНПВО черной резины до и после облучения в диапазоне 600–3800 см⁻¹

интенсивного пика в областях 1200–1050 см⁻¹ и 950–800 см⁻¹.

На рис.2 для сравнения приведены спектры МНПВО и спектры отражения (две пары нижних кривых). Все спектры нормированы на одну высоту для общего масштаба. Области, в которых для обеих групп спектров наблюдаются отличия, отмечены полосами тех же цветов, что и на рисунках выше. Стрелками указаны хорошо заметные отличия в спектрах МНПВО, которые в спектрах отражения выражены очень слабо.

Видно, что для черных резин различия в спектрах МНПВО с высоким показателем преломления при использовании элемента из германия (с $n=4$) проявляются сильнее, чем в спектрах отражения ПРИЗ, что дает возможность лучше оценить их количественно. Кроме того, уникальная для облученного образца линия на 3700 см⁻¹ прописывается только в спектрах МНПВО (ярко-голубая линия на рис.26).

ЛИТЕРАТУРА

1. **Nakanishi K.** Infrared Absorption Spectroscopy. San Francisco, HoldenDay Inc., 1962. P. 42.
2. **Kabanov V.Y., Feldman V.I., Ershov B.G., Kiryukhin D.P., Polikarpov A.P., Apel P.Y.** Radiation chemistry of polymers // High-Energy Chemistry. 2009. V. 43. № 5. P. 21.
3. **Kaminskiy V.A., Kuznetsov A.A.** About the kinetics of the destruction of polymers by the case law // Theoretical Foundation of Chemical Engineering, 2012. V. 46. № 4. P. 453–457.
4. **Karmanova O.V., Tikhomirov S.G., Lisetskaya A.N., Astakhov K.Yu.** Obtaining of butyl regenerate by radiation destruction of resin and sulfur vulcanizates // In Proceedings of the XXI scientific and practical conference "Rubber industry: raw materials, materials, technologies". Moscow, 2016.
5. **Molanorouzi M., Mohaved S.O.** Reclaiming waste tire rubber by an irradiation technique // Polymer Degradation and Stability. 2016. V. 128. P. 115–125.
6. **Clough R.L.** Radiation-Resistant Polymers // Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, 2nd edition. New York, Wiley, 1988. V. 13. P. 667.
7. **Shutilin Y.F., Karmanova O.V.** Certain features of the crosslinking and degradation of polydienes // International Polymer Science and Technology. 2012. V. 39. № 10. P. T37–T40.

На рис.3 приведены спектры, полученные наиболее подходящим для черной резины методом МНПВО с кристаллом из германия в наиболее информативном для этого исследования диапазоне 3800–600 см⁻¹ (красный и черный – до облучения, синий и зеленый – после облучения).

ВЫВОДЫ

Полученные данные указывают на существование различий в спектрах регенерата бутилкаучука до и после облучения и говорят о применимости методов ИК-спектроскопии для оценки влияния электронного облучения на вулканизаты бутилкаучука. Спектры, измеренные с помощью приставки МНПВО, обладают большей информативностью по сравнению со спектрами, полученными на приставке зеркально-диффузного отражения ПРИЗ. Отсутствие предварительной пробоподготовки и оперативная трактовка результатов позволяют использовать данную методику в качестве экспрессной.