



Granulaty tworzyw sztucznych oznaczanie zawartości wody

Zawartość wody jest istotnym parametrem jakościowym w przetwórstwie tworzyw sztucznych. Nadmiar wody w granulatach tworzywach sztucznych podczas ich przetwarzania skutkuje zazwyczaj otrzymaniem produktu o niskiej jakości, często z widocznymi wadami powierzchni. Defekty struktury mogą pojawiać się nawet wtedy gdy granulat jest wstępnie suszony co może wskazywać na konieczność modyfikacji parametrów prowadzonego procesu. Najpowszechniejszą metodą badania zawartości wody w tworzywach sztucznych jest metoda polegająca na określeniu straty masy próbki po jej suszeniu (LOD), tzw. metoda wagosuszkowa. Pozornie prosta metodyka badania nie zawsze daje wyniki prawdziwe, ponieważ wymaga bardzo dokładnego zmierzenia niewielkiego ubytku masy. Dokładność i precyzję oznaczeń zawartości wody można uzyskać przy zastosowaniu wagosuszarek serii MA/R oraz MA/X2 produkcji Radwag.



Nota aplikacyjna zawiera podstawowe informacje dla procesu walidacji metody suszenia orzechów oraz migdałów z wykorzystaniem wagosuszarek serii MA/R oraz MA/X2 produkcji firmy Radwag Wagi Elektroniczne.

Nota aplikacyjna może być podstawą dla opracowania własnej metodyki suszenia uwzględniającej specyficzne cechy badanego produktu.



TERMINY

DOKŁADNOŚĆ oznaczenia zawartości wody / masy suchej to różnica między wynikiem zawartości wody / masy suchej otrzymanym w metodzie wagosuszarkowej a wynikiem zawartości wody / masy suchej jaki otrzymano susząc tę samą próbkę metodą referencyjną.

PRECYZJA – stopień zgodności pomiędzy niezależnymi wynikami badania otrzymanymi w ustalonych warunkach. Miarą precyzji jest odchylenie standardowe z serii kilku pomiarów.

METODA REFERENCYJNA

Badanie zawartość wody w granulatach tworzyw sztucznych wykonano metodą kulometryczną Karla-Fischera zgodnie z wymaganiami normy ISO 15512 B2 „Plastics - Determination of water content”

PRZYGOTOWANIE PRÓBKII

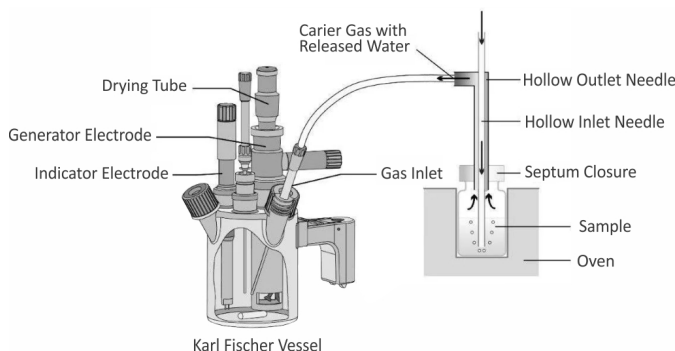
Przed badaniem próbki należy przechowywać w szczelnie zamkniętych pojemnikach.

AKCESORIA

Aparat Karla-Fischera, odczynniki, badane próbki.

OPIS METODY

W metodzie ISO 15512 B2 niewielka ilość każdej próbki (ok. 0.5 g) była umieszczona w szczelnie zamkniętych fiolkach, które następnie umieszczono w obrotowym magazynie. Podczas pomiaru pojedyncza fiołka była przemieszczana automatycznie do komory pieca grzewczego. W efekcie wzrostu temperatury woda zawarta w próbce była odparowywana i przenoszona do celi miareczkowej przez suche powietrze (azotowy gaz nośny) za pomocą sondy. W celi pomiarowej następowało miareczkowanie zebranej wody metodą Karla Fischera.



Schemat kulometrycznej metody KF, źródło: Determination of Moisture in Petroleum Samples According to ASTM D6304 (Karl Fischer Oven Method). Metrohm USA Inc

WYNIKI

| Nazwa | PA 6 Ultramid | PA 66 GF50 EMS | PW Makrolon 1260 | PC APEC 2095 | ABS Nowodur HH-12 | PMMA Plexiglas | POM Delrin 90 P BK602 | HDPE CRP 1000 | Tarnamid T-27GF30 NAT | Alphalon 27 C |
|--------------------|------------------|-------------------|------------------------|-----------------|-------------------------|-------------------|-----------------------------|------------------|-----------------------------|------------------|
| Zawartość wody (%) | 1.62 | 1.41 | 0.11 | 0.04 | 0.37 | 0.18 | 0.21 | 0.001 | 0.09 | 0.02 |
| Odch. Stand. (%) | 0.04 | 0.01 | 0.01 | 0.001 | 0.04 | 0.001 | 0.01 | 0.001 | 0.01 | 0.001 |

GRANULATY TWORZYW SZTUCZNYCH – ZAWARTOŚĆ WODY METODA WAGOSUSZARKOWA

Istotnym czynnikiem w badaniach zawartości wody tworzyw sztucznych jest higroskopijność czyli zdolność do absorbowania wilgoci z otoczenia. Tworzywa higroskopijne typu PA, PS, PC, PET, ABS, PBT wykazują znacznie większy poziom sorpcji wilgoci, która migruje do wnętrza granulatu poprzez co uzyskuje się efekt jej objętościowego pochłaniania. Z tego powodu każda próbka powinna być przechowywana w szczelnie zamkniętym pojemniku.

PRZYGOTOWANIE PRÓBKII

Brak wymagań.

AKCESORIA

Wagosuszarka serii MA 50/1.R lub MA 50/1.X2.A, szklane naczynia wagowe z przykrywką, tyżeczka laboratoryjna.

OPIS METODY

Wybrać profil suszenia jako Standard. Ustawić parametry suszenia podane poniżej. Próbkę o masie ok. 12 – 15 g umieścić na szalce wagi. Zamknąć komorę suszenia – ręcznie lub automatycznie.

PARAMETRY SUSZENIA / WYNIKI

| Nazwa próbki | Temper. | Masa | Zakończenie analizy | Zawartość wody \pm precyzja pomiaru *) | Czas analizy | Błąd oznaczenia zawartości wody **) |
|------------------------|---------|------|---------------------|--|--------------|-------------------------------------|
| | (°C) | (g) | | $\bar{x} \pm \text{st. dev. (\%)}$ | (min:s) | (%) |
| PA 6 Ultramid | 150 | 12 | 1mg / 40 sek. | 1.62 \pm 0.02 | 14:18 | - 0.01 |
| PA 66 GF50 EMS | 150 | 12 | 1mg / 40 sek. | 1.41 \pm 0.03 | 15:48 | 0.00 |
| PW Makrolon 1260 | 115 | 15 | Auto 3 | 0.10 \pm 0.01 | 07:09 | - 0.01 |
| PC BAYER APEC 2095 | 70 | 12 | Auto 3 | 0.07 \pm 0.01 | 04:04 | 0.03 |
| ABS Nowodur HH-12 | 110 | 13 | t=28 min | 0.33 \pm 0.01 | 28:00 | - 0.04 |
| PMMA Plexiglas | 100 | 15 | 1mg / 80 sek. | 0.17 \pm 0.01 | 15:48 | - 0.01 |
| POM Delrin 90 P BK602 | 100 | 13 | Auto 3 | 0.23 \pm 0.01 | 09:09 | 0.01 |
| HDPE CRP 1000 | 100 | 14 | Auto 3 | 0.02 \pm 0.003 | 04:36 | x |
| Tarnamid T-27 GF30 NAT | 120 | 13 | Auto 3 | 0.09 \pm 0.01 | 05:40 | -0.003 |
| Alphalon 27 C | 125 | 13 | Auto 3 | 0.02 \pm 0.001 | 01:31 | 0.001 |

*) – precyzję pomiaru wyznaczono jako odchylenie standardowe z serii 5 pomiarów.

***) – błąd oznaczenia zawartości wody wyznaczono jako różnicę między średnią zawartością wody uzyskaną metodą wagosuszarkową i wynikiem zawartości wody uzyskanym metodą Karla-Fischera.

ZASTRZEŻENIE

Opisana metoda została zweryfikowana przez Laboratorium Badawcze, jednakże przedstawione wyniki nie uwzględniają czynników wynikających z różnorodności specyfiki testowanych próbek, umiejętności personalnych operatorów jak i zdolności pomiarowej stosowanych przez użytkowników wagosuszarek. Z tego względu Radwag nie może ponosić odpowiedzialności za stosowanie przedstawionych parametrów suszenia, ale mogą one być wykorzystane dla opracowania własnej metodyki suszenia.