

Химический анализ сополимера этилена производителя «DAELIM CORPORATION» .

В мировой и отечественной промышленной практике полиолефины занимают первое место по объему производства и потребления среди других полимеров.

К полиолефинам относятся **полиэтилен**, полипропилен, полиизобутилен, их сополимеры, а также сополимеры некоторых других  $\alpha$ -олефинов. Бесспорным лидерами среди полиолефинов в настоящее время является полиэтилен. Самым дешевым из полиолефинов является **полиэтилен высокого давления (ПЭВД) (полиэтилен низкой плотности - ПЭНП)**. Доля его в общем объеме производства полиолефинов составляет 75-78 %. **ПЭВД** применяют в основном (75-80 %) в производстве пленок (для укрытия теплиц, парников, для упаковки изделий легкой и пищевой промышленности и др.), в качестве электроизоляционных покрытий в электротехнической промышленности, в производстве литевых и выдувных изделий для различных отраслей народного хозяйства, товаров широкого потребления (хозтовары, игрушки, канцтовары и др.), труб.

**Полиэтилен высокой плотности (ПЭВП)** обладает более высокими физико-механическими свойствами, чем полиэтилен низкой плотности. Получают **ПЭВП** при среднем и низком давлении, поэтому называют еще ПЭСД и **ПЭНД**, соответственно. ПЭВП пригоден для изготовления изделий повышенной прочности в радиотехнической, химической, электротехнической промышленности, строительной технике, изделий бытового назначения, в производстве труб для строительства и мелиорации, а также для изготовления крупногабаритных, прочных, стойких к удару и растрескиванию изделий (бочек, ящиков, емкостей), стабилизированной упаковочной пленки, моноволокна и листов.

Сополимеры этилена особенно ценятся за свою способность противостоять ударным нагрузкам и растрескиванию. Широкие возможности открываются при модификации свойств полиолефинов физическими и химическими методами.

В нашей лаборатории анализа полимеров проведен **химический анализ полимера (сополимера)** этилена марки XP 9200 EN производителя « DAELIM CORPORATION» .

На разрешение **химического анализа полимера** поставлены следующие вопросы:

-полиэтилен линейный гранулированный марки XP 9200 EN изготовитель DAELIM CORPORATION» , товарный знак Daelim Poly, является полимером или сополимером этилена?

-какова массовая доля (процент) бутилена-1(масс%) и какова погрешность перевода мольных процентов в массовый процент при определении содержания примесей этилена методом ЯМР спектроскопии углерода-13 (ASTM D 5017-96 (2003)?

-полиэтилен линейный гранулированный марки XP 9200 EN изготовитель DAELIM CORPORATION» , товарный знак Daelim Poly, является полимером или сополимером этилена?

-какова массовая доля (процент) гексена-1(масс%) и какова погрешность перевода мольных процентов в массовый процент при определении содержания примесей этилена методом ЯМР спектроскопии углерода-13 (ASTM D 5017-96 (2003)?

#### 1. Внешний осмотр.

Аналитические части проб (далее пробы) представляют собой гранулы округлой формы белого цвета.

#### 2. Химический анализ полимера.

В соответствии научно-технической литературы:

«Энциклопедия в 3 т, глав. ред. Кабанов В.А. М. Советская энциклопедия, 1974г.;

- Поляков А.В. Дунтов , Софиев Э.А. и др. «Полиэтилен высокого давления.

Научно-техническое основа промышленного синтеза» Л. Химия, 1988;

-«Основы технологии пластмасс», под редакцией. Кулезнева В.Н. и др, М Химия, 1995;

-Брацыхин Е.А. Шульгина Э.с «Технология пластических масс», Л. Химия 1982;

-Сеидов Н.М. «Новые синтетические каучуки на основе этилена и  $\alpha$ -олефинов», Баку Элм, 1981 и информация Интернет –сайта [www.himhelp.ru](http://www.himhelp.ru), линейный полиэтилен низкой плотности (далее ЛПЭНП) получают сополимеризацией этилена и  $\alpha$  олефинов составляет и 2-9 масс%). ЛПЭНП характеризуется боковыми ответвлениями одинаковой длины, расположенными вдоль полимерной цепи, что придает линейному ПЭ более упорядоченную структуру (по сравнению с полиэтиленом низкой плотности) и как следствие, более высокую степень кристалличности и повышенную температуру плавления.

В результате исследования качественного **химического анализа полимера** проб №1 и №2 путем изучения поведения в пламени с использованием «Методических рекомендаций при идентификации полимеров» (ЦЭКТУ, 2009) установлено, что при внесении в пламя пробы горят слабым пламенем с оплавлением и подтеканием с выделением запаха горячей парафиновой свечи, после удаления из пламени, продолжает гореть, что характерно для полиэтилена.

В спектре ИК-поглощения образцов наблюдаются сравнительно небольшое число хорошо выделенных колебательных полос. Это полосы с частотами (волновыми числами) (720, 1420, 2800, 2900) см<sup>-1</sup>. Две первые полосы принадлежат деформационным колебаниям. Две последние полосы принадлежат валентным колебаниям. Расположение полос соответствует ИК спектру полиэтилена. («Полимерные пленки»Перевод с английского под редакцией проф. Геннадия Е. Заикова, Санкт-Петербург 2006г Изд-во Профессия., Тарасевич Б.Н. «ИК спектры основных классов органических соединений. Справочные материалы.», МГУ,Москва, 2012г)

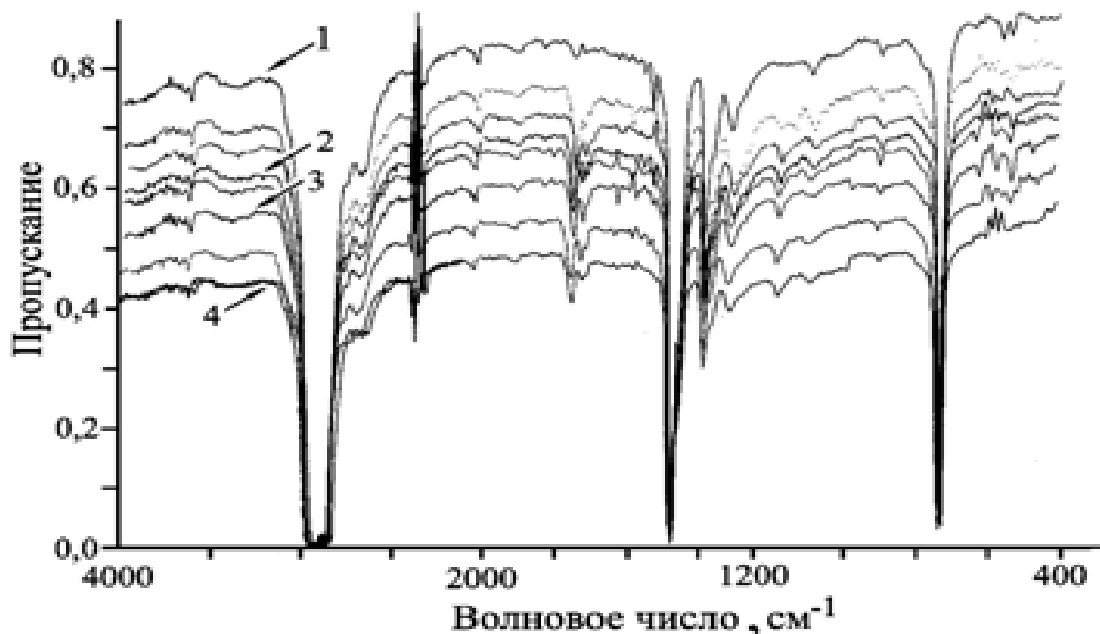


Рис.1.ИК-спектры образцов.1,2- Пробы товара полимер (сополимер)этилена марки XP 9200 EN  
3- Пробы товара полимер (сополимер)этилена другой марки  
4-Эталонный образец полиэтилена.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии в пробах зарегистрированы эндотермические процессы в диапазоне температур от 72 до 128<sup>0</sup>С с двумя характеристическими экстремумами при температуре 102,1±02 и 114,0±02 <sup>0</sup>С. Начало пика определяет температуру плавления вещества, а площадь пика -теплоту плавления.( Берштейн В.А. Егоров В.М. «Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров», с145)

Исходя из полученных экспериментальных данных, по теплоте плавления проб рассчитана степень кристалличности 22±3% .

Интерпретация полученных результатов проведена с использованием научно-технической литературы Уэндландт У. Термические методы анализа. М.: Мир, 1978. 528 с. Коптелов А. А., Коптелов И. А. Статистическая модель термического разложения линейных полимеров // Высокомолекулярные соединения. Серия Б. 2009. Т. 51. № 8. С. 1578—1584.

Коптелов И. А., Карязов С. В. Методические проблемы исследования кинетики термического разложения полимеров. I. Дифференциальный термический анализ // Пластические массы. 2008. № 8. С. 24—28.

Мадорский С. Термическое разложение органических полимеров / Пер. с англ. под ред. С.Р. Рафикова. М.: Мир, 1967. 328 с.

В результате определения удельного веса (плотности) проб в соответствии [ГОСТ 155139-69 \(СТ СЭВ 891-78\) «Пластмассы. Методы определения плотности \(объемной массы\)»](#) установлено, что пробы имеют удельный вес (плотность) 0,930±0,005г/см<sup>3</sup>.

Методом ядерного магнитного резонанса Спектры ЯМР <sup>13</sup>С регистрировали на спектрометре ЯМР VXR-500S фирмы «Varian» (ЯМР-спектроскопии)углерода-13, в соответствии с ASTM D 5017-96(2003) установлено. Пробы являются сополимером этилена и гексена-1, число ответвлений на основной цепи полимера на1000 углеродов составляет около 12,или 4,7±0,6 масс % .

Количественные расчеты по спектрам ЯМР <sup>13</sup>С производили согласно методике, описанной в работе :Калабин Г.А., Каницкая Л.В., Кушнарев Д.Ф. «Количественная спектроскопия ЯМР природного органического

сырья и продуктов его переработки». М., 2000. 408 с.

Результаты анализа полимера были сведены в таблицу:

№ п/п	Определяемые показатели	Результаты исследований	НД на методы исследования

<b>ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ</b>			
1	Внешний вид	Гранулы округлой формы белого цвета	-
2	Плотность(удельный вес)	0,930±0,005г/см <sup>3</sup>	ГОСТ15139-69 (СТ СЭВ 891-78) «Пластмассы. Методы определения плотности(объемной массы)
3	Температура плавления	102.1±0.2 <sup>0</sup> С	ГОСТ 21553-76 «Пластмассы. Методы определения температуры плавления»
4	Тип полимера	сополимер этилена и гексена-1	Энциклопедия полимеров, т. 3, М., 1977
5	Степень кристалличности	22±3%	Берштейн В.А. Егоров В.М. «Дифференциальная сканирующая калориметрия в физико-химии полимеров».Л.:»Химия»,1990

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ:** По совокупности установленных показателей плотности (удельного веса), температура плавления, степени кристалличности, типа и количества сомономерных звеньев в полимерной цепи пробы являются линейным полиэтиленом содержащем в качестве сомономерного звена гексен-1 в количестве 4,7±0,6 масс %. Образцы полимерного материала марки XP9200EN изготовитель:DAELIM CORPORATION, идентифицированы как полимеры этилена в первичной форме гранул, с удельным весом менее 0,940 г/см<sup>3</sup>, линейный полиэтилен.

[www.chemanalytica.ru](http://www.chemanalytica.ru)