

PE-HD 中低浓度 PE-LD 的测量

一、导论

为了改进 PE-HD（高密度聚乙烯）的机械性能，常常需要添加少量的 PE-LD（低密度聚乙烯）。在下面的实验中，我们将采用 DSC 研究这种少量添加剂在聚合共混物中的含量，以及用 DSC 技术能检测少量添加剂的限度范围。采用四种不同含量 PE-LD 的共混物样品进行实验，首先对纯 PE 进行了实验，图 1 显示 PE-LD 的熔解行为与 PE-HD 是完全不同的，可以假定这两种物质至少存在部分的不相容，从两者的共混物中能看到各自的清晰的熔融峰。

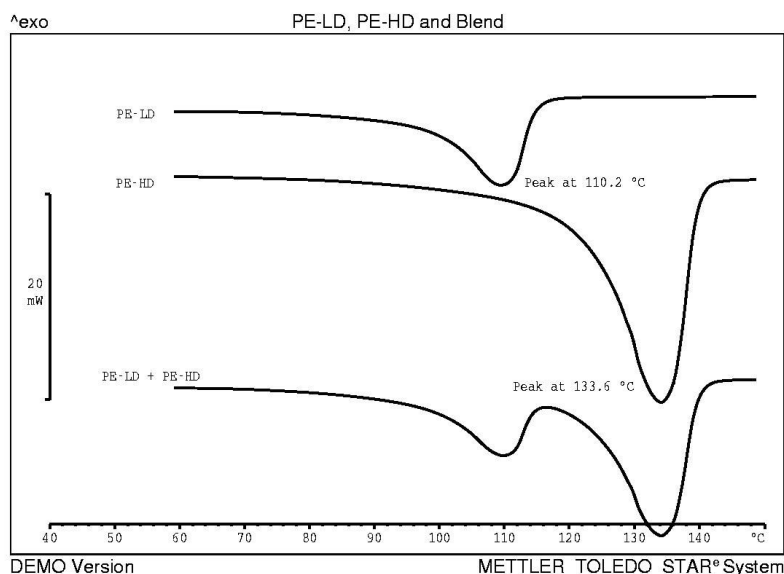


图 1 PE-LD 和 PE-HD 的熔化曲线 (PE-LD 的熔点明显较低; PE-LD 和 PE-HD 的结晶度也不同, 一般的, PE-LD 结晶度为 25%, PE-HD 为 65%)

二、实验

样品: PE-LD 和 PE-HD 的共混物, 其中 PE-LD 的含量分别为 3%、1.97%、1.06%、0.5%

测量仪器: Mettler-Toledo DSC

样品制备: 大约 10mg 球粒状样品置于 20 μ l 铝坩埚

升温速率: 10°C/min

三、结果与讨论

由图 2 可见四种不同 PE-LD 含量的共混物 DSC 曲线, 由于 PE-LD 含量很低, 因此在 DSC 曲线主要显示的是 PE-HD 的熔解峰, 只是在该熔解峰前半部分通过放大可以清楚可见含量不超过 1% PE-LD 的微小熔解峰 (台阶), 这个熔解峰通过 STARe 软件中“spline”基线进行积分。对四种样品选择相同的温度范围和同一条“spline”基线对 PE-LD 的熔解峰进行积分计算。结果显示 PE-LD 的检出极限为 0.5%, 但不能通过 PE-LD 的熔解峰面积直接计算 PE-LD 的含量。如果将 PE-LD 的熔解峰峰面积与共混物的整个熔解峰峰面积之比对 PE-LD 含量进行作图 (见图 3), 就可以得到一条近乎直线的关系曲线。通过这条关系曲线, 我们就可以估算未知共混物中的 PE-LD 含量, 进行这种估算的前提条件就是共混物的化学结构和物理结构以及制备条件 (如温度和共混技术) 是相同的。

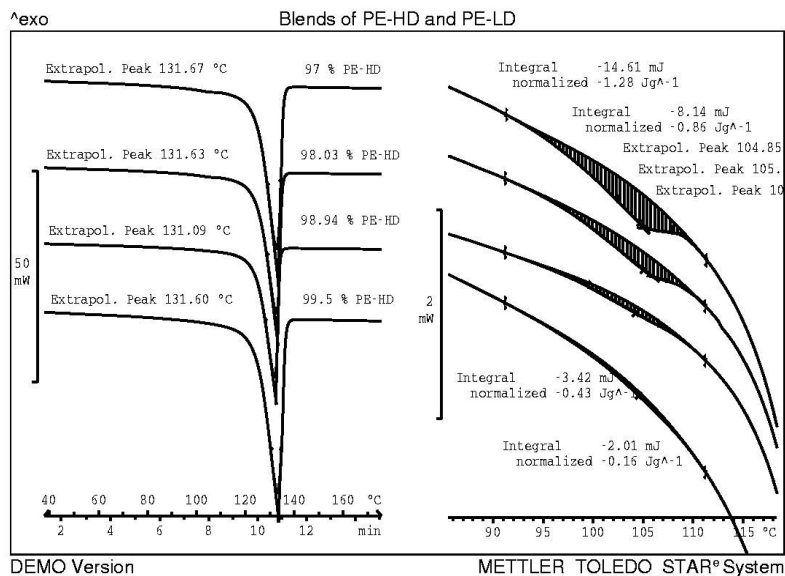


图2: 不同PE-LD含量的PE-HD/PE-LD体系的DSC曲线(右为该曲线的局部放大部分)

四、结论

实验结果显示: 在一定的条件下共混物中各组分含量可通过DSC技术进行检测; 对于PE-LD/PE-HD体系, PE-LD的检测极限为0.5%-1%。

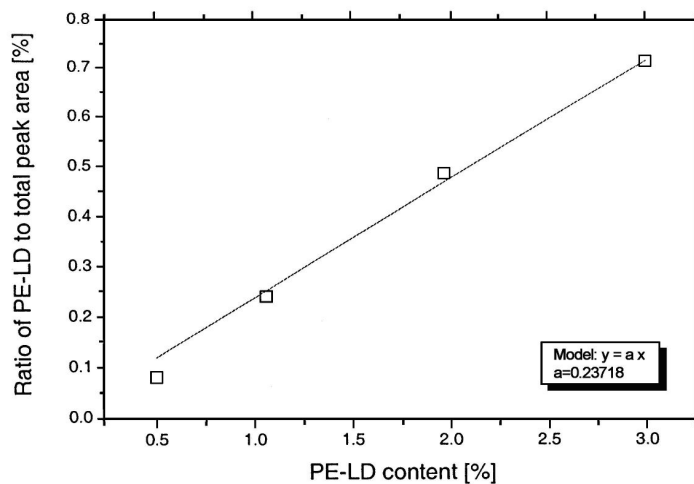


图3: PE-LD的峰比例(spline基线)与PE-LD含量的关系曲线