

# 微波水分仪用于快速测试聚合物粉末中的微量水分

## 1. 应用背景

在聚合物材料的加工过程中，即使是少量水分 (<0.10%) 也会对最终产品的特性与性能造成严重后果 (例如：形成表面缺陷)。因此，在加工成型之前测定聚合物颗粒中的水分含量必不可少。

有很多可以用来测定聚合物材料水分的方法，如：干燥失重法、卡尔费休水分测定方法、气相色谱法、红外光谱法等。

干燥失重法简单方便，但干燥过程需要较长时间；并且，由于树脂中或多或少含有一定量的未聚合单体或溶剂，水分并不是干燥失重过程的唯一挥发物，经常会导致测试结果偏高。

与加热炉相结合的卡尔费休水分仪是测定聚合物颗粒中水分含量的一种成熟、可靠且准确的方法。但是，最佳操作条件的摸索 (不同聚合物颗粒的最佳气相萃取温度和最佳萃取时间不同)、水分测试都需要较长时间，且颗粒物的大小、样品装填密度、样品量多少都会影响水分测试结果的准确度和重复性。尤其对于微量水分的测试，也无法得到理想的测试结果。

微波水分仪是一种超快速、高灵敏度的水分测定方法，得到的是聚

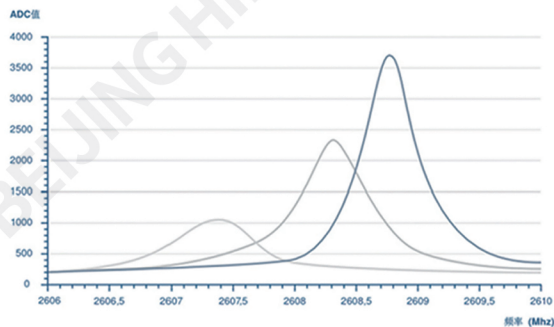
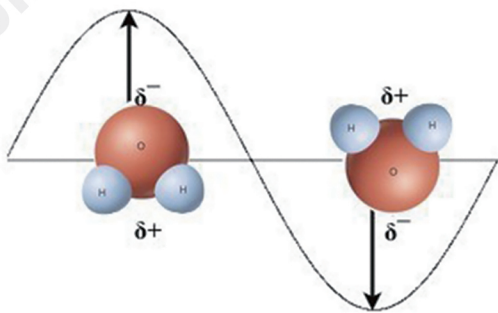
合物的内部水分而非表面水分，可以测试聚合物中的ppm级别的含水量。微波水分仪可以在1s之内完成微量水分测定，可以更好地服务于苛刻条件、极低水分含量的聚合物样品的测试。而且，在线微波水分仪可以安装于生产线，用于对聚合物水分进行实时监控。

PTFE聚四氟乙烯微粉是一种白色的低分子量自由流动粉体，分子结构稳定、具有优良的耐化学性 (耐强酸、强碱)、良好的电绝缘性、极高阻燃性、极好的自润滑性、高耐候性、抗老化性、具有良好的耐紫外、抗划痕、耐刮伤的特性、手感好、光泽度好、热稳定性好、使用温度范围广 (-200~+300°C)，并具有良好的不粘性和重涂性等。通过特殊表面处理后的PTFE聚四氟乙烯微粉不仅保持着聚四氟乙烯原有的优良性能，还具有许多独特的性能：如分散性好、相容性好、无凝聚性、无静电效应、自润滑性高、摩擦系数降低等。PTFE聚四氟乙烯微粉的含水量在0.001%-0.05%，如何快速准确地测试水分含量，一直是困扰大家的一个问题。

## 2. 微波水分仪测试原理

通常来讲，水分子的方向会随着微波而改变，水分子的摩擦产生热并改变微波的振幅和频率。专利的“TEWS方法”用一个传感器来产生低功率微波场，在定义良好的参数内发生特征共振，当产品填充或覆盖传感器时，会引起共振位置和强度的变化，这些变化主要

取决于产品含有多少水分。TEWS方法可实现每秒获取和显示数十、甚至数千次读数。在特定情况下，也可以校准该仪器来测量密度。对于每种聚合物样品，只需校准一次。



Measuring the Moisture and Density of PTFE Powder  
Moisture Levels precisely calculate

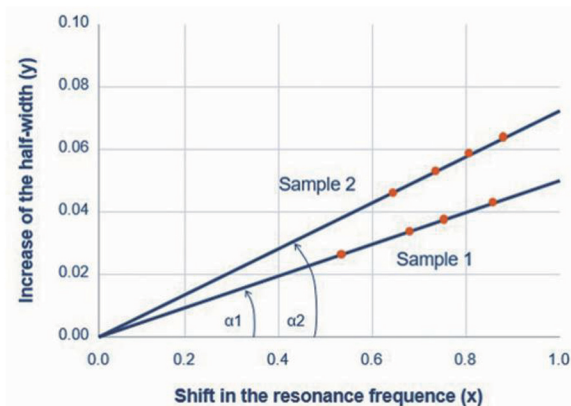
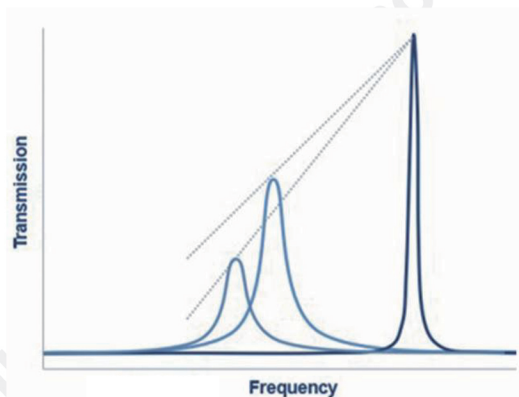


图1 微波水分仪测试原理示意图

### 3.测试样品与测试设备

测试样品为PTFE聚四氟乙烯微粉，样品分为两组：第一组考察不同干燥时间的PTFE微粉的水分含量，样品分别标记为：PTFE-10h、PTFE-13h、PTFE-16h、PTFE-19h、PTFE-22h，分别表示样品干燥时间为10h、13h、16h、19h、22h；第二组考察四个最终产品的水分含量，样品分别标记为PTFE-A、PTFE-B、PTFE-C、PTFE-D。

测试设备为德国TEWSELEKTRONIK公司的MW4492微波水分仪：水分检测下限达到10ppm，测试速度为毫秒级，适用于极低水分含量的固体粉末或固体颗粒的水分含量测定；德国TEWS ELEKTRONIK也有在线微波水分仪，安装在生产线上，实时监测生产过程中各个环节物料的水分含量，不需要人工取样及样品制备等人工操作，监测过程完全自动化。

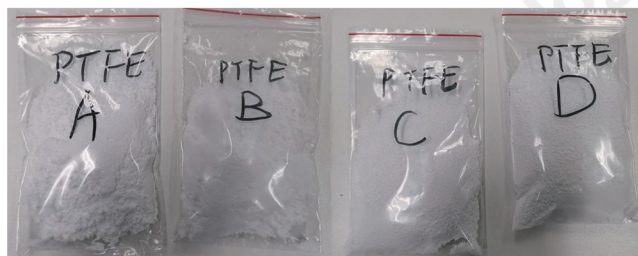


图2 PTFE聚四氟乙烯微粉



图3 德国TEWS ELEKTRONIK公司的MW4492微波水分仪

## 4.测试结果与讨论

### 4.1不同干燥时间样品水分含量测定

此测试为同一批次样品不同干燥时间的取样测试，可以显示干燥时间对于干燥效果的影响，对于制定生产线干燥工艺参数具有指导意义。表1显示了不同干燥时间的PTFE粉末的水分含量，每个样品交替测试5次。

从表1可以看出：随着干燥时间的增加，PTFE粉末的水分含量不断减小。干燥10h的样品水分含量为420ppm，干燥13h的样品水分含量为220ppm，干燥16h以上时的样品水分含量为27ppm，干

燥16小时后，样品的水分含量几乎不再变化。每个样品的4次测试均不是连续测试，为交替测试。

从表1可以看出，这4个微量水分含量的PTFE样品的测试结果的重复性很好，微波水分测试方法能够充分体现样品之间的水分差异，具有极高的灵敏度，甚至是在27ppm极低水分含量情况下，依然能够获得高重复性的数据。

表1 不同干燥时间PTFE样品的水分含量

测试次数	PTFE-10h	PTFE-13h	PTFE-16h	PTFE-19h	PTFE-22h
1	0.0428%	0.0217%	0.0028%	0.0027%	0.0026%
2	0.0410%	0.0226%	0.0027%	0.0028%	0.0027%
3	0.0426%	0.0213%	0.0026%	0.0025%	0.0027%
4	0.0419%	0.0223%	0.0027%	0.0026%	0.0027%
平均值	0.04201%	0.02198%	0.0027%	0.00265%	0.00268%
标准偏差	0.00081%	0.00059%	0.00008%	0.00013%	0.00005%

### 4.2不同批次产品水分含量测定

本测试选取了不同批次的4个PTFE粉末样品进行测试，每个样品测试4次，4次测试交替进行（非连续进行），即：将4个样品进行第1次测试后，再将4个样品进行第2次测试，依此类推。交替测试的目的是考察仪器的测试重复性。

从表2可以看出：4个样品的水分含量均在30~40ppm。4个样品的5次测试均具有极好的重复性。从而可以看出，微波水分仪具有极高的灵敏度和重复性。且测试为交替进行，说明微波水分仪可以很好体现PTFE粉末之间的水分的微小差异。

表2 不同批次PTFE粉末样品的水分含量

测试次数	PTFE-A	PTFE-B	PTFE-C	PTFE-D
1	0.0037%	0.0038%	0.0032%	0.0032%
2	0.0037%	0.0039%	0.0030%	0.0029%
3	0.0036%	0.0036%	0.0031%	0.0030%
4	0.0036%	0.0038%	0.0030%	0.0029%
5	0.0036%	0.0037%	0.0029%	0.003%
平均值	0.00364%	0.00376%	0.00304%	0.00300%
标准偏差	0.00005%	0.00011%	0.00010%	0.00011%



### 4.3不同批次产品堆密度测定

微波水分仪除了具有水分测试功能之外，还可以测试样品的密度。本实验在测试PTFE水分的同时给出了4个PTFE粉末样品的堆密度值。实验中未进行堆密度建模，所以给出的是样品的微波密度值；经过密度赋值后，微波水分仪可以给出样品的实际堆密度值。从表3可以看出：样品A和样品B的堆密度较小，堆密度值接近；样品C和样品D的堆密度较大，数值接近。从标准偏差也可看出，

测试具有很好的重复性。

微波堆密度的重复性很好，只要用真实堆密度值将微波密度值赋值建模，那么仪器就可以在测试水分含量的同时获得堆密度值。堆密度值也是粉末样品的质量控制指标之一，堆密度的测试跟样品在传感器管中的压紧程度有关，本测试未经过任何的人为压紧样品，测试结果体现的是PTFE粉末自然堆砌状态时的密度。

表3 不同批次PTFE粉末样品的堆密度微波值

测试次数	PTFE-A	PTFE-B	PTFE-C	PTFE-D
1	25.143	22.361	32.441	29.562
2	24.171	22.53	31.928	28.982
3	24.229	23.612	31.890	28.726
4	24.401	22.533	32.164	29.355
5	24.672	22.732	31.847	28.947
平均值	24.523	22.754	32.054	29.114
标准偏差	0.397	0.498	0.249	0.337

### 5.测试结论

数据表明，微波水分仪MW4492可以很好地表征PTFE粉末的水分含量和堆密度，专为苛刻条件、极低水分含量客户提供解决方案。微波水分仪测试方便、快捷高效、灵敏度高、重复性好。微波水分仪的测试速度非常快（测试速度为毫秒级），也可以在生产线上安装，在线实时监测生产过程中各个环节物料的水分含量，不需要人工取样及样品制备，完全自动化。

乳液聚合得到的很多聚合物样品由于乳液聚合的连续相为水，聚合后需要经过干燥脱水，从而水分含量对于很多聚合物产品来说非常关键。TEWSELEKTRONIK公司从1970年开始专注于水分测试技术，

1990年推出了专利的TEWS微波水分测试方法，TEWS ELEKTRONIK公司作为卓越的水分和密度测试解决方案的市场领导者，已有近50年的历史，微波水分仪广泛应用于化工产品、食品、制药、造纸、建材等行业。

北京海菲尔格科技有限公司是德国TEWS、德国ITAINSTRUMENTS、芬兰Pixact、美国Remspec、德国proMtec Theisen、德国HENTSCHEL等品牌在中国市场的授权代理，从事国内的市场推广、应用指导、安装调试、技术支持和售后服务等，在最大程度上满足不同客户和应用的需求。详细信息请登录：[www.hiferg.com](http://www.hiferg.com)。

### 北京海菲尔格科技有限公司

北京市朝阳区南磨房路37号华腾北塘商务大厦1008室

山东省济南市市中区中海国际公馆7号楼1单元2902室

联系电话：010-53779530，0531-82977799

联系人：孙经理，13716489005，13305315691

邮箱：[nina.sun@hiferg.com](mailto:nina.sun@hiferg.com)

