

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 20.09.2018 00:09:29
Уникальный программный ключ:
0b81773e94106268a4b745ad024d596319531e730779e97431f4141016830183

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова
« 4 » 2018 г.



Производство полимерных материалов

Методические указания к лабораторным работам по курсу «Производство полимерных материалов» для студентов направления подготовки

готовки

18.04.01 - Химическая технология

Курск 2018

УДК 678

Составитель: С.Д. Пожидаева

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *Н.А. Борц*

Производство полимерных материалов: методические указания лабораторным работам по курсу «Производство полимеров» для студентов направления подготовки 18.04.01 - Химическая технология/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: С.Д. Пожидаева. Курск, 2018. 22 с. табл.9. рис.1

Приведены методические указания по выполнению лабораторных работ. Приводятся рекомендации по обработке и оформлению результатов экспериментов, перечень контрольных вопросов, подготовка которых позволит приобрести теоретические знания в данной области химической практике.

Методические указания предназначены для магистров направления 18.04.01 - «Химическая технология».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *4.02.18*. Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. *1/* Уч.-изд.л. *10* Тираж 35 экз. Заказ *623*. Бесплатно

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Содержание

	стр
Введение	4
Лабораторная работа №1. Набухание полимеров. Пластификация	4
Лабораторная работа №2. Качественное определение природы полимера методом сжигания	6
Лабораторная работа №3. Переработка полимеров через растворы. Изучение процесса пленкообразования из раствора полимера	8
Лабораторная работа №4. ИК-спектроскопическое исследование пленки и определение класса полимера	10
Лабораторная работа №5. Получение плёнок из дисперсий полимеров	12
Лабораторная работа №6. Получение и определение характеристик растворов эластомеров	13
Лабораторная работа №7. Изучение процесса пропитывания волокнистых основ полимерными композициями	14
Лабораторная работа №8. Получение добавок - пластификаторов	15
Лабораторная работа №9. Подготовка ингредиентов для полимерной смеси	17
Вопросы для защиты лабораторных работ	
Библиографический список	

Введение

Методические указания предназначены для рассмотрения аспектов технологии высокомолекулярных и полимерных материалов; изучения химического строения и свойств термопластов, реактопластов, органических и неорганических наполнителей; физико-химических процессов, протекающих при синтезе полимерных материалов, а также комплекса формул, позволяющих оптимизировать технологические процессы получения полимерных материалов и изделий; правила и приемы эксплуатации современного оборудования и приборов в технологии получения полимерных материалов и изделий. Выполнение работ и обработка результатов помогут закрепить теоретические знания по дисциплине, в частности, запомнить основные термины и понятия, особенности технологических процессов; приобрести навыки расчета основных характеристик технологических процессов получения полимерных материалов и изделий; а также осуществлять проектирование новых технологий получения полимеров и контролировать основные параметры их получения

Лабораторная работа №1.

Набухание полимеров. Пластификация

Первой стадией растворения любого полимера является его набухание. Набухание — это процесс поглощения полимером низкомолекулярной жидкости, сопровождающийся увеличением объема полимера и изменением конформаций его макромолекул. Большие по размерам молекулы полимера характеризуются низкими значениями коэффициента диффузии. Поэтому смешение осуществляется медленно и его промежуточные стадии легко фиксируются.

Набухание не всегда заканчивается растворением (неограниченное набухание). Часто набухание идет до какого-то определенного (максимального) значения и дальнейший контакт с растворителем не изменяет ни массы, ни объема полимера (ограниченное набухание).

Набухание зависит от:

- природы полимера и растворителя («подобное растворяется в подобном»);

- молекулярной массы полимера (с ростом молекулярной массы возрастает энергия межмолекулярного взаимодействия, что замедляет проникновение растворителя в полимер);
- гибкости цепей (гибкие цепи набухают быстрее жестких);
- структуры полимерных цепей (линейные полимеры набухают быстрее разветвленных, поперечные связи между цепями уменьшают способность полимера к набуханию);
- надмолекулярная структура полимера (кристаллические полимеры набухают хуже аморфных).

Состояние набухания характеризуют степенью набухания α , которую определяют как количество поглощенной полимером жидкости, отнесенное к единице массы или объема полимера.

$$\alpha = \frac{m_t - m_0}{m_0} = \frac{V_t - V_0}{V_0}$$

где m_0 и V_0 — масса и объем исходного полимера; m_t и V_t — масса и объем набухшего полимера к моменту времени t .

Таким образом, за процессом набухания можно наблюдать либо периодически взвешивая набухающее вещество (гравиметрический метод), либо измеряя объем жидкости, оставшейся после набухания (объемный метод).

Пластификация - процесс повышения подвижности структурных элементов макромолекул путем введения в полимер специальных добавок - пластификаторов. Введение пластификаторов понижает температуры стеклования и текучести полимера, уменьшает модуль упругости, делает полимер более деформируемым и способным к переработке.

В качестве пластификаторов используют эфиры фосфорной, ароматических и алифатических дикарбоновых кислот; олигомерные молекулы, а также камфору, глицерин, воду, минеральные масла и др.

Порядок выполнения работы.

Взвешивают на весах по 0,1 г обычного желатина и желатина, предварительно обработанного формалином. Навески помещают в стаканы, приливают по 10 мл дистиллированной воды и оставляют набухать в течение 30 мин. Затем желатин извлекают из воды, промакивают фильтровальной бумагой, снова взвешивают на часовом стекле. Рассчитывают степень набухания обычного желатина и обработанного формалином.

Далее берут небольшое количество набухшего желатина из каждой навески, переносят в пробирки, приливают по 5 мл дистиллированной воды и нагревают на водяной бане до полного растворения полимера в одной из пробирок.

Объясняют различия в степени набухания и растворимости обычного и обработанного формалином желатина. Приводят уравнение реакции между двумя молекулами белка и молекулой формальдегида.

2. Пластификация желатиновых гелей

В три чашки Петри, стенки и дно которых смазаны вазелином или парафином, наливают по 10 мл 15%-го раствора желатина. Во вторую и третью чашки добавляют глицерин: в одну 0,25 г, в другую - 0,5 г и тщательно перемешивают палочкой. Полученные растворы высушивают в сушильном шкафу. Затем пленки вынимают из чашек и описывают их внешний вид и механические свойства. Пленку, не содержащую глицерина, опускают в воду и наблюдают за изменением ее деформационных свойств.

Объясняют влияние глицерина и воды на механические свойства желатиновых пленок.

Лабораторная работа №2.

Качественное определение природы полимера методом сжигания

Поскольку отдельным видам полимеров свойственны определенный цвет, прозрачность, характер поверхности, блеск, упругость, эластичность и т.д., то по внешним признакам образцов материалов или изделий можно получить первое представление о природе полимеров.

Распознавание полимеров по характеру поведения при нагревании и горении является довольно простым и в то же время достаточно точным методом качественного определения природы полимеров. Метод основан на визуальном наблюдении за поведением образца при внесении его в верхнюю часть пламени горелки. По мере нагревания образцы термопластов постепенно размягчаются и плавятся, а реактопласты не размягчаются и не плавятся. Поэтому по отношению к нагреванию можно определить класс полимеров (термопласты, реактопласты). При дальнейшем нагревании образца происходит его загорание, сопровождающееся выделением продуктов разложения, которые обладают специфичным для отдельных

полимеров запахом, позволяющим определять вид полимеров.

Прежде чем приступить к выполнению работы, следует детально ознакомиться с соответствующим теоретическим материалом, отобрать 15-20 образцов полимеров, внимательно осмотреть их, подробно охарактеризовать их внешний вид (характер поверхности, цвет, жесткость, прозрачность, характер излома и прочие признаки).

1. Установить внешние характерные признаки, отличающие отдельные виды полимерных материалов.

2. Научиться распознавать отдельные виды полимеров по характеру поведения их при нагревании, горении, по запаху продуктов горения.

3. Идентифицировать методом сжигания 14 – 15 видов пластмасс.

Захватив образец тигельными щипцами, следует внести его в пламя горелки; затем проведите наблюдение за нагреванием, размягчением и загоранием. При загорании образца удалите его из пламени горелки; если он плавится и съезживается, выдержите в огне до воспламенения, но не более 10 мин. Проведите наблюдения за загоревшимся материалом вне пламени горелки, определить окраску пламени, характер горения (спокойное, интенсивное, с копотью, прекращение горения и т.д.), отметьте запах продуктов горения и дополнительные признаки (например, способность вытягиваться в нити). Для определения запаха продуктов следует погасить пламя и легким движением кисти рук направить воздух от потушенного образца к носу.

На основании сравнения установленных признаков с данными, приведенными в таблице приложения, определите вид полимера во всех образцах, взятых для опыта.

Примерная схема определения:

1. Образец не воспламеняется, сохраняет свою форму, ощущается запах формальдегида. Если, кроме того, ощущается запах:

- а) аммиака – это мочевиноформальдегидный полимер;
- б) резкий (рыбы) – меламиноформальдегидный полимер;
- в) фенола – фенолформальдегидный полимер.

2. Полимер горит в пламени горелки и гаснет при удалении из пламени. Если, кроме того, появляется:

а) запах жженой резины, широкая зеленая кайма пламени у основания – это хлорированный каучук; при небольшой зеленой

зоне, перекрываемой желтой зоной – это хлоропрен;

б) резкий запах хлористого водорода и зеленая окраска – это производные поливинилхлорида;

в) сладковатый запах, зеленая окраска у основания пламени, черная зола – это поливинилхлорид;

г) запах горелого молока – это казеин;

д) запах уксусной кислоты, искры, расплавленная смола при попадании в воду образует тяжелые желто-коричневые зерна или хлопья – ацетилцеллюлоза.

3. Полимер горит после удаления из пламени; при этом наблюдается:

а) очень быстрое горение, запах камфоры – это целлулоид; без запаха камфоры – нитроцеллюлоза;

б) пламя голубое у основания и, кроме того, сильный сладковато-плодовый запах – это полиметилметакрилат;

запах горелых овощей – это полиамиды;

чуть сладковатый запах – поливинилформаль;

запах прогорклого масла, искрение – ацетобутират целлюлозы;

в) пламя с пурпурной каймой, искрение, запах уксусной кислоты – это поливилацеталь;

г) пламя яркое, желто-белое, запах: сладковатый (гиацинтов) – это полистирол или его сополимеры; слабый, чуть сладковатый – это поливинилформаль;

д) пламя окружено желто-зеленой каймой, смола долго горит, имеет сладковатый запах; расплавленная смола, падая в воду, образует диски цвета светлого дуба – это этилцеллюлоза.

Отчет оформляют по форме таблицы 1.

Таблица 1- Результаты определения природы полимера методом сжигания

№	Внешний вид образца	Поведение при нагревании	Характер горения	Запах продуктов горения	Вид полимера
---	---------------------	--------------------------	------------------	-------------------------	--------------

Лабораторная работа №3.

Переработка полимеров через растворы. Изучение процесса пленкообразования из раствора полимера

Цель работы:

1. Провести визуальное наблюдение процесса разделения раствора полимера на фазы под действием осадителей при пленкооб-

разовании. Получить пористые пленки.

2. Получить монолитные пленки путем испарения растворителя.

Материалы: полимер (ПВХ, ПА, ПММА), растворители. Колба с обратным холодильником и мешалкой, водяная баня, термометр, стекло для отлива пленок.

Порядок выполнения работы:

Приготовить 100 мл раствора полимера согласно режиму и рецепту, указанным в таблице 2

Таблица 2 –Условия растворения полимеров и применяемые осадители

полимер	растворитель	концентрация	Температура растворения, °С	осадитель
ПВХ	ДМФА	10	90-95	вода
ПА	этанол	20	80-85	вода
ПММА	этилацетат	20	50-60	вода

Растворение проводится в колбе с обратным холодильником при помешивании. Для ускорения процесса растворения полимер заливают небольшим количеством растворителя и дают ему набухнуть (примерно 30 мин). Затем добавляют остальной растворитель. Полноту растворения контролируют по отсутствию набухших частиц полимера на стенках колбы при ее наклоне. После растворения содержимое колбы хорошо перемешивают и прекращают нагревание. Раствору дают остыть, чтобы исчезли пузырьки воздуха.

Из приготовленных растворов получают пленку двумя методами: с использованием осадителя, путем испарения растворителя. По первому способу часть полученного раствора выливают на стекло ближе к одному из краев. С помощью металлической ракля, нагретой до температуры раствора, получают на стекле слой толщиной около 1 мм.

Стекло оставляют на столе при комнатной температуре в строго горизонтальном положении на 30-45 с, затем осторожно опускают его в ванну с осадителем. При погружении не должны образовываться обрывки формирующейся пленки, поверхность слоя раствора должна быть ровной, без пузырьков. В осадительной ванне слой раствора мутнеет, затем переходит в белую непрозрачную пленку. Образование пленки происходит в течение 10-35 минут. Пленку вынимают из осадительной ванны, промывают и сушат в термостате при температуре 70-100°С.

Получение пленки путем испарения растворителя сводится к нанесению на стекло слоя раствора толщиной $0,2-0,25$ мм и последующему испарению летучих растворителей при $70-100^{\circ}\text{C}$. После охлаждения пленку снимают со стекла. Провести визуальную оценку полученных пленок, отметить отличие пленок в зависимости от способа получения.

Лабораторная работа №4.

ИК-спектроскопическое исследование пленки и определение класса полимера

Цель работы: Приобрести навыки приготовления пленок полимеров для ИК-спектроскопического исследования; провести ИК-спектроскопическое исследование пленки и определить класс полимера.

Оборудование: ИК Фурье спектрофотометр Agilent Cary 660 FTIR; полимерные пленки в специальных держателях.

С помощью ИК-спектроскопии можно очень быстро определить химическое строение и структурные особенности полимерного вещества и сопутствующих соединений. Структурный анализ технических полимеров отличается от анализа химически однородных кристаллических полимеров. Идентификацию полимера проводят по групповым частотам, которые можно надежно определить и интерпретировать. На основании полученных данных судят о природе полимера. Если класс полимерных соединений известен, то его идентификацию проводят сравнением его спектра с набором известных спектров. При этом ИК-спектр макромолекулы не является абсолютно специфичным для данного полимера, а характеризует класс полимерных веществ в целом.

Для облегчения расшифровки спектров можно воспользоваться данными таблицы 3, где для различных полимеров приведены наиболее сильные характеристические полосы поглощения функциональных групп.

Порядок выполнения работы.

Для приготовления пленок готовят растворы полимеров и мономеров концентрацией 50 г/л. Приготовленные растворы отбирают в объеме 10 мл (для латекса 8 мл) пипеткой и выливают на чашку Петри. Аккуратно распределить раствор и латекс на поверхности чашки и поставить в строго горизонтальное положение. После высыхания пленки ее осторожно отделяют лезвием или скальпелем и

используют для дальнейших исследований. Можно воспользоваться пленками, приготовленными в работе 3

Таблица 3 - Таблица характеристических частот для идентификации полимеров

Полимер		Полосы поглощения, см-1							
Полистирол					1550	1450	750	700	560
Поли- α -метилстирол				1550	1450	1310*	750	700	560
Полиэтилен (НД)						1420	1320	720*	700*
Полиэтилен (ВД)					1440	1310*	1305	720*	700*
Полипропилен					1340	1150	1000*	980	850
Неопрен (поли-2-хлорбутадиен)					1620	1430	1400	1190	820*
Поливинилфторид					1400	1220	1010	820	710
Поливинилхлорид		1400	1300	1240	1190	960	750	670	600
Поливинилхлорид перхлорированный			1400	1300	1240	1190	970	920	780
Каучук гидрохлорированный					1380	1300	1250	1150	730
Полихлортрифторэтилен							1200	1110	990
Винилхлорид-винилацетат						1750	1330	1260	730
Винилхлорид-стирол				1600	1430	1250	980	780	710
Поливинилметилкетон				1720	1470	1400	1200	930	600
Поливиниловый спирт					3300	1400	1340	1070	890
Поливинилацетат				1710	1400	1120	1000	960	600
Полиметилакрилат			1720	1430	1200	1160	980	810*	800
Полиэтилакрилат		1720	1420	1220	1150	1100*	1060*	1000	830*
Полиметилметакрилат				1700	1280*	1210*	1150*	1120*	800
Полиакрилонитрил							2410	1460	1080
Полиамид-6,10	3230*	1680*	1540*	1230*	1200*	730*	700*	680	550
Полиамид-4			3230*	1680*	1540*	1280	1180	680	550
Полиамид-6,6		3230*	1680*	1540*	1260	1150	730	680	590
Полиакриламид					3200	1690	1660	1380	1140
Полиуретан					1700	1540	1280	800	660
Поливинилпирролидон				1690	1470	1420	1300	640	580
1,2-цис-полиизопрен				1580	1350	1100*	1070	1050	800
1,2-транс-полиизопрен							1560	1360	840
Бутадиенстирольный каучук (НТ)					1600	1520	980	800	700
Бутадиенстирольный каучук (ВТ)				1600	1520	980	800	730*	700
Ацетат целлюлозы				1840	1370	1220	1040	880	600
Триацетат целлюлозы			1840	1380	1230	1040	900*	880	600
Нитрат целлюлозы				1650*	1250	1180	1060	800*	750

* - наиболее характеристические полосы поглощения.

Лабораторная работа №5.

Получение плёнок из дисперсий полимеров

Цель работы: получение процесса приготовления композиций на основе дисперсий полимеров и получение из них пленок.

Материалы: латекс, казеиновый раствор, ПАВ, вулканизирующая группа и другие ингредиенты.

Фарфоровый стакан, фарфоровая ступка, лабораторная мешалка, стекло для отлива пленок, термостат.

Порядок выполнения работы.

В фарфоровом стакане приготовить композицию определенного состава по рецептуре, приведенной в таблице 4.

Таблица 4 – Примерная рецептура латексной композиции

Наименование компонентов	Масс. части
Латекс хлоропреновый Л-4	100
Казеин технический	5,9
Мел	4,2
Оксид цинка	2,6
Сера	1,0
Ализариновое масло	1,0
глицерин	1,4
Дибутилфталат	5,2
Едкий натр	0,34
Итого	121,64

Последовательность приготовления композиции:

1. Готовят в емкости раствор казеина при температуре $70 \pm 5^\circ\text{C}$ при постоянном помешивании следующего состава (масс.ч): вода 89,4; казеин 10,0; едкий натр 0,6.

Итого 100.

2. В фарфоровой ступке готовят «матку» следующего состава (масс.ч): раствор казеина (10%) 25,4; мел 9,5; оксид цинка 4,6; сера 2,5; ализариновое масло 2,4; глицерин 3,0; дибутилфталат 3,0; вода 11,8.

Итого 62,0.

Содержимое тщательно перетирается в фарфоровой ступке (вода добавляется небольшими порциями). В фарфоровый стакан наливают 70 г латекса и при потсоянном помешивани добавляют 15 г казеинового раствора (10%) и затем 15 г «матки» и хорошо

перемешивают. Дают постоять для исчезновения пузырьков воздуха.

3. Полученную дисперсию выливают на стекло и с помощью ракли получают слой дисперсии заданной толщины. Стекло помещают в термошкаф и проводят вулканизацию при температуре 70-80 °С в течение 15 мин. Пленку снимают со стекла.

4. Отметить дефекты пленки и определить причины их образования. Визуально определить влияние загустителей. Слелать вывод по работе.

Лабораторная работа №6

Получение и определение характеристик растворов эластомеров из отходов каучуков

Специфической особенностью растворов эластомеров, полученных на основе окисления отходов синтетических каучуков, является то, что в отсутствие постоянного интенсивного перемешивания появляется градиент вязкости и массы по различным направлениям. Это связано с тем, что такие растворы не однородные, а представляют собой сумму взаимнопереходящих друг в друга ограниченно растворимых друг в друге растворов, располагающихся таким образом, что граница раздела между ними отсутствует. Указанное различие можно заметить и количественно зафиксировать по флуктуациям свойств проб, отобранных в разных местах объема, занятого раствором эластомера.

Порядок выполнения работы.

Установка для проведения работы представляет собой цилиндрическую делительную воронку с соотношением высоты к диаметру 5÷10 и более. Приготовленный раствор эластомера или его оксидат заданной концентрации залить в делительную воронку и оставить стоять без перемешивания и попадания прямых солнечных лучей 8-10 дней.

Провести отбор порций массой примерно по 100-120 г каждая и зафиксировать, на какой высоте они находились в воронке. Таких порций должно быть не менее 5. При отборе проб не опустить случайных нарушений последовательностей, для чего приемники должны быть пронумерованы. Отбор порций проводить до полного опорожнения делительной воронки.

Все отобранные пробы взвесить и проанализировать на соде-

ражение нелетучих (сухой остаток) и указанных в задании функциональных групп, а также вязкость. Полученные результаты занести в таблицу 5.

Таблица 5- Результаты выполненного эксперимента

Номер отобранной порции	Масса порции, г	Высота нахождения в воронке, мм	Сухой остаток, %	условная вязкость, с	Анализ на функциональный состав	
					результат	концентрация

Построить зависимости определенных значений (сухой остаток, условная вязкость, функциональный состав) от высоты расположения порции над условно принятым за ноль уровнем. Объяснить характер полученных кривых. Рассчитать по полученным кривым соответствующие градиенты. Обосновать, почему зафиксированные градиенты физических характеристик отнесены к высоте, а не к другому линейному параметру.

Лабораторная работа №7

Изучение процесса пропитывания волокнистых основ полимерными композициями

Цель работы: приготовление полимерной композиции и проведение сквозной и односторонней пропитки текстильных основ различного состава.

Материалы: ПВХ-пластизоль, растворы или дисперсии полимеров, текстильные основы различного состава: тканые (синтетические, х/б, смешанные), нетканые (синтетические, смешанные).

Порядок выполнения работы.

1. Приготовить композицию определенного состава на примере рецептуры, приведенной в таблице 6.

Таблица 6 – Пример рецептуры полимерной композиции

Наименование компонентов	Масс. части
ПВХ Е-66П	100
Диоктилфталат	100
Стеарат кальция	2,0
Итого	202

2. Исходные компоненты навесить по рецепту и перемешать до получения однородной пастообразной массы.

3. Полученную ПВХ композицию выдержать в термошкафу в течение 1 часа при температуре 30°C, затем тщательно растереть в фарфоровой ступке или бисерной мельнице.

4. Композицию на основе растворов или дисперсий полимеров приготовить в соответствии с методиками, приведенными в работах 4 или 5

5. Провести одностороннюю или сквозную пропитку различных текстильных основ с последующей обработкой в термошкафу (ПВХ-платизоль при температуре 140°C в течение 5 мин).

6. Определить привес М, результаты в таблицу 7

$$M = M_2 - M_1,$$

где M_2 - масса образца после обработки, г; M_1 – масса необработанной основы, г.

Таблица 7 – Результаты эксперимента

Условия проведения	Единицы измерения	результаты		
		Основа 1	Основа 2	Основа 3
Температура сушки	°С			
Время сушки	мин			
масса необработанной основы	г			
Масса образца после обработки	г			
привес	г			

Лабораторная работа №8

Получение добавок -пластификаторов.

В зависимости от вида и качества поступающих ингредиентов подготовка их перед приготовлением резиновой смеси включает следующие операции: сушку порошкообразных ингредиентов с повышенной влажностью; дробление кусковых и пластинчатых и комкующихся при хранении и после сушки материалов; просев порошкообразных материалов, содержащих посторонние механические примеси; разогрев и фильтрованием вязкотекучих ингредиентов; фильтрование жидких загрязненных ингредиентов.

Карбоксилаты металлов влияют на упруго-прочностные характеристики резиновых смесей, поэтому широко используются в качестве добавок при их приготовлении. Ряд соединений можно получать в лабораторных условиях при использовании бисерной мельницы в качестве реакционного аппарата.

Трибохимическое взаимодействие оксидов, гидроксидов, карбонатов тяжелых металлов представляет собой быстрый гетерогенный гетерофазный процесс, протекающий в диапазоне температур 15-100°C, который ускоряется в присутствии трибохимических катализаторов.

Принципиальная схема установки представлена на рисунке.

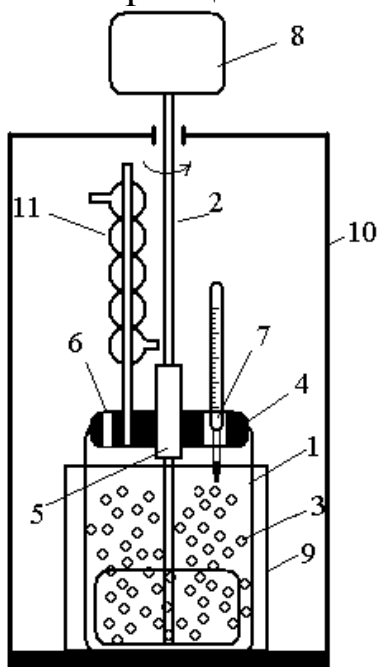


Рисунок - Принципиальная схема установки бисерной мельнице вертикального типа: 1 - стеклянный корпус бисерной мельницы; 2 - пластмассовая мешалка лопастного типа; 3 - стеклянный бисер; 4 - крышка бисерной мельницы; 5 - направляющая вала лопастной мешалки; 6 - гнездо для пробоотборника; 7 - гнездо для периодического измерения температуры (при остановленной мешалке); 8 - электродвигатель; 9 - защитный кожух или высокоинерционная жидкостная стабилизирующая баня; 10 - каркасная рама с жестко фиксированным расположением всех элементов установки; 11- обратный холодильник конденсатор

Лабораторная установка состоит из цилиндрического стеклянного сосуда (1) с крышкой (4), в которой имеется ряд отверстий определенного назначения, в том числе и направляющая вала (5) для механической мешалки лопастного типа (2), выполненной из прочной пластмассы. Вал мешалки соединяется с валом электродвигателя (8), параметры которого и определяют число оборотов мешалки. Мешалка при своем вращении приводит в движение стеклянный бисер, что обеспечивает тонкий перетир твердой фазы. Перетирающим агентом служит стеклянный бисер диаметром 0,8-3,0 мм. Скорость вращения мешалки варьируется от 720 до 2500 об/мин, мощность двигателя до 0,25 кВт. Величина загрузки в такую мельницу лежит в диапазоне от 40 до 200 г при соотношении масс загрузки и стеклянного бисера 1:1 ÷ 1:2. При необходимости вести тонкое измельчение при повышенной температуре предусмотрен подвод внешнего тепла с помощью высокоинерционной стабилизирующей бани, которая одновременно выполняет роль защитного кожуха.

Порядок выполнения работы.

На основании задания проводят расчет компонентов загрузки. Провести загрузку растворителя, кислоты, воды и других добавок в реактор. Взвесить бисер. Собрать установку, включить перемешивание и обогреватель водяной бани.

После растворения твердой карбоновой кислоты и выход температуры на заданное стационарное значение, перемешивание остановить и в реактор внести расчетное количество оксида, гидроксида или карбоната металла. Включить перемешивание и этот момент принять за начало эксперимента.

По ходу процесса отобрать 5-7 проб реакционной смеси и подвергнуть их анализу на сухой остаток и кислотное число. Полученные значения занести в таблицу 8.

Таблица 8 – Результаты эксперимента

Время отбра по часам, мин	Время от начала эксперимента, мин	С.О. реакционной смеси, %	Содержание кислот	
			результаты анализа	КЧ, мг _{кОН} /г

При снижении КЧ анализируемых проб практически до нуля процесс прекратить. Провести отделение бисера от реакционной смеси, а затем твердой фазы на узле фильтрования с помощью насоса Камовского. Осадок высушить и взвесить. Проанализировать на содержание основного вещества.

Построить кривые изменения кислотного числа и сухого остатка системы. Сделать вывод об агрегативной устойчивости системы, используя в качестве объекта сравнения теоретическую кривую изменения сухого остатка во времени. Кинетическую кривую изменения КЧ трансформировать в кинетическую кривую изменения степени превращения оксида (гидроксида, карбоната) и подвергнуть обработке в соответствии с кинетическим уравнением необратимой реакции первого порядка.

Лабораторная работа №9

Подготовка ингредиентов для полимерной смеси

Оборудование и материалы: бисерная мельница, нож, сушильный шкаф, виброосеялка, сита с сетками разных номеров, весы аналитические, эксикатор.

Составляют режимную карту процесса (таблица 9). Включают обогрев сушильного шкафа, время нагрева сушилки используют для приема просеянных ингредиентов, взятия навесок для опреде-

ления первоначальной влажности и засоренности. Для определения первоначальной влажности отбирают навеску около 2 г и взвешивают на аналитических весах с точностью 0,001 г. Для определения начальной засоренности берут навеску около 30 г и взвешивают на аналитических весах с точностью 0,001 г.

Таблица 9- Режимная карта по подготовке ингредиентов к смешению

Дата Тип оборудования Операции		Исходные параметры ингредиента					
		Влажность, %			Размер кусков, мм		засоренность, %
		Заданные параметры ингредиента					
		Влажность, %			Размер кусков, мм		засоренность, %
ингредиент	Навеска, г	Последовательность операций	Т, °С	продолжительность, ч	Размер сетки, мм	приемы работы и наблюдения	

Для сушки ингредиент рассыпают на противне слоем толщиной 15-20 мм, разравнивают, фиксируют время. Сушку ведут до постоянной массы ингредиента. Вторую навеску высыпают на сито и включают установку.

Дробление ведут в бисерной мельнице.

Первоначальную ($V_{п}$) и конечную ($V_{к}$) влажность определяют по формулам:

$$V_{п} = [(m_0 - m_1) / m_0] \cdot 100,$$

где m_0 , m_1 - масса бюкса с крышкой и ингредиентом до и после сушки в термошкафу, г.

$$V_{к} = (m_2 - m_3) / m_2$$

где m_2 , m_3 - масса бюкса с крышкой и ингредиентом после сушки в сушилке и термошкафу, г. Содержание посторонних механических примесей определяют по формулам:

- первоначальная засоренность $O_{п}$ (%)

$$O_{п} = (q_0 - q_1) / q_0,$$

где q_0 , q_1 - масса бюкса с навеской ингредиента до и после просева, г

- после просева $O_{к}$ (%)

$$O_{к} = [P_0 - (P_1 - P_2)] / P_0,$$

где P_0 - навеска ингредиента до просева, кг; P_1 - масса емкости с просеянным ингредиентом, кг; P_2 - масса емкости, кг

Производительность оборудования $Q_{час}$ (в кг/час) рассчитывают по формуле:

$$Q_{час} = ma / (\tau_1 + \tau_2),$$

где m – масса ингредиента, загруженная в оборудование, кг; a – коэффициент использования машинного времени (0,8-0,9); τ_1 – продолжительность процесса, ч; τ_2 – продолжительность перезарядки оборудования, ч

Вопросы для защиты лабораторных работ Перечень вопросов для подготовки к зачету

1. Основные понятия и определения: полимер, олигомер, макромолекула, мономерное звено, степень полимеризации, контурная длина цепи.
2. Что представляют собой латексы.
3. Как латексы классифицируют по характеру стабилизирующего ПАВ?
4. С какой целью в дисперсии полимеров вводят ПАВ?
5. Что понимают под коагуляцией латексов? Способы коагуляции.
6. Молекулярные массы и молекулярно-массовые распределения (ММР). Усредненные (средние) молекулярные массы (среднечисловая, средневесовая). Нормальное (наиболее вероятное) распределение.
7. Важнейшие свойства полимерных веществ, обусловленные большими размерами, цепным строением и гибкостью макромолекул. Роль полимеров в живой природе и их значение как промышленных материалов (пластмассы, каучуки, волокна и пленки, покрытия, клеи).
8. Предмет и задачи науки о высокомолекулярных соединениях (полимерах). Место науки о полимерах как самостоятельной фундаментальной области знания среди других фундаментальных химических дисциплин. Ее роль в научно-техническом прогрессе и основные исторические этапы ее развития.
9. Классификация полимеров в зависимости от происхождения, химического состава и строения основной цепи, в зависимости от топологии макромолекул.
10. Однотяжные и двухтяжные макромолекулы.
11. Природные и синтетические полимеры.
12. Органические, элементоорганические и неорганические полимеры.

13. Линейные, разветвленные, лестничные и сшитые полимеры, дендримеры.
14. Гомополимеры, сополимеры, блок-сополимеры, привитые сополимеры.
15. Гомоцепные и гетероцепные полимеры.
16. Биополимеры, основные биологические функции белков рибонуклеиновой и дезоксирибонуклеиновой кислот.
17. Краткая характеристика и области применения важнейших представителей различных классов полимеров.
18. Макромолекулы и их поведение в растворах.
19. Конфигурация макромолекулы и конфигурационная изомерия.
20. Локальные и конфигурационные изомеры в макромолекулах полимеров монозамещенных этиленов и диенов.
21. Стереои́зомерия и стереорегулярные макромолекулы.
22. Изотактические и синдиотактические полимеры.
23. Конформационная изомерия и конформация макромолекулы.
24. Внутримолекулярное вращение и гибкость макромолекулы.
25. Количественные характеристики гибкости макромолекул (среднеквадратичное расстояние между концами цепи, радиус инерции макромолекулы, статистический сегмент, персистентная длина).
26. Свободно-сочлененная цепь как идеализированная модель гибкой макромолекулы.
27. Функция распределения расстояний между концами свободносочлененной цепи (гауссовы клубки).
28. Средние размеры макромолекулы с учетом постоянства валентных углов.
29. Энергетические барьеры внутреннего вращения; понятие о природе тормозящего потенциала.
30. Поворотные изомеры и гибкость реальных цепей.
31. Связь гибкости (жесткости) макромолекул с их химическим строением: факторы, влияющие на гибкость реальных цепей.
32. Упорядоченные конформации изолированных макромолекул (полипептиды, белки, нуклеиновые кислоты).
33. Полимерполимерные комплексы синтетических и природных полимеров. Кооперативные конформационные превращения.
34. Макромолекулы в растворах.
35. Термодинамический критерий растворимости и доказательство термодинамической равновесности растворов.

36. Фазовые диаграммы систем полимер-растворитель.
37. Критические температуры растворения.
38. Неограниченное и ограниченное набухание.
39. Термодинамическое поведение макромолекул в растворе и его особенности по сравнению с поведением молекул низкомолекулярных веществ.
40. Отклонения от идеальности и их причины.
41. Уравнение состояния полимера в растворе. Второй вириальный коэффициент и q -температура (q -условия).
42. Невозмущенные размеры макромолекулы в растворе и оценка гибкости.
43. Определение среднечисловой молекулярной массы из данных по осмотическому давлению растворов полимеров.
44. Зависимость растворимости от молекулярной массы. Физико-химические основы фракционирования полимеров.
45. Светорассеяние как метод определения средневесовой молекулярной массы полимеров. Определение размеров макромолекул.
46. Гидродинамические свойства макромолекул в растворах.
47. Вязкость разбавленных растворов.
48. Приведенная и характеристическая вязкости.
49. Связь характеристической вязкости с молекулярной массой и средними размерами макромолекул.
50. Вискозиметрия как метод определения средневязкостной молекулярной массы.
51. Диффузия макромолекул в растворах.
52. Гельпроникающая хроматография и фракционирование полимеров.
53. Седиментация макромолекул (ультрацентрифугирование).
54. Определение молекулярных масс методами ультрацентрифугирования и диффузии.
55. Ионизирующиеся макромолекулы (полиэлектролиты).
56. Химические и физико-химические особенности поведения ионизирующихся макромолекул (поликислот, полиоснований и их солей).
57. Количественные характеристики силы поликислот и полиоснований. Электростатическая энергия ионизированных макромолекул.
58. Специфическое связывание противоионов.

59. Кооперативные конформационные превращения ионизирующихся полипептидов в растворах.
60. Изоэлектрическая и изоионная точка.
61. Амфотерные полиэлектролиты.
62. Концентрированные растворы полимеров и гели.
63. Ассоциация макромолекул в концентрированных растворах и структурообразование. Жидкокристаллическое состояние жесткоцепных полимеров.
64. Лиотропные жидкокристаллические системы и их фазовые диаграммы.
65. Особенности реологических и механических свойств концентрированных растворов.

Библиографический список

1. Агеева Е.В. Основы физики и химии полимеров [Текст]: учебное пособие / Е.В. Агеева. - Курск. : ИП Горохов, 2013. - 104 с.
2. Адсорбция ионогенных полимеров из растворов [Электронный ресурс]: монография / В.П. Барабанов [и др.]. – Казань: КНИТУ, 2014. – 252с. // Режим доступа – <http://biblioclub.ru/>
3. Практикум по химии и физике высокомолекулярных соединений [Текст]: учебное пособие / В. Ф. Куренков, Л. А. Бударина, А. Е. Заикин. - М.: КолосС, - 2008. - 395 с.
4. Технические свойства полимерных материалов [Текст]: учебно-справочное пособие / под ред. В. К. Крыжановского. - 2-е изд., испр. и доп. - СПб.: Профессия, - 2005. - 248 с.
5. Высокомолекулярные соединения и материалы на их основе, применяемые в пищевой промышленности [Текст]: учебное пособие / Л. А. Максанова. - М.: КолосС, - 2005. - 213 с.
6. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология [Текст]: учебное пособие / М. Л. Кербер [и др.]; под ред. А. А. Берлина. – СПб.: Профессия, - 2009. - 560 с.
7. Высокомолекулярные соединения [Текст]: учебник / Ю. Д. Семчиков. - 3-е изд. - М.: Академия, - 2006. - 368 с.
8. <http://niishp2.narod.ru/Knigi/Perejen/Knigi.htm>