

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
**«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»
(ВлГУ)**

Кафедра химических технологий

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
ПО ДИСЦИПЛИНЕ
«ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТЫХ СИСТЕМ»**

**для студентов ВлГУ, обучающихся по направлению
18.03.01 «Химическая технология»**

Владимир – 2016 г.

Данные методические указания включают рекомендации по содержанию и выполнению лабораторных работ по дисциплине «Технология получения пористых систем» для студентов направления 18.03.01. «Химическая технология» ВлГУ.

Методические указания составлены на основе требований ФГОС ВО и ОПОП направления 18.03.01. «Химическая технология», рабочей программы дисциплины «Технология получения пористых систем»

Рассмотрены и одобрены на
заседании УМК направления
18.03.01 «Химическая технология»
Протокол №1 от 5.09.2016 г.

Рукописный фонд кафедры ХТ ВлГУ

Методические рекомендации по подготовке к лабораторным занятиям

Методические указания к выполнению лабораторных работ, входящих в состав УМКД включают:

1. Цель выполнения лабораторной работы.
2. Порядок выполнения лабораторной работы.
3. Варианты индивидуальных или групповых заданий.
4. Содержание отчета по лабораторной работе.
5. Контрольные вопросы.
6. Список литературы.

Лабораторные работы – необходимая и ответственная часть образовательной программы, требующая серьезной и тщательной домашней подготовки. Студент получает задание на проведение лабораторной работы (обычно в конце предыдущего лабораторного занятия). Студент должен изучить методику проведения работы. Далее выполняются необходимые расчеты (расчет подается на проверку преподавателю). Правильность выполнения расчетов – залог успешной работы, адекватных результатов исследований. Студент получает допуск на работу. Во время работы данные заносятся в рабочий журнал студента. По окончании работы студент оформляет отчет. Подготовка к защите заключается в ответе на вопросы к лабораторной работе и теоретической подготовке по теме работы.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Лабораторная работа № 1. Определение коэффициента теплопроводности пенопластов	5
Лабораторная работа № 2. Определение коэффициента звукопоглощения пенопластов	8
Лабораторная работа № 3. Исследование кинетики разложения порофора и определения газового числа	11
Лабораторная работа № 4. Пенопласты, получаемые с помощью низкокипящих жидкостей	13
Лабораторная работа № 5. Получение эластичных ППУ заливочным способом	17
Лабораторная работа № 6. Получение жестких ППУ заливочным способом	20
Лабораторная работа № 7. Получение пенополиэпоксидов заливочным способом	22
Лабораторная работа № 8. Получение пенопласта на основе феноло-формальдегидных олигомеров	25
Лабораторная работа № 9. Получение пенопластов на основе резольных фенолоформальдегидных олигомеров заливочным способом	27
Лабораторная работа № 10. Получение пенополивинилформалья методом механического взбивания	29
Лабораторная работа № 11. Получение карбомидоформальдегидного пенопласта методом механического взбивания	33
Лабораторная работа № 12. Получение газонаполненных пластмасс-пластика с полым наполнителем (синтактные пенопласты)	35
ПРИЛОЖЕНИЕ	37

Лабораторная работа 1.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ПЕНОПЛАСТОВ

Коэффициент теплопроводности λ -это коэффициент пропорциональности в основном законе передачи тепла теплопроводностью (закон Фурье), который показывает, какое количество тепла проходит вследствие теплопроводности в единицу времени через единицу поверхности теплообмена при падении температуры на 1 градус на единицу длины нормали к изотермической поверхности т.е. $[\lambda]=[(дж*м)/(град*м^2*сек)]=[Вт/м*град]$.

Коэффициент теплопроводности можно определить методом, основанным на излучении распространении тепла в образце после действия теплового импульса. Образец для испытания должен быть составлен из двух плотно прилегающих пеноплит площадью 70×70 мм и толщиной не менее 20 мм. На поверхностях не должно быть трещин, вмятин и других дефектов. В середине одной из плит острой бритвой делают две параллельные прорези глубиной до 3 мм на расстоянии 8 мм друг от друга во всю ширину плиты.

1. Цель работы: Научиться определять коэффициент теплопроводности пенопласта

2. Методика выполнения работы:

Испытания проводят в приборе, схема которого представлена на рис.1. В одну из прорезей на пеноплите 1 вставляют дифференциальную термопару 2, в другую - термоимпульсную нить 3. Сверху накладывают вторую плиту и нагружают ее для более плотного контакта. Термоимпульсную нить из нихромовой проволоки диаметром 0.1 мм подсоединяют через амперметр 4, понижающий трансформатор 5 и стабилизатор напряжения 6 к источнику тока 7.

Дифференциальную термопару изготавливают из хромель-капельевой проволоки диаметром 0.1 мм. Термопару градуируют с помощью гальванометра 8, определяя число делений шкалы гальванометра n , соответствующих одному градусу разности температур "горячего" и "холодного" спаев термопары.

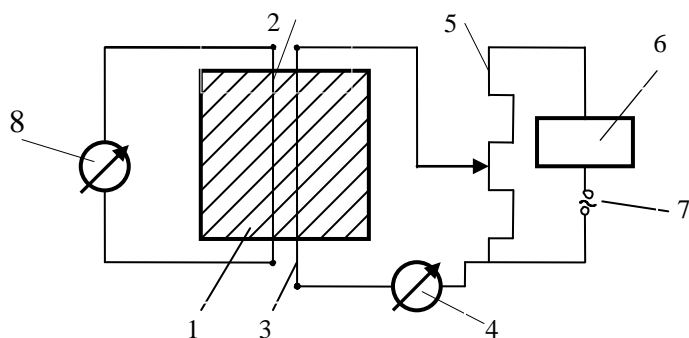


Рис. 1. Схема прибора для определения теплопроводности пенопластов:

- 1- пенопласт; 2 -дифференциальная термопара; 3 – термоимпульсная нить;
4 – амперметр;5 – трансформатор; 6 - стабилизатор напряжения; 7 – источник тока;
8 – гальванометр.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1. Определить коэффициент теплопроводности

Прибор характеризуют константой N (в Ом/м), рассчитываемой по формуле:

$$N = \frac{0.74R}{4\pi Ln},$$

где R –удельное электрическое сопротивление термоимпульсной нити, которое для нихромовой проволоки сечением 1 мм^2 и длиной 1 м равно $0.4\text{-}0.55 \text{ Ом}$; L - длина нити, погруженной в образец, м; n - число делений шкалы гальванометра.

До укладки термоимпульсной нити в образец, прибор включают в сеть и с помощью трансформатора устанавливают силу тока $I_0 = 0.3 \text{ А}$. Прибор выключают и после полного охлаждения нити помещают ее в прорезь на поверхность пеноплиты параллельно термопаре.

Задавшись временем прохождения тока τ_0 в пределах от 15 до 60 с , одновременно включают прибор и секундомер. По секундомеру отмечают $\tau_{\text{макс}}$ – время достижения максимального показания гальванометра ($n_{\text{макс}}$) и τ_0 -заданное время. Прибор отключают от сети.

Проводят пять измерений, охлаждая образец перед каждым замером в течение 15 мин.

Коэффициент теплопроводности [Вт/(м*К)] рассчитывают по формуле:

$$\lambda = NI_0\varphi_0/n_{\text{макс}},$$

где φ_0 -фактор теплопроводности, определяемый графическим путем по известному отношению $\tau_0/\tau_{\text{макс}}$ (рис. 1).

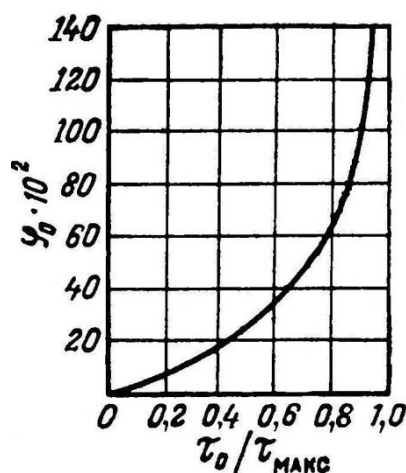


Рис. 1. Зависимость фактора теплопроводности φ_0 от отношения $\tau_0/\tau_{\text{макс}}$.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;

- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы

1. Что такое коэффициент теплопроводности?
2. Какими методами можно определить коэффициент теплопроводности?
3. У каких пенопластов можно определить коэффициент теплопроводности? Почему?
4. Расскажите схему прибора для определения коэффициента теплопроводности?
5. Что такое термопара?

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ЗВУКОПОГЛОЩЕНИЯ ПЕНОПЛАСТОВ

1. Цель работы: Научиться определять коэффициент звукопоглощения пенопласта

2. Методика выполнения работы:

Методика определения нормального коэффициента звукопоглощения

Низкочастотный генератор измерительный 4-го класса, 3-й категории по нормативно-технической документации.

Электронный вольтметр средних квадратических значений по нормативно-технической документации с диапазоном частот не уже рабочего диапазона частот измерительной системы, основная погрешность — не более $\pm 4\%$, входное сопротивление — не менее 1 МОм. Измерительный микрофон 1-го класса, 1-й группы — по ТУ 25-06.1119-85. Микрофонный усилитель. Диапазон частот — не уже 20 — 10000 Гц. Неравномерность частотной характеристики в указанном диапазоне частот — не более $\pm 0,5$ дБ относительно 1000 Гц. Коэффициент гармоник в указанном диапазоне частот — не более 0,5 %.

Уровень собственного шума и фона, приведенный по входу, — не выше минус 70 дБ относительно 1 мВ.

Громкоговоритель с рабочим диапазоном частот 50 — 8000 Гц. Уровень звукового давления, создаваемый громкоговорителем в точке минимума звукового давления в трубе интерферометра, должен превышать уровень помех не менее чем на 10 дБ. Акустические фильтры (полосовые) — по ГОСТ 17168-82.

Электронно-счетный частотомер — по ГОСТ 22261-82. Блок-схема интерферометра (по ГОСТ 16297-80) приведена на рис.2.

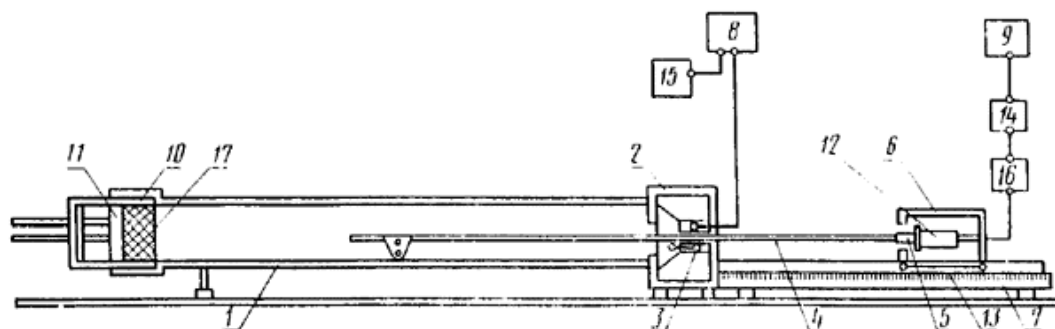


Рис. 2. Блок-схема интерферометра 1 - металлическая труба; 2 — коробка; 3 — громкоговоритель; 4 — микрофонный щуп; 5 — резиновая диафрагма; 6 — микрофонная тележка; 7 — направляющая рейка; 8 — низкочастотный генератор; 9 — электронный вольтметр; 10 — обойма; 11 — поршень; 12 — микрофон; 13 — указатель отсчета; 14 — акустический фильтр; 15 — электронно-счетный частотомер; 16 — микрофонный усилитель; 17 — лицевая поверхность образца

Керн магнита громкоговорителя должен иметь отверстие для микрофонного щупа, изготовленного из трубки, наружный диаметр которой составляет 3 мм, а внутренний диаметр 2 мм. Щуп следует соединить с резиновой диафрагмой толщиной 2 мм, укрепленной в центре днища микрофонной тележки, которую передвигают по направляющей рейке. Направляющая рейка должна иметь сантиметровые и

миллиметровые деления, позволяющие определять положение переднего отверстия щупа по отношению к лицевой поверхности образца с помощью указателя отсчета в нижней части тележки.

На тележке должен быть установлен микрофон, включенный на вход усилителя, соединенного с микровольтметром переменного тока через акустические (полосовые) фильтры.

Для контроля частоты звука, создаваемого генератором, параллельно его выходу следует включить электронно-счетный частотомер.

Размеры труб интерферометра в зависимости от требуемого частотного диапазона измерений следует принимать по табл. 1.

В трубе интерферометра длиной 7 м вместо щупа следует помещать микрофон. При этом на поверхности трубы должно быть установлено устройство с отсчётным приспособлением, позволяющим определять положение микрофона относительно лицевой поверхности образца.

Для проведения испытаний необходимо отбирать звукопоглощающие материалы и изделия, отвечающие внешнему виду, размерам и физико-механическим показателям требований стандартов или технических условий на эти материалы и изделия. Из отобранных материалов и изделий следует вырезать пуансоном три образца в виде цилиндра. Размеры образца должны на 1 мм превышать внутренние размеры трубы интерферометра (см. табл. 1).

Таблица 1

Таблица возможных размеров труб интерферометра

Частотный диапазон измерений, Гц	Внутренний диаметр или сторона квадрата трубы, м	Длина трубы L , м
50 — 500	0,25	7
125 — 2000	0,10	1
1600 — 8000	0,025	0,025

Количество образцов определяется стандартами или техническими условиями на испытываемые материалы или изделия. Образец испытываемого материала или изделия следует вставить в обойму интерферометра так, чтобы не лицевая его поверхность находилась на жестком поршне, а лицевая на уровне обреза обоймы, края лицевой стороны образца промазывают пластилином и обойму закрепляют в трубе. При испытаниях на интерферометре следует определять величины напряжений на выходе микрофонного усилителя, регистрируемые электронным вольтметром, соответствующие первым максимуму и минимуму уровня звукового давления в трубе интерферометра, а также величину расстояния первого минимума d_1 , см, от лицевой поверхности образца. Величина расстояния первого минимума d_1 должна определяться с погрешностью $\pm 0,5$ см. Испытания следует производить последовательно на частотах 63, 80, 100, 125, 160, 200, 250, 315, 400 ... 5000 и 6300 Гц.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1. Определить коэффициент звукопоглощения различных пенопластов

По результатам испытаний следует определять нормальный коэффициент звукопоглощения. При испытании новых материалов и изделий следует, кроме того, определять нормальный импеданс (сопротивление) образца материала или изделия.

Нормальный коэффициент звукопоглощения a_o материала или изделия вычисляется по формуле

$$a_o = \frac{4}{n + \frac{1}{n} + 2},$$

где $n = \frac{U_{\max}}{U_{\min}}$ — отношение максимального (U_{\max} , мВ) и минимального (U_{\min} , мВ)

напряжений на выходе микрофонного усилителя и зарегистрированных микровольтметром.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы

1. Назовите основные типы газонаполненных материалов?
2. Назовите факторы, влияющие на физико-механические характеристики пенопластов?
3. Основные методы определения прочностных характеристик газонаполненных пластмасс?
4. Методы исследования теплофизических характеристик пенопластов?
5. Назовите основные акустические показатели пенопластов и основные факторы, определяющие эти показатели?
6. Приведите схему установки для определения коэффициента звукопоглощения пенопластов?

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

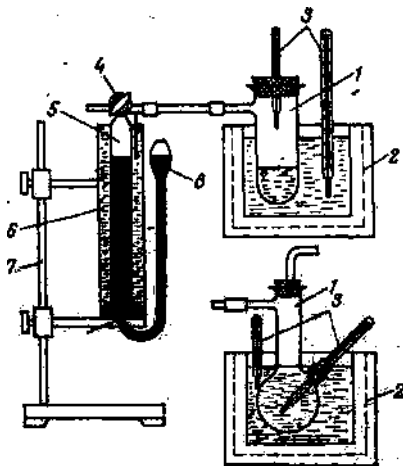
Лабораторная работа 3

ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ РАЗЛОЖЕНИЯ ПОРОФОРА И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОВОГО ЧИСЛА

1. Цель работы: Научиться исследовать кинетику разложения порофора и определять газовое число пенопласта

2. Методика выполнения работы:

Определение скорости газовой выделения при разложении порофоров.



В пробирку 1 поместить навеску 0,2 г высушенного порофора и сверху насыпать 1—2 г прокаленного волокнистого асбеста.

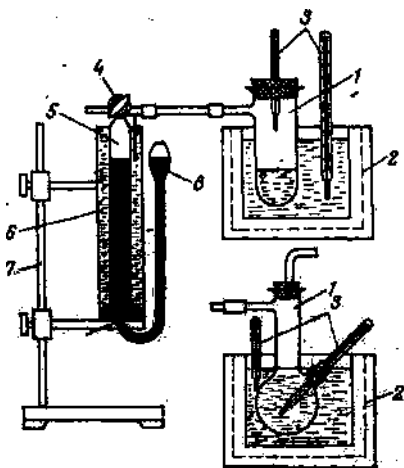
Пробирку 1 вставить в прибор (рис 3) и соединить с бюреткой 5. С помощью крана 4 соединить прибор с атмосферой и закрепить сосуд 8 так, чтобы бюретка 5 была заполнена жидкостью. Поворотом крана 4 соединить бюретку 5 с пробиркой 1. Подставить под пробирку 1 масляную баню 2, нагретую до заданной температуры. Выдерживать пробирку при этой температуре, каждые 3 мин записывая объем ртути, вытесненной газом из бюретки, и температуру воды в рубашке 6.

Откорректировать объемы (V_{ij}) выделившегося газа, приводя их к 20 °С.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Рис. 3. Схема прибора для определения газового числа порофоров (внизу показан вариант прибора с колбой):

1 — стеклянная пробирка (колба); 2 — масляная баня (термостат); 3 — термометры; 4 — трехходовой кран; 5 — бюретка (цена деления 0,1 мм); 6 — водяная рубашка; 7 — штатив; 8 — сосуд с жидкостью



Прибор (рис. 3) состоит из стеклянной пробирки 1 емкостью 25—30 мл, помещенной в масляную баню 2. В пробку пробирки вставлен термометр 3. Боковая трубка пробирки соединена с газоотводной трубкой и через трехходовой кран 4 с бюреткой 5 емкостью 100 мл (цена деления не более 0,1 мм). Бюретка 5 вставлена в водяную рубашку 6 закреплена в штативе 7. Нижний конец бюретки соединен каучуковой трубкой с сосудом 8, заполненным жидкостью с повышенной плотностью.

Задание 1. Определение газового числа.

На аналитических весах взвесить пробирку 1, насыпать в нее (не попадая на стенки) 0,2—0,3 г тщательно высушенного в эксикаторе с осушителем порофора и снова взвесить. По разности определить массу (m) порофора в пробирке. В пробирку насыпать 1—2 г прокаленного в течение 2 ч при 60 °С волокнистого асбеста, закрыть ее пробкой и соединить газоотводной трубкой с бюреткой 5. Трехходовым краном 4 соединить прибор с атмосферой. Поднимая сосуд 8, переместить жидкость в бюретку 5 и закрепить сосуд 8 в этом положении.

Соединить с помощью трехходового крана бюретку 5 с пробиркой 1 и нагревать

масляную баню со скоростью 5 °С/мин до температуры 180 °С. Выдержать при этой температуре около 10 мин, убрать масляную баню и охладить пробирку на воздухе до комнатной температуры. По объему вытесненной жидкости из бюретки определить объем газа, выделившегося при разложении порофора, при температуре воды в рубашке б, равной 20 °С. Трехходовым краном соединить прибор с атмосферой.

Газовое число X порофора определить по формуле

$$X = V/m$$

где V-объем газа, выделившегося при разложении порофора; m — масса порофора.

Построить графики зависимости $V_{ti} = f(t)$.

Задание 2. Рассчитать предельное газовое число порофора

$$V_{пр} = m_1/X$$

где m_1 - масса порофора; X -газовое число.

Определить относительное газовое число как функцию времени (при $T = \text{const}$):

$$V_{отн} = V_{ti}/V_{пр}$$

Построить графики в координатах $V_{отн} = f(t)$ для каждой выбранной температуры разложения порофоров.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы

1. Термодинамические процессы при газообразовании? Кинетические процессы при газообразовании?
2. Назовите факторы, влияющие на разрушение пены? Назовите факторы, способствующие стабилизации пены?
3. Приведите примеры химических и физических газообразователей?
4. Назовите типы ПАВ для стабилизации пены? Нуклеирующие агенты?
5. Приведите схему установки для определения газового числа химического газообразователя?

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа № 4.

ПЕНОПЛАСТЫ, ПОЛУЧАЕМЫЕ С ПОМОЩЬЮ НИЗКОКИПАЩИХ ЖИДКОСТЕЙ

Метод основан на получении пенопласта из гранул полистирола марки ПСВ (вспенивающийся), содержащих физический вспенивающий агент-изопентан ($t_{\text{кип.}} 89 \text{ } ^\circ\text{C}$). Изопентановую фракцию вводят непосредственно в процессе суспензионной полимеризации, для чего синтез проводят под давлением ($\sim 0,35 \text{ МПа}$).

Процесс получения пенопласта из таких гранул состоит из следующих стадий: предварительного вспенивания, выдержки на воздухе и окончательного вспенивания. Предварительное вспенивание – необязательная стадия.

Предварительное вспенивание проводят при нагревании до температуры, превышающей температуру стеклования полистирола. Полимер переходит в высокоэластичное состояние, а вспенивающий агент из жидкого – в газообразное, что приводит к увеличению объема гранул. Степень расширения гранул зависит от гранулометрического состава полистирола, содержания вспенивающего агента, вида и температуры теплоносителя, продолжительности его воздействия. Объем гранул увеличивается в 8-10 раз. Гранулы не должны слипаться.

При охлаждении вспененных гранул вспенивающий агент, находящийся в газообразном состоянии, конденсируется, и внутри ячеек образуется вакуум. В процессе выдержки предварительно высушенных гранул на воздухе происходит диффузия воздуха внутрь гранул.

Окончательное вспенивание заключается в тепловой обработке предварительно вспененных гранул, помещенных в пресс-форму, где одновременно протекает два процесса – вспенивание и сплавление гранул. Температура обычно на 5-15 $^\circ\text{C}$ выше, чем при предварительном вспенивании. Метод прост в аппаратурном оформлении, высокопроизводителен.

Для получения изделий требуемой кажущейся плотности пресс-форма должна быть заполнена определенным количеством предварительно вспененных гранул.

1. Цель работы: на примере пенополистирола освоить способ вспенивания термопласта низкокипящей жидкостью и определить влияние природы низкокипящей жидкости и режимов вспенивания на структуру пенопласта, его механические, акустические и теплофизические характеристики.

Объекты: Полистирол самовспенивающийся, содержащий изопентан (марка ПСВ. или смесь изопентана с тетрабром-*n*-ксилолом (марка ПСВ-С), ОСТ 605-202—93)

Оборудование, приборы и вспомогательные средства: Вакуум-сушильный шкаф на 120 $^\circ\text{C}$; термошкаф на 150 $^\circ\text{C}$; технические и аналитические весы; фарфоровые выпаривательные чашки емкостью 50 мл; сита; мерный цилиндр на 100 мл; перфорированная форма из дуралюмина размером 100X 100X70 мм; штангенциркуль; микроскоп типа МБС-2 или МБ-9; ленточная пила.

2. Методика выполнения работы: В процессе выполнения работы необходимо выполнить следующее: получить у преподавателя уточненное задание по выполнению работы, а у лаборанта необходимый инструмент и материал; включить термошкаф и зажечь газ под водяной баней, рассчитать необходимое количество гранул полистирола, высыпать на сито и погрузить его в кипящую воду (время выдержки 2-5 мин по заданию преподавателя); подвспененные гранулы высыпать на фильтровальную бумагу и в течение

одного часа сушить теплым воздухом (35-40°C); заключительное вспенивание проводить в закрывающейся форме, помещенной в кипящую воду или термошкаф в течение 25-30 мин (Т термошкафа = 115-120°C); после охлаждения формы до комнатной температуры изделие извлечь, определить свойства пенопласта (в соответствии с заданием).

После окончания работы выключить газ, термошкаф, сдать лаборанту инструмент и рабочее место, представить преподавателю результаты эксперимента на подпись.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1. Определить содержание низкокипящей жидкости в гранулах полистирола

В фарфоровой чашке взвесить около 4 г гранул с точностью до 0,001 г. Поместить чашку с гранулами в вакуум-сушильный шкаф, нагреть до 120 ±2°C и выдержать при этой температуре и остаточном давлении 500 мм рт. ст. в течение 1 ч. Чашку с гранулами извлечь из шкафа, охладить в эксикаторе и взвесить. Повторять всю операцию до получения постоянной массы чашки. Рассчитать содержание низкокипящей жидкости по формуле

$$G_{ж} = \frac{m_1 - m_2}{m_1},$$

где $G_{ж}$ - количество низкокипящей жидкости; m_1 - масса исходных гранул; m_2 - масса высушенных гранул.

Параллельно провести не менее трех опытов. Рассчитать среднеарифметическое значение количества низкокипящей жидкости.

Задание 2. Получить пенополистирол различной кажущейся плотности вспениванием гранул, содержащих низкокипящую жидкость

2.1. Провести предварительное вспенивание гранул. Изменяя продолжительность вспенивания, получить гранулы с различной насыпной плотностью. Для этого насыпать в сито 100 г гранул полистирола марки ПСВ или ПСВ-С, погрузить его в кипящую воду и, непрерывно встряхивая, выдержать в течение 2 мин. Затем сито с гранулами извлечь из воды и гранулы высыпать на лист фильтровальной бумаги (партия 1).

Повторить описанную операцию еще 3 раза, увеличивая продолжительность выдержки соответственно до 3, 4, 5 мин (партии 2—4).

Каждую партию гранул сушить в течение 1 сут при комнатной температуре в сухом помещении.

2.2. Определить насыпную плотность вспененных гранул.

Из каждой партии гранул взять навеску около 4 г (с точностью до 0,01 г), высыпать ее в мерный цилиндр на 100 мл и замерить объем, занимаемый гранулами. Насыпную плотность рассчитать по формуле

$$\rho_n = \frac{m_g}{V_g},$$

где m_g - масса гранул; V_g - объем, занимаемый гранулами.

2.3. Получить плиты.

Заключительное вспенивание проводить в перфорированных формах размером 100x100x70 мм, изготовленных в виде запирающихся коробок из дуралюмина или нержавеющей стали.

Каждую партию гранул (1—4) засыпать в формы до верхнего уровня. Формы закрыть и поместить на 25 мин в термошкаф при температуре 120 ±2°C. Формы вынуть из

шкафа и охладить на воздухе до комнатной температуры, после чего плиты извлечь из формы. Получить не менее трех плит из каждой партии.

2.4. Определить кажущуюся плотность.

Измерить размеры плит штангенциркулем с точностью до 0,2 мм не менее чем в трех местах, используя в дальнейших расчетах среднеарифметическое значение.

Взвесить плиты на весах с точностью до 0,01 г и рассчитать их кажущуюся плотность (ρ_k) по формуле

$$\rho_k = \frac{m_n}{V_n},$$

где m_n - масса плиты; V_n -объем плиты.

Задание 3. Изучить структуру пенополистирола различной кажущейся плотности

3.1. Определить размер ячеек пенополистирола и степень их однородности.

Из середины плит лезвием безопасной бритвы срезать тонкий слой каждого пенопласта и определить размер ячеек и степень их однородности.

Для этого образец поместить на предметный столик микроскопа (например, МБС-2 или МБ-9), выбрав объектив с семи - восьмикратным увеличением и окуляр с увеличением в 10-12 раз. В окуляр вставить стеклышко с сеткой, цена деления которой известна. Выбрать участок образца и подсчитать число ячеек на площади $S \text{ см}^2$. Дважды переместить образец и повторить замер.

Поперечный диаметр d_i ячеек рассчитать по формуле

$$d_i = 2 \sqrt{\frac{S}{\pi n} \left(1 - \frac{\rho_k}{\rho_n} \right)},$$

где n - число ячеек на площади S ; ρ_k - кажущаяся плотность пенопласта;

ρ_n -плотность полимера (см. Приложение).

Средний диаметр d_{cp} ячеек рассчитать по формуле

$$d_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n'} d_i}{n'},$$

где n' - число замеров.

Степень однородности ячеистой структуры пенопласта рассчитать по формуле

$$v_d = \frac{\Delta d}{d_{cp}} \cdot 100,$$

где v_d - критерий однородности; $\Delta d = d_i - d_{cp}$; d_i - диаметр ячейки в i -том месте блока.

3.2. Определить объемное содержание ячеек и пор в пенополистироле.

Полученные данные свести в таблицу:

Марка пенополистирола	Продолжительность предварительного вспенивания	Плотность пенополистирола		Характеристики структуры пенополистирола				
		ρ_n	ρ_k	d_{cp}	v_d	v_y	v_n	v_y/v_n

Построить графики зависимости насыпной плотности гранул ρ_n , кажущейся плотности пенополистирола ПСВ и ПСВ-С (ρ_k) и характеристики его структуры от продолжительности вспенивания. Проанализировать полученные зависимости.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы

6. Какие физические вспенивающие агенты используются для получения пенопластов? Какими параметрами они характеризуются?

7. Какие требования предъявляются к физическим газообразователям?

8. Если не использовать предварительное вспенивание и выдержку гранул на воздухе, пенопласт получится более «тяжелым» или более «легким»? Почему?

9. У каких пенопластов, полученных по беспрессовой или прессовой технологиям, механические свойства лучше и почему?

10. Перечислите основные области применения пенопласта марки ПСВ.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.

2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.

3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа № 5. ПОЛУЧЕНИЕ ЭЛАСТИЧНЫХ ППУ ЗАЛИВОЧНЫМ СПОСОБОМ

Многообразие рецептур и способов вспенивания полиуретановых композиций позволяет изготавливать из них практически все типы материалов, изделий и конструкций, которые могут быть получены из газонаполненных пластмасс.

В зависимости от модуля упругости полимерной матрицы пенополиуретаны (ППУ) подразделяются на эластичные, полужесткие и жесткие.

Эластичные ППУ образуются обычно в результате реакции гидроксил содержащих смол, называемых полиолами, диизоцианата и воды. При взаимодействии диизоцианата с полиолами образуется полиуретан. В результате реакции диизоцианата с водой образуются амин, оксид углерода. Амины при взаимодействии с изоцианатными группами образуют мочевиновые группировки, которые в основном определяют амортизационные свойства пеноматериала.

Несимметричность молекулы 2,4-толуилендиизоцианата (ТДИ) и неодинаковая реакционная способность ее изоцианатных групп обуславливают применение этого соединения при получении эластичного ППУ для амортизаторов.

Степень полимеризации определяет эластичные свойства образующегося уретанового полимера за счет изменения его температуры стеклования (T_c). Так, T_c полимера на основе триола с молекулярной массой 500 снижается от 125 до -50 °С при увеличении молекулярной массы до 3000. Такое изменение объясняется подвижностью оксипропиленовых сегментов, расположенных между довольно жесткими уретановыми связями.

Правильный выбор катализатора важен не только для проведения процесса вспенивания, но и для регулирования образования различных группировок. Так, для катализа реакции диизоцианата с водой, и, соответственно, с полиолом, используют третичные амины. Металлоорганические соединения являются эффективными катализаторами реакции полиолизацианат и неэффективными для реакции вода-изоцианат.

Эластичные пенопласты в основном используются как амортизирующие материалы. Комфортность материала можно определить и количественно оценить по результатам измерения таких характеристик пеноматериала, как гистерезис, коэффициент прогиба, воздухопроницаемость и эластичность.

1. Цель работы: приобретение практических навыков при получении пластичного ППУ блочным методом.

2. Методика выполнения работы: получить у преподавателя уточненное задание и допуск на выполнение работы, у лаборанта необходимые оборудование и материал; произвести расчет.

Расчет количества диизоцианата:

1 Определение содержания свободных ОН-групп в полиэфире (q_1):

$$q_1 = \frac{ГЧ_n \cdot P_n \cdot ЭК_{ТДИ}}{100 \cdot ЭК_{ОН}}, \quad (4.1)$$

где $ГЧ_n$ - гидроксильное число полиэфира; P_n - масса (навеска) полиэфира, г; $ЭК_{ТДИ}$ - эквивалент ТДИ, $ЭК_{ОН}$ - эквивалент гидроксильной группы.

2. Определение содержания свободных СООН-групп в полиэфире (q_2):

$$q_2 = \frac{KЧ_n \cdot P_n \cdot ЭК_{ТДИ}}{ЭК_{КОН} \cdot 1000}, \quad (4.2)$$

где $KЧ_n$ - кислотное число полиэфира, мг КОН/г; $ЭК_{кон}$ –эквивалент КОН;

3. Определение влаги (q_3):

$$q_3 = q_4 \cdot C, \quad (4.3)$$

где C - эквивалент ТДИ на 1 моль воды;

$$q_4 = a + b, \quad (4.4)$$

где a - влага в полиэфире (см. ТУ), г; b - вода (по заданию),г.

4. Определение необходимого количества изоцианата для вспенивания (q):

$$q = q_1 + q_2 + q_3, \quad (4.5)$$

Взвесить необходимые компоненты. Приготовить композицию: полиэфир, ПАВ, катализатор, вода, а затем перемешать с диизоцианатом (ВНИМАНИЕ! Изоцианат–вредное вещество) в течений 20-30 с. Вылить в форму, дождаться полного отверждения и провести испытания материала (в соответствии с заданием).

После окончания работы сдать лаборанту инструмент и рабочее место, представить преподавателю результаты эксперимента на подпись.

Таблица 1

Состав рецептур для получения эластичного ППУ

Вещество, мас. час	Номер рецептуры		
	Рец. 1	Рец. 2	Рец.3
Лапрол 3003 (5003)	100,0	10	45,0
КЭП- 2	1,0	-	1,0
Триэтаноламин	-	-	-
Октоат олова	0,2	-	0,2
ТДИ		по расчету	-
ДАБКО	-	-	0,12
Вода		по заданию	-
Фреон	-	-	2,0

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Ознакомиться с методом получения эластичного ППУ по рецептуре 1; рец. 2.; рец. 3 (см. табл.1).
2. Получить задание у преподавателя.
3. Произвести необходимые расчеты.
4. Получить образцы пенопласта.
5. Определить физико-механические свойства.
6. Обработать и проанализировать экспериментальные данные
7. Сравнить полученные результаты с данными из литературы [1] .
8. Оформить отчет.

Задание 2 (НИРС). Исследовать влияние содержания воды в композиции (рец. 2) на время старта и кажущуюся плотность пенопласта, используя методики в задании I.

Приборы, оборудование, материалы: мешалка, весы, форма, термошкаф, секундомер, сырье.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Какие вспенивающие вещества используются для получения эластичного ППУ? Какими параметрами они характеризуются?

2. Какие основные химические реакции протекают при получении эластичного ППУ? Напишите.

3. Какими свойствами характеризуются амортизирующие материалы?

4. Перечислите и охарактеризуйте основные методы получения эластичного ППУ.

5. Перечислите основные области применения эластичного ППУ.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань : Издательство КНИТУ 2013.

2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.

3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа № 6. ПОЛУЧЕНИЕ ЖЕСТКИХ ППУ ЗАЛИВОЧНЫМ СПОСОБОМ

Жесткие ППУ обычно являются анизотропными материалами, что определяется спецификой их вспенивания. Эти материалы имеют максимальное значение модуля упругости и разрушающего напряжения при сжатии и растяжении в направлении, параллельном направлению вспенивания, и минимальное - в перпендикулярном направлении.

Любой процесс производства жестких ППУ должен быть таким, чтобы при минимальных затратах получать материал с оптимальными физико-механическими свойствами.

Основные характеристики жесткого ППУ: формоустойчивость, теплопроводность, долговечность и старение.

Формоустойчивость закрытоячеистых пенопластов определяется их способностью выдерживать внешнее (чаще атмосферное) давление. Если давление газа внутри ячеек ниже атмосферного, пенопласт дает усадку; наоборот - объем пенопласта увеличивается. Формоустойчивость зависит от температуры окружающей среды. Так, при высоких температурах прочность ППУ уменьшается; при низких температурах пенопласт становится более жестким. Испытания пенопластов на формоустойчивость проводят в интервале температур от -30 до +100 С.

Коэффициент теплопроводности - одна из важнейших физических характеристик. Принято считать, что теплопроводность жесткого пенопласта возрастает с 0,017 Вт*(м-К) у свежеприготовленного материала до 0,023 Вт*(м-К) при достижении равновесной диффузии. Эти значения являются абсолютными, т.е. не зависимыми от размеров образца и метода измерения.

Сохранение экспериментальных характеристик при старении (долговечность) является одним из важнейших показателей материала. Жесткие ППУ обладают недостаточной светостойкостью, низкой стойкостью к действию минеральных кислот и к большинству органических растворителей.

Жесткие ППУ применяют в холодильной технике, строительстве, в производстве обуви и др. областях народного хозяйства.

1. Цель работы: приобретение практических навыков при получении жесткого ППУ заливочным методом.

2. Методика выполнения работы (см. лабораторную работу № 2). После окончания работы сдать лаборанту инструмент и рабочее место, представить преподавателю результаты эксперимента на подпись.

Таблица 1

Состав рецептур для получения жесткого ППУ

Вещества	Рец. 1	Рец. 2
Полиэфир П-3	100	100
ТДИ или ПИЦ (по рецепту)	-	-
Этиленгликоль	-	10
Триэтанолламин	0,5	0,7
КЭП-2	1,0	1,2
Вода (по заданию)	-	-

Приборы, оборудование, материалы: весы, мешалка, термошкаф, штангенциркуль, универсальная испытательная машина, сырье.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Ознакомиться с методом получения жесткого ППУ по рец.1 (см. табл. 1).
2. Получить задание у преподавателя.
3. Произвести необходимые расчеты.
4. Получить образцы пенопласта.
5. Определить физико-механические свойства.
6. Обработать и проанализировать экспериментальные данные.
7. Сравнить полученные результаты с литературными данными.
8. Оформить отчет.

Задание 2. Исследовать влияние физического вспенивающего агента на кажущуюся плотность и механические свойства пенопласта, используя рец. 2.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Какие вспенивающие вещества используются для получения жесткого ППУ? Какими параметрами они характеризуются?
2. Какие основные химические реакции протекают при получении жесткого ППУ? Напишите.
3. Какими основными свойствами характеризуются пенопласты?
4. Перечислите и охарактеризуйте основные методы получения жесткого ППУ?
5. Перечислите основные области применения жесткого ППУ.

6. Список рекомендуемой литературы

4. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
5. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
6. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа №7.

ПОЛУЧЕНИЕ ПЕНОПОЛИЭПОКСИДОВ ЗАЛИВОЧНЫМ СПОСОБОМ

Пенополиэпоксид – один из новых вспененных материалов, производство, которого бурно развивается в последние годы. Это развитие обусловлено целым рядом показателей: отличной адгезией и химической стойкостью, прекрасными диэлектрическими характеристиками.

1. Цель работы: приобретение практических навыков получения пенополиэпоксидов, изучение влияния технологических факторов и состава композиций на свойства пенопласта.

2. Методика выполнения работы:

1. Получить у преподавателя конкретное задание исходя из табл.1.
2. Получить у лаборанта необходимое оборудование и материалы.
3. Взвесить на технических весах необходимые ингредиенты, рассчитав предварительно их количество исходя их количества смолы (обычно смолы берут 25 – 50 г.)

Таблица 1

Рецептуры композиции для получения пеноэпоксидов

Компоненты рецептур	мас. ч. композиции (моль на 1 эпоксиэквивалент)				
	Изготовление с помощью внешнего подогрева			Заливочный метод	
	1-я	2-я	3-я	4-я	5-я
Эпоксидный олигомер ЭД-20	100	100	100	100	100
М-фенилендиамин	10	-	-	-	-
ПАВ (выравниватель А, ОП-7, ОП-10, КЭП-2)	2-4	2-4	0.5-2	-	0.5-2
Порофор – ЧХЗ-57	0.5-6	1-6	1-5	-	-
Полиэтиленполиамин	-	6-8	-	15	-
Малеиновый ангидрид	-	-	-	-	-
Триэтаноламин	-	-	-	-	-
Кремнийорганическая жидкость ГКЖ-94	-	-	-	10	-
Трикрезилфосфат	-	-	-	15-20	-
Фреон	-	-	-	-	5-30
Катализатор БТФ-10-1.5А	-	-	-	-	0.01

4. Смешать компоненты вручную или с помощью электрической мешалки. Время смешения и продолжительность указаны в табл. 2. Порядок смешения, если нет особых указаний, следующий: в смолу добавляют пластификатор, затем газообразователь, ПАВ, добавки целевого назначения и последним вводят отвердитель или катализатор отверждения.

Последующий компонент вводят после тщательного перемешивания предыдущего.

5. Полученную композицию вылить в форму и провести процесс вспенивания и отверждения по режиму, приведенному в табл. 2.

Режимы смешения, вспенивания и отверждения эпоксидных пенопластов

Режимы	Номер композиции по табл. 3.				
	1	2	3	4	5
Смешение смолы и малеинового ангидрида: Температура, °С Продолжительность, мин	-	-	60-25	-	-
	-	-	20-30	-	-
Смешение компонентов: Температура, °С Продолжительность, мин	60-70	20-25	50-55	50-60	Ниже темп. кипения используемо го фреона
	25	5-10	5-10	5-10	0.5-1.0
Выдержка композиции: Температура, °С Продолжительность, мин	60	40-45	80	20-25	20-22
	40	20-30	50-80	30	1-10
Отверждение: Температура, °С Продолжительность, мин	10-120	120-125	100-120	20-25	20-22
	60	60	60	До 30 суток	30

6. Извлечь охлажденный пенопласт из формы.
7. Исследовать свойства полученного пенопласта.
 - 7.1. Определить кажущуюся плотность пеноизделия.
 - 7.2. Оценить качество структуры пеноизделия, определив для этого максимальный и средний диаметр пор.
 - 7.3. Определить прочностные свойства при сжатии, изгибе, растяжении, ударную вязкость.
 - 7.4. Определить другие свойства пенопласта по указанию преподавателя.
8. Сравнить другие свойства пенопласта по указанию преподавателя.

Приборы, оборудование, материалы: технические весы, термошкаф, электрическая мешалка, термометр, эпоксидная смола ЭД-16 или ЭД-20, химические и физические вспенивающие агенты, поверхностно-активные вещества, отвердители эпоксидной смолы, (конкретные вещества – см. табл.1).

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Изучить свойства и назначение каждого компонента композиции, указанной преподавателем.
2. Получить пенополиэпоксид.
3. Исследовать свойства полученного пенопласта, сравнив их с данными из литературы.
4. Обработать и проанализировать полученные экспериментальные данные, сделать выводы.
5. Составить отчет о работе.

Задание 2. (НИРС). Исследовать влияние каждого компонента конкретной композиции на

кажущуюся плотность, структуру и свойства получаемого пенопласта:

1. Исследовать влияние количества порофора ЧХЗ-57. Внимание! Порофор ЧХЗ-57 (азоизобутиронитрил) - вещество с повышенной опасностью - взрывается при ударе и нагреве, токсичное. При работе соблюдать осторожность. Максимальное количество порофора в композиции не более 7 мас.ч.

2. Вид и количество поверхностно-активного вещества.

3. Вид и количество отвердителя.

4. Вид и количество пластификатора.

Задание 3.(НИРС). Исследовать на конкретной композиции влияние дисперсно-волоконистых наполнителей на свойства пенопластов.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Назначение компонентов вспенивающихся композиций и их свойства.
2. В чем заключается отличие композиций для получения пенопласта с помощью внешнего подогрева от композиций для получения пенопластов заливочным методом?
3. Свойства эпоксидных пенопластов. Сравните их с пенопластами на основе других полимеров.
4. Факторы, влияющие на качество пенопласта.
5. Сравните методы получения пеноэпоксидов с точки зрения свойств пенопласта и с точки зрения экономики.
6. Основные области использования пеноэпоксидов.
7. Напишите химические реакции, протекающие при получении данной марки пеноэпоксида.
8. Проанализируйте причины возможных видов брака и способы их устранения.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа №8.
ПОЛУЧЕНИЕ ПЕНОПЛАСТОВ НА ОСНОВЕ
ФЕНОЛО-ФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ

1. Цель работы: приобретение практических навыков получения пенопластов на основе новолачных ФФО, изучение свойств полученных пенопластов и факторов, влияющих на эти свойства.

2. Методика выполнения работы:

1. Получить у преподавателя задание на получение пенопласта заданной плотности (от 150 до 700 кг/м³).

2. Получить у лаборанта необходимое оборудование и материалы.

3. Рассчитать необходимые навески всех компонентов, исходя из данных табл.1 лаб. раб. №6, заданной плотности и объема формы и коэффициента потерь, который принять равным 1,2.

Рецептура пенопласта на основе новолачных ФФО, мас.ч:

новолачный феноло-формальдегидный олигомер- 100;

гексаметиленetetрамин - 10;

порофор ЧХЗ-57 - 6,5

Количество порофора указывается преподавателем.

4. Взвесить на технических весах рассчитанное количество компонентов и поместить их в шаровую мельницу. Время смешения определяется преподавателем.

5. Загрузить в ограничительную форму и нагревать в термошкафу по следующему режиму: 30 мин при 80-85 °С; 2,0-2,5 ч при 100-110 °С и 2,5-3,0 ч при 150-160 °С. Форму перед загрузкой обкладывают бумагой или смазывают машинным маслом.

6. После отверждения пенопласт охладить и извлечь из формы.

7. Исследовать свойства полученного пенопласта - по стандартам.

Приборы, оборудование, материалы: металлическая форма, термошкаф, шаровая мельница, технические веса, новолачный феноло-формальдегидный олигомер, гексаметиленetetрамин, порофор ЧХЗ-57.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Изучить свойства и назначение компонентов композиций.

2. Получить пенопласт.

3. Исследовать свойства полученного пенопласта.

4. Обработать и проанализировать полученные экспериментальные данные, сделать выводы.

5. Составить отчет о работе.

Задание 2 (НИРС). Используя методику, изложенную в задании 1, изучить влияние количества уротропина и газообразователя на свойства получаемого пенопласта.

4. Содержание отчета по лабораторной работе. Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;

- теоретическая часть;

- цель работы;

- оборудование, приборы и вспомогательные средства;

- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Основные области использования пенополиэпоксидов.
2. Технологические факторы, влияющие на свойства пенопласта.
3. Цель и способы модификации пенопласта.
4. Свойства и применение пенопластов на основе ФФО.
5. Виды брака.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа №9.
ПОЛУЧЕНИЕ ПЕНОПЛАСТОВ НА ОСНОВЕ РЕЗОЛЬНЫХ
ФЕНОЛО-ФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ
ЗАЛИВОЧНЫМ СПОСОБОМ

1. Цель работы: Изучить кинетику вспенивания пенопласта, получаемого методом заливки в зависимости от различных факторов.

2. Методика выполнения работы:

1. Получить у преподавателя задание.
2. Получить у лаборанта необходимое оборудование и материалы.
3. Взвесить на технических весах ФФ0 в металлическом стакане, затем добавить остальные компоненты. Навеску продукта ВАГ-3 помещают в отдельный стаканчик (табл.1).
4. Перемешать вручную или на электрической мешалке содержимое металлического стакана в течение 30 с. Затем быстро влить навеску ВАГ-3 и перемешивать смесь еще 30 с. Мешалку остановить и композицию вылить в бумажную форму.
5. Одновременно с началом добавления ВАГ-3 включить секундомер, по которому отметить время до начала подъема пены. Принять это время за индукционный период.

Таблица

Рецептура пенопласта на основе резольных ФФ0

Компоненты композиции	Содержание компонентов, г.		
	ФРП-1А	ФРП-2	ФРП
Смола ФРП-1А	50	-	-
Смола ФРП-1	-	50	-
Смола СФЖ	-	-	50
ВАГ-3	7-10	8-10	8 –10
Алюминиевая пудра	-	1-3	1-3
ОП-7 (ОП-Ю)	-	-	0,5-1

6. Извлечь пенопласт из формы и определить кратность вспенивания, для чего измерить высоту образца пенопласта h). Кратность вспенивания K рассчитать по формуле:

$$K = Sgh/m,$$

где S - площадь дна формы, в которой происходит вспенивание, m^2 ;

g - плотность композиции при 20 °С, $кг/м^3$;

m - навеска композиции, $кг$;

h - высота образца, $м$.

7. Исследовать свойства полученного пенопласта по стандартам.

Приборы, оборудование, материалы: металлический стакан, технические весы, форма, резольный фенолоформальдегидный олигомер, алюминиевая пудра, поверхностно-активное вещество, отвердитель ВАГ-3.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Изучить свойства и назначение компонентов композиции (см. табл. 1).
2. Получить пенопласт. Определить индукционный период и кратность вспенивания данной композиции.
3. Исследовать свойства полученного пенопласта.

4. Обработать и проанализировать полученные экспериментальные данные, сделать выводы.

5. Составить отчет о работе.

Задание 2 (НИРС). Используя методику, изложенную в задании 1, изучить влияние на кратность вспенивания количества отвердителя ВАГ-3.

Задание 3 (НИРС). Используя методику, изложенную в задании 1, получить трехслойную панель, средний слой - пенопласт на основе ФФО, наружные слои - декоративно-слоистый пластик.

4. Содержание отчета по лабораторной работе:

Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Напишите химические реакции, протекающие при получении вашего пенопласта.
2. Компоненты вспенивающейся композиции. Их свойства и назначение. Принципы подбора.
3. Причина высокой коррозионной активности пенопластов марок ФРП и способы их снижения.
4. Технологические факторы, влияющие на свойства пенопластов.
5. Виды брака и способы его устранения.
6. Цель и способы модификации пенопластов.
7. Свойства и применение пенопластов на основе ФФО.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа № 10
ПОЛУЧЕНИЕ ПЕНОПОЛИВИНИЛФОРМАЛЯ МЕТОДОМ
МЕХАНИЧЕСКОГО ВЗБИВАНИЯ

1. Цель работы: Приобретение практических навыков получения пенопластов способом механического вспенивания раствора полимера; изучение влияния технологических факторов на качество пенопласта.

2. Методика выполнения работы:

1. Получить у преподавателя конкретное задание на получение пенопласта определенной марки (см. табл. 1).

Таблица 1

Рецептура пенопластов на основе поливинилформалия (мас. ч.)

Наименование сырья	ГПВФ-1	ГПВФ-2	ТПВФ-3	ГПВФ-4	МПВФ	ГПВФА
Поливиниловый спирт	100	100	100	100	100	100
Выравниватель А (100%)	5.38	4.0	4.74	4	4	4
Поваренная соль (100%)	82.6	52	58.7	52	52	42
Соляная кислота конц. ($d= 1.180\text{кг/м}^3$)	-	79	-	164	75.5	79
Серная кислота конц. ($d= 1840\text{ кг/м}^3$)	117	-	76.6	-	-	-
Формалин (37%)	137	136	171	226	137	136
Метилцеллюлоза (100%)	-	-	-	22.0	-	-
Желатина полиграфическая (в зернах)	-	-	-	-	-	20
Абразивное зерно КЗ-Ю	-	-	-	-	-	1000
Вода дистиллированная	5,25	5,25	5,25	5,25	5,25	5,25

2. Получить у лаборанта необходимые приборы, оснастку и сырье.

3. Подготовка сырья.

Она заключается в приготовлении водных растворов ПВС, отмеривании (дозировании) необходимых количеств формалина, раствора хлористого натрия, поверхностно-активного вещества.

Для приготовления раствора ПВС навеску берут на технических весах, высыпают ее в течение 1-2 мин в стакан с холодной водой при непрерывном перемешивании шпателем до образования однородной, без сухих комков, желтоватой рыхлой массы. Затем стакан со смесью нагревают на водяной бане (90-100 °С) при непрерывном перемешивании до образования прозрачного раствора, не содержащего пленок и сгустков.

Растворы формалина, насыщенного хлористого натрия, выравнивателя дозируются мерными цилиндрами с учетом плотностей этих растворов.

4. Взбивание, и разлив пены.

Рецептура загрузки на одно вспенивание МПВФ (мас. ч.):

16%-ный раствор ПВС - 100;

30%-ный раствор выравнивателя А - 30;

формалин 37%-ный -	30;
насыщенный раствор NaCl -	57,2;
соляная кислота, $d = 1180 \text{ кг/м}^3$ -	8,6.

Загрузка компонентов и взбивание пены производится в следующей последовательности. В металлический стакан загружается навеска горячего раствора ПВС (температура не менее 65°C), взятая на технических весах. К навеске приливается раствор ПАВ, и смесь взбивается механической мешалкой в течение 10 мин. Далее при остановленной мешалке в стакан заливается формалин, и перемешивание продолжается еще 10 мин. По истечении этого времени заливается раствор хлористого натрия. Взбивание с ним продолжают еще 5 мин. Затем при работающей мешалке и при опущенных створках тяги с большой осторожностью быстро выливают в пену кислоту ближе к краю кружки. Необходимо опасаться разбрызгивания кислоты из-за попадания ее на вал мешалки.

После заливки кислоты пену в кружке взбивают точно 1 мин, а затем выливают пену в форму для вызревания, предварительно отметив в кружке уровень пены для определения кратности взбивания. Пену выгружают с помощью шпателя. Металлический стакан от остатков пены отмывают горячей водой.

5. Вызревание пенопласта.

Формы, заполненные пеной, оставляют в вытяжном шкафу, предварительно закрыв крышкой, чтобы не было удаления летучих. Пенопласт вызревает при комнатной температуре в течение 2 суток, а при нагревании ($T=60^\circ\text{C}$) в течение 12 ч. .

6.Промывка

Перед промывкой замеряют размер образца для определения усадки, а затем образцы промывают проточной водой с периодическим отжимом до нейтральной реакции промывных вод. Рассол, который остался в форме после вызревания, сливают в слив кислоты.

При промывке пенопласта, содержащего наполнитель, применяют 5%-ный раствор аммиака для нейтрализации кислоты в пенопласте.

7.Сушка ППВФ

Промытый и отжатый образец сушится в две стадии. На первой стадии образцы пенопласта помещают в вакуумсушильный шкаф. При температуре $60-80^\circ\text{C}$ под вакуумом 0.6-0.8 выдерживают двое суток. На второй стадии образцы пенопласта сушат в обычном термощкафу без вакуума при 100°C в течение суток до постоянной массы.

8. Методы испытания.

1. Оценка степени однородности.
2. Определение кажущейся плотности по стандарту.
3. Определение водопоглощения по стандарту.
4. Определение остаточной влажности.

Для проведения испытания используются образцы, подготовленные для определения кажущейся плотности. Непосредственно перед испытанием образцы взвешивают с точностью до 0,01 г, затем высушивают до постоянной массы при температуре 80°C .

Остаточная влажность определяется по формуле (W):

$$W = \frac{P - P_1}{P_1} \cdot 100\% ,$$

где P - первоначальная масса образца, г; P_1 - масса образца, доведенного до постоянной массы, г.

За результат принимают среднее арифметическое из трех определений.

9. Определение рН водной вытяжки.

В коническую колбу емкостью 250 см³ со шлифом помещают 0,6 г истертого на терке пенопласта без просева и взвешивают с точностью до 0.01 г. Затем в колбу добавляют 100 см³ дистиллированной воды, соединяют колбу с обратным холодильником. Содержимое колбы кипятят на электроплитке в течение 1 ч. Затем колбу охлаждают, порошок ПВФ отфильтровывают и промывают на фильтре дистиллированной водой. Фильтрат собирают в мерную колбу емкостью 250 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Определение рН фильтрата проводят на рН-метре любого типа

10. Оценка степени однородности.

Визуально определить диаметр ячеек пенопласта, рассматривая через микроскоп, снабженный окуляром с мерной сеткой. Для этого с двух-трех образцов испытуемого пенопласта сделать лезвием тонкий срез и подсчитать под микроскопом количество ячеек, приходящееся на единицу, поверхности. Чтобы ячейки просматривались более четко, поверхность среза рекомендуется слегка затушевать графитом. Средний диаметр ячеек рассчитать по формуле:

$$d_{cp} = \sqrt{\frac{S}{n}} ,$$

где S - площадь, на которой производился подсчет ячеек, см²; n - число ячеек на этой площади; ρ - кажущаяся плотность полимера, г/см³.

Степень однородности количественно оценить с помощью критерия однородности структуры:

$$Y = \left(\frac{\Delta d}{d_{cp}} \right) * 100\%$$

где Δd - отклонение от среднего диаметра ячеек, см.

Полученные результаты записать в таблицу результатов.

Приборы, оборудование, оснастка: механическая мешалка с числом оборотов 1400 об/мин, технические весы, водяная баня объемом 2 л, металлический стакан из нержавеющей стали объемом 2 л, секундомер, стаканы термостойкие для приготовления растворов объемом 500, 750, 1000 мл, мерные цилиндры объемом 500, 50, , 25 и 10 мл, термометр от 0 до 100 °С, форма для разлива пены.

Сырье: см. табл. 1.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Изучить свойства и назначение каждого компонента композиции, ознакомиться с оборудованием.
2. Получить пенопласт (марка указывается преподавателем).
3. Исследовать свойства полученного пенопласта.
4. Обработать и проанализировать полученные экспериментальные данные, сделать выводы о работе.
5. Составить отчет о работе

Задание 2. Используя методики, изложенные в задании 1, изучить влияние содержания наполнителя (порошка Al₂O₃) на кратность вспенивания, кажущуюся плотность, прочность при сжатии. Изготовить четыре образца пенопласта из 22%-ного раствора ПВС, при соотношении ИВГ: наполнитель - 1:0; 1:0,5; 1:1; 1:2. Сделать срез пенопласта для определения его структуры под микроскопом.

Задание 3. Изучить влияние продолжительности взбивания раствора ПВС с

поверхностно-активным веществом и формалином на кратность пены и свойства пенопласта, уменьшая и увеличивая время смешения соответственно в 1,5 и 2 раза. Изготовить четыре образца пенопласта. Определить кратность вспенивания, усадку пены, кажущуюся плотность и водопоглощение пенопластов в течение двух часов.

Задание 4. Определить влияние температуры на скорость вызревания (усадка, стабильность пены, структура, водопоглощение пенопласта). Изготовить четыре образца, два из них поставить в термошкаф, нагретый до 60°C (333 К), и выдержать эти образцы при нагревании в течение 12 ч. Два образца поставить на вызревание в вытяжном шкафу и выдержать при 20°C в течение 48 ч.

Задание 5. Изучить влияние температуры сушки пенопласта на усадку, кажущуюся плотность, водопоглощение. Сушить образцы пенопласта при температуре 70, 100, 130°C.

4. Содержание отчета по лабораторной работе:

Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Напишите химические реакции, протекающие при получении вашего пенопласта.
2. Компоненты вспенивающейся композиции. Их свойства и назначение. Принципы подбора.
3. Причина высокой коррозионной активности пенопластов марок ФРП и способы их снижения.
4. Виды брака и способы его устранения.
5. Цель и способы модификации пенопластов. Свойства и применение пенопластов на основе ФФО.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы / учебное пособие, ВлГУ. - 152 с. 2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа № 11.
**ПОЛУЧЕНИЕ КАРБАМИДОФОРМАЛЬДЕГИДНОГО ПЕНОПЛАСТА МЕТОДОМ
МЕХАНИЧЕСКОГО ВЗБИВАНИЯ**

В отличие от получения пенополивинилформаль при получении кар-бамидного пенопласта газовая фаза вводится не в раствор полимера, а в раствор мочевиноформальдегидного олигомера при смешении композиции, находящейся в вязкотекучем состоянии и при нормальном давлении (механическое вспенивание).

При механическом вспенивании в растворы вводят поверхностно-активное вещество, способствующее равномерному распределению в объеме материала пузырьков газа и обеспечивающее устойчивость пены в течение времени, достаточного для образования сетчатого полимера (нерастворимого). Принцип вспенивания основан на том, что первично образованную полиэдрическую пену, содержащую кислый катализатор, отверждает и фиксирует пеноструктуру термореактивная карбамидная смола.

1. Цель работы: приобретение практических навыков получения пенопластов способом механического вспенивания.

2. Методика выполнения работы:

1. Получить у преподавателя конкретное задание на получение мочевиноформальдегидного пенопласта.

2. Получить у лаборанта необходимое оборудование и материалы.

3. Определить общую массу композиции по формуле:

$$M=1,7(V/p),$$

где V - объем формующей полости формы, m^3 ; p - плотность пенопласта, $кг/м^3$; m - масса композиции, $кг$, и рассчитать массу каждого компонента.

Для вспенивания отмерить равные по объему раствор АВО-2 и разбавленную карбамидоформальдегидную смолу (1:1). Раствор АВО-2 вливают в металлический стакан и взбивают мешалкой в течение 3 минут до полного исчезновения крупных пузырей. В полученную пену быстро вливают при вращающейся мешалке раствор смолы и перемешивают в течение времени, равного величине реактивности. Полученную пену выливают в форму и наблюдают процесс отверждения.

4. Определить стабильность и кратность АВО-2: вспенить в течение 3 мин 50 мл раствора АВО-2, пену быстро вылить (выложить) в мензурку, выровнять ее поверхность. По секундомеру отметить время стабильности пены T_1 , по истечении которого объем пены V_1 уменьшится на 10%. После полного разрушения пены у раствора АВО-2 точно определяют объем 2-2 и определяют кратность пены:

$$K = V_1 / V_2$$

5. Определяют реактивность смолы, быстро смешав 10 мл. смолы в пробирке, 3-4 капли метилоранжа и 10 мл АВО-2, по секундомеру отмечают время первого появления крупных хлопьев (т.е. время гелеобразования).

6. Исследовать свойства полученного сухого пенопласта (температура сушки $50^{\circ}C$, продолжительность – 2 суток). По указанию преподавателя определить: кажущуюся плотность, прочность при сжатии, линейную и объемную усадку, теплофизические свойства, влагопоглощение пенопласта. Сравнить полученные результаты со справочными данными.

Приборы, оборудование, оснастка, сырье: механическая мешалка с числом оборотов 1400 об/мин, технические весы, металлический стакан из нержавеющей стали

объемом 2 л, секундомер, мерные цилиндры объемом 500, 50, 25 и 10 мл, мензурка объемом 500 мл, пробирки, форма для разлива пены, сырье: АВО-2 - агент вспенивания и отверждения, карбамидоформальдегидная смола УКС, метилоранж 1%-ный водный раствор. *Примечание:* АВО-2 - водный раствор триэтаноаминовых солей различных сульфированных спиртов эфирного ряда С₈-С₂₀,

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1. 1. Изучить свойства и назначение каждого компонента композиции, ознакомиться с оборудованием.

2. Получить пеноизделие.

3. Исследовать свойства полученного пенопласта.

4. Обработать и проанализировать полученные экспериментальные данные.

5. Составить отчет.

Задание 2 (НИРС). Используя методики, изложенные в задании I, исследовать, как влияет на кратность, стабильность, структуру пены наличие в пене 0.1 мас.% ацетона или масел.

Задание 3 (НИРС). Используя методики, изложенные в задании I, исследовать, как влияет продолжительность перемешивания смолы со вспененным АВО-2 на качество пены и пенопласта.

4. Содержание отчета по лабораторной работе:

Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников. (Пример оформления лабораторной работы приведен далее).

5. Контрольные вопросы:

1. Какие химические реакции протекают в процессе получения пенопласта? Назначение компонентов вспенивающихся композиций.

2. Изотропными или анизотропными свойствами обладают пеноизделия, полученные этим способом?

3. Каковы перспективы развития способа получения пенопласта механическим вспениванием?

4. Достоинства и недостатки метода механического взбивания. Виды брака, причины возникновения и способы устранения.

5. Можно ли получать ППВФ и МПВФ непрерывным методом? Ответ обосновать.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань: Издательство КНИТУ 2013.

2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.

3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

Лабораторная работа №12
ПОЛУЧЕНИЕ ГАЗОНАПОЛНЕННЫХ ПЛАСТМАСС-ПЛАСТИКА С
ПОЛЫМ НАПОЛНИТЕЛЕМ (СИНТАКТНЫЕ ПЕНОПЛАСТЫ)

1. Цель работы: приобретение практических навыков получения пластиков с полым наполнителем, состоящим полимерных матриц (связующего), которые в научной литературе имеют несколько названий:

Синтактные пенопласты или сферопласты.

2. Методика выполнения работы:

1. Получить у преподавателя конкретное задание на получение пенопласта определенной марки (табл. 1).

2. Получить у лаборанта необходимые приборы, оснастку, сырье.

Микросферы взвешивают (в соответствии с заданием) и высыпают в смеситель. Смола выливается в смеситель при вращающейся мешалке тонкой струей. После смешения композицией заполняется трамбованием форму (обложенную бумагой или смазанную смазкой). Заполненную форму устанавливают в термошкаф для отверждения связующего.

Таблица 1

Основные технологические операции получения пластика с полым наполнителем

Операция	Контролируемая величина	Интервал значений
Дозирование компонентов:	В соответствии с заданием	
Связующее-смола СФЖ-309	Объем, мл	20-70
Наполнитель-микросферы	Масса, г	25-75
Смешение компонентов в Z-образном смесителе	Время, ч	0.25
	Температура, К	293
Формирование полуфабрикатов в форму трамбованием	Температура, К	293
Отверждение связующего (образцов в форме) в термомошкафу	Время, ч	2.0
	Температура, К	423

После отверждения образец извлекают из формы. Определить кажущуюся плотность, прочность на сжатие, водопоглощение, теплофизические свойства. Сравнить полученные результаты со справочными данными.

Приборы, оборудование, сырье, оснастка: весы технические, Z-образный смеситель объемом 500мл, коэффициент заполнения 0.7, термошкаф с максимальной рабочей температурой 473К, фарфоровый стакан объемом 500мл, мензурка объемом 100мл, форма для получения пенопласта, бумага для обкладывания формы, шпатели.

Сырье: см. табл. 2.

Таблица 2

Состав композиции для изготовления пластиков с полым наполнителем

Компоненты композиции	Рецептура, масс. %		
	Л	П	СП
Резольная смола	75	50	25-40
Фенольно-формальдегидные микросферы	25	50	75-60
Ценосферы (отходы газовых выбросов ТЭЦ)	25	50	75-60

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий:

Задание 1.

1. Изучить свойства и назначение каждого компонента композиции, ознакомиться с оборудованием.
2. Получить пенопласт (марка указывается преподавателем).
3. Исследовать свойства полученного пластика с полым наполнителем.
4. Обработать и проанализировать полученные экспериментальные данные, сделать вывод о работе.
5. Составить отчет о работе.

Задание 2. (НИРС). Используя методику, изложенные в задании 1, исследовать влияние соотношения связующего и полого наполнителя на свойства полуфабриката пластика и газонаполненных изделий на их основе. Для этого изготовитель 3 партии полуфабриката при соотношении связующего (резольная смола СФЖ-309) и полого Л, П, СП (см. табл.1)

Задание 3. (НИРС). Изучить влияние размера микросфер на свойства пластика, полученного со связующим резольной смолой СФЖ-309 по рецептуре СП (табл. 2.). Изготовить 3 образца и 3 фракции микросфер диаметром менее 0.1, 0.25-0.63; более 0.63 мм.

Задание 4. (НИРС). Аналогично заданию 2 изготовить 3 образца с другим полым наполнителем – ценосферами (см. табл. 2).

4. Содержание отчета по лабораторной работе:

Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

Пример оформления лабораторной работы приведен далее.

5. Контрольные вопросы:

1. Дайте классификацию методов получения сотовых пластм.
2. Назовите основные способы производства полуфабрикатов для получения пластика с полым наполнителем.
3. В каком случае при получении синтактных пенопластов можно добиться минимального значения его кажущейся плотности.
4. Назовите области применения синтактных пенопластов.
5. Чем определяются физико - механические свойства данных пеноматериалов.

6. Список рекомендуемой литературы

1. Лабораторный практикум по полимерным материалам [Электронный ресурс]: учебное пособие / И.Н. Бакирова, А.М. Кочнев. - Казань : Издательство КНИТУ 2013.
2. Чухланов В.Ю., Панов Ю.Т., Синявин А.В., Ермолаева Е.В. Газонаполненные пластмассы /учебное пособие, ВлГУ. - 152 с.2008.
3. Переработка полимерных материалов в сфере обувного производства: учебное пособие / И.А. Гришанова, Л.Н. Абуталипова. - Казань: Издательство КНИТУ, 2014.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОЙСТВ ГАЗОНАПОЛНЕННЫХ ПЛАСТМАСС

1. Определение влагопоглощения пенопластов

Приборы, оборудование, материалы.

Материалы: пенопласт, дистиллированная вода. Пенопласт кондиционируется в течение 24 часов при температуре $T=(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$.

Приборы, оборудование: штангенциркуль, эксикатор, разрывная машина, технические весы.

Методика выполнения.

1. Изготовить образцы кубической формы с длиной ребра (30 ± 0.3) мм (не менее трех для каждого материала), без видимых дефектов поверхностной пленки.
2. Измерить размеры и определить первоначальную массу образца.
3. Образцы поместить в эксикатор. Эксикатор предварительно заполняется водой в нижней части, образцы размещают на сетка над водой.
4. Образцы выдержать в плотно закрытом эксикаторе, в течение 24 часов, если в ТУ на материал не оговаривается конкретное время. Относительная влажность 98%.
5. По истечению указанного времени образцы вновь взвешивают и определяют водопоглощение B , в %:

$$B = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \cdot 100,$$

где m_0 – масса исходного образца;

m_1 – масса образца после выдержки в эксикаторе, г.

2. Определение водопоглощения пенопластов

Приборы, оборудование, материалы.

Материалы: жесткий пенопласт (феноло-формальдегидный, эпоксидный, с угольным наполнителем), дистиллированная вода.

Оборудование: весы, позволяющие проводить гидростатическое взвешивание, сосуд цилиндрический диаметром 120 мм и высотой 240 мм, штангенциркуль, рамка для выдержки образцов в воде и гидростатического взвешивания.

Методика выполнения работы.

1. Изготовить образцы в виде куба с ребром (50 ± 0.5) мм. При толщине испытуемого материала менее 50 мм изготовить образец высотой не менее 15 мм. Количество образцов не менее 5 штук. Образцы должны иметь ровную поверхность без видимых дефектов ячеистой структуры.
2. Определить линейные размеры, первоначальный объем и полную геометрическую поверхность образцов (см. рис. 1).
3. Поместить образцы в проволочные рамки и опустить в открытый сосуд с дистиллированной водой так, чтобы слой воды над образцом был 50 мм. Температура воды $T=(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$.

4. Через 1 мин провести первое взвешивание образца с рамкой в воде, выдержать образцы в погруженном состоянии в течение 7 сут.

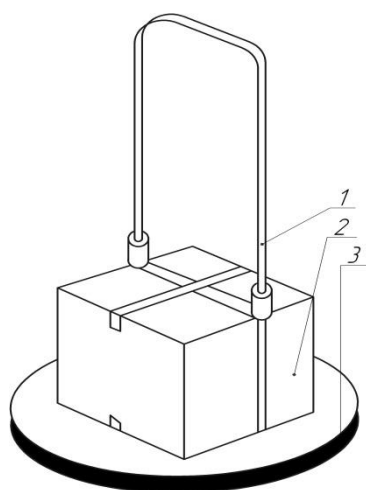


Рис. 1. Проволочная рамка для определения водопоглощения
1 – рамка; 2 – образец; 3 – груз

5. Провести повторное взвешивание. Непосредственно перед каждым взвешиванием удалить с поверхности образца пузырьки воздуха стеклянной палочкой. После повторного взвешивания не более чем через минуту измерить линейные размеры образца и его объем.

6. Водопоглощение пенопласта по отношению к первоначальному объему (W_v) в процентах определяется:

$$W_v = \left(\frac{m - m_0}{V_0 \rho} + \frac{V - V_0}{V_0} \right) \cdot 100,$$

где V_0 – объем образца до испытаний, см^3 ;

V – объем образца после испытаний, см^3 ;

ρ – плотность воды при температуре $T=(23\pm 2)^\circ\text{C}$, $\text{г}/\text{см}^3$;

m_0 – масса образца с рамкой в воде по истечении 1 мин выдержки в воде, г;

m – масса образца с рамкой в воде по истечении 7 сут выдержки в воде, г.

Водопоглощение пенопласта по отношению к первоначальной полной поверхности, $\text{см}^3/\text{м}^2$:

$$W_s = \left(\frac{m - m_0}{S \rho} + \frac{V - V_0}{S} \right) \cdot 10^4,$$

где S – полная геометрическая поверхность образца, см^2 .

3. Определение кажущейся плотности пенопластов

Приборы, оборудование, материалы.

Материалы: образцы (блоки) жестких и эластичных пенопластов.

Оборудование: весы с погрешностью взвешивания не более 0.5% от определяемой величины, штангенциркуль, мерный цилиндр.

Методика выполнения работы.

1. Изготовить из плит (блоков) путем механической обработки образцы в форме куба или параллелепипеда со стороной $100 \times 100 \times 100$ мм или с любыми другими гранями, исходя из положения: чем больше образец, тем точнее полученный результат. Для испытания необходимо не менее трех образцов.
2. Измерить линейные размеры образцов с помощью штангенциркуля или путем вытеснения воды.
3. Определить массу образца с погрешностью не более 0.5% от определяемой величины.
4. Рассчитать кажущуюся плотность каждого образца.

$$\rho = \frac{m}{V} \cdot 10^6,$$

где ρ – кажущаяся плотность пенопласта, $\text{кг}/\text{м}^3$;

m – масса образца, г;

V – объем образца, мм^3

Отличие в определении кажущейся плотности у интегральных пенопластов заключается в необходимости сохранения краевой зоны.

При изготовлении пенопласта методом литья под давлением обмеряется и

взвешивается целиком все изделие. В случае использования других методов получения вырезаются образцы, размером 100×100 мм и толщиной, соответствующей толщине плиты.

4. Определение прочности при сжатии, растяжении и изгибе жестких пенопластов

Приборы, оборудование, материалы.

Материалы: образцы (блоки) жестких пенопластов.

Оборудование: универсальная разрывная машина, обеспечивающая изменение нагрузки с погрешностью не более 1% от измеряемой величины, штангенциркуль.

Методика выполнения работы.

1. Изготовить из плит (блоков) путем механической обработки образцы, форма и размеры которых приведена на рис. 2.

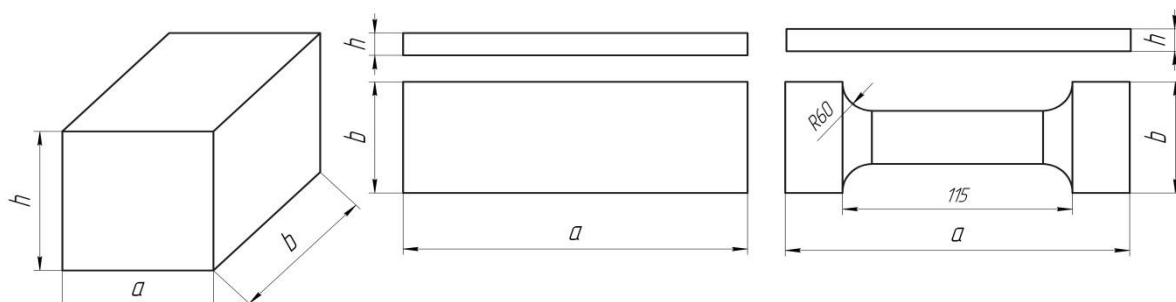


Рис. 2. Форма и размеры образцов для сжатия ($a=b=h=30$ мм), изгиба ($a=210$ мм; $b=50$ мм; $h=15$ мм) и растяжения ($a=200$ мм; $b=30$ мм; $h=15$ мм)

2. Измерить с точностью до 0.1 мм линейные размеры приготовленных образцов.
3. Включить универсальную испытательную машину. Для испытания высокопрочных пеноизделий с большой плотностью можно использовать разрывную машину с максимальным усилием 6000 кг. Для испытаний легких, непрочных пенопластов можно использовать машину, представленную на рис. 19, с диапазоном измерения 0 – 50 кг, 0 – 100 кг, 0 – 250 кг.

Универсальная разрывная машина А1 – 102 работает следующим образом (рис.): устанавливают сменный груз *11*, и соответствующую этому грузу шкалу *6*.

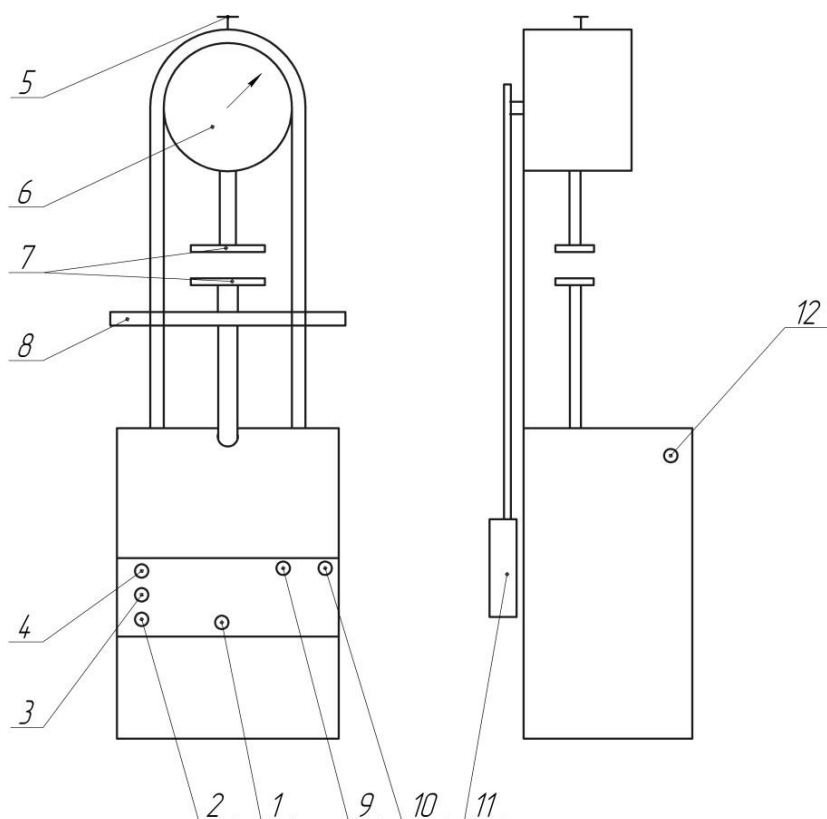


Рис. 3. Универсальная испытательная машина А1-102:

1 – кнопка аварийной остановки; 2 – переключатель «включено-выключено»; 3 – кнопка пуска; 4 – кнопка остановка машины; 5 – рычажок смены шкал; 6 – шкала нагрузки; 7 – сменные комплекты сжимающих прокладок и приспособлений для испытания на изгиб и растяжение; 8 – рейка для помещения образца на изгиб; 9 – регулятор скорости перемещения подвижного стола; 10 – регулятор направления движения стола; 11 – сменные грузы; 12 – муфта выключения

Включают машину следующим образом: переключают *4* в положение «Вкл» и нажимают одновременно кнопки *3* и *12*, нажатие на кнопку *12* должно быть более 1 – 1.5 с. Если машина не включается, одновременное нажатие необходимо повторить. Установить (закрепить) испытываемый образец в зажимах *7*. Установить заданную скорость перемещения (обычно *min*) *9* и направление перемещения *10*, при сжатии и изгибе – вверх, при растяжении – вниз. Испытания проводить до разрушения образца или до достижения заданной деформации.

4. При растяжении образцы нагружают до разрушения, при сжатии или изгибе образцы нагружают до разрушения или до 10% сжатия (при испытании на сжатие) или до предельного прогиба ($\epsilon_{пр}=8.75$ мм), если образец не разрушается. При растяжении записывают диаграмму «нагрузка – деформация».

При испытании на сжатие прочность при сжатии и растяжении (σ_p) рассчитывается по формуле:

$$\sigma_p = \frac{P}{S},$$

где *P* – усилие, соответствующее разрушению образца или 10%-ной деформации;
S – площадь начального поперечного сечения образца.

Модуль упругости при сжатии ($E_{сж}$) или растяжении (E_p), МПа вычислить по формуле:

$$E = \frac{\Delta P \cdot l_0}{\Delta l \cdot S},$$

где ΔP – разница по нагрузке между двумя точками участка линейного подъема диаграммы «нагрузка – деформация»;

Δl – приращение деформации на этом участке;

l_0 – первоначальная расчетная длина образца;

S – первоначальная площадь поперечного сечения рабочей части образца.

При испытании на изгиб прочность при изгибе определяют по следующей формуле:

$$\sigma_u = \frac{3P_u \cdot l}{2 \cdot b \cdot h^2},$$

где P_u – изгибающая нагрузка в момент разрушения образца или при достижении заданного прогиба;

l – расстояние между опорами;

b, h – высота и ширина образца (см. рис.).

5. Определение адгезии жестких пенопластов к конструкционным материалам

Метод предназначен для оценки адгезионной прочности пенопластов к металлам и другим конструкционным материалам. Сущность метода заключается в определении максимального усилия и последующем расчете предельного напряжения, требуемого для разрушения связи между пенопластом и конструкционным материалам под действием растягивающих сил, нормальных к плоскости контакта материалов.

Приборы, оборудование, материалы.

Оборудование: универсальная разрывная машина, обеспечивающая изменение нагрузки с погрешностью не более 1%. Испытания проводить в приспособлении, установленном в захват испытательной машины (рис.20) Приспособление должно обеспечить строгое совпадение продольной оси испытуемого образца с направлением прилагаемого усилия.

Материалы:

В зависимости от технологии получения пенопласта, образцы для испытаний приготавливаются следующим образом:

а) для определения адгезии пенопластов, получаемых методом напыления или свободного вспенивания, образцы приготавливают путем напыления или заливки композиции в металлическую коробку, в днище которой укреплены диски из конструкционного материала (рис. 21). После вспенивания и отверждения с помощью механической обработки пеноматериал доводится по диаметру до размеров диска ($d=50\pm 0.5$ мм), а по высоте до 30 ± 1 мм. Полученные таким образом образцы попарно склеиваются эпоксидным клеем (смола ЭД – 5 с полиэтиленполиамином в качестве отвердителя, взятых в соотношении 10:1);

б) для определения адгезии пенопластов, получаемых вспениванием в закрытых объемах, образцы приготавливают заливкой композиции в закрытую форму с помещенными в нее дисками из конструкционного материала, закрепленными в крышке и днище строго напротив друг друга. После стадии вспенивания и отверждения с помощью механической обработки пенопласт доводится по диаметру до размеров диска, а по высоте до 60 ± 1 мм.

Для испытания используется не менее 5 образцов. Перед испытанием образцы кондиционируют по ГОСТ 12423 – 66 в течение 24 часов при температуре $T=(23\pm 2)^\circ\text{C}$, если в стандартах или технических условиях на материал нет иных указаний.

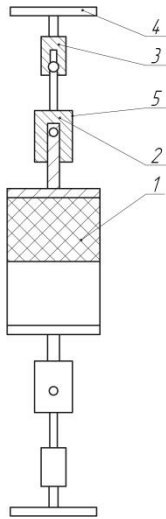


Рис.4.
Приспособление
для испытаний:
1 – образец; 2, 3, 5
– шарнирное
сочленение; 4 –
захваты машины

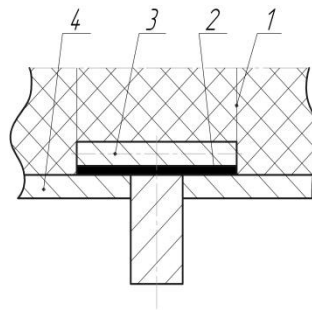


Рис. 5. Подготовка
образца:
1 – контур образца; 2 –
резиновый уплотнитель;
3 – диск; 4 – днище

Прочность связи пенопласта с конструкционным материалом (σ_a) в МПа определяют по формуле:

$$\sigma_a = \frac{P_{\max}}{S},$$

где P_{\max} – максимальное усилие при отрыве или разрушении образца, Н;
 S – площадь поперечного сечения образца, мм².

6. Определение адгезии жестких напыленных пенопластов к конструкционным материалам

Метод предназначен для оценки прочности адгезионной связи по первому слою напыленных пенопластов с металлами и другими конструкционными материалами. Сущность метода заключается в определении максимального усилия и последующем расчете предельного напряжения, требуемого для нарушения связи между пенопластом и конструкционным материалом под действием растягивающих сил, нормальных к плоскости контакта материалов.

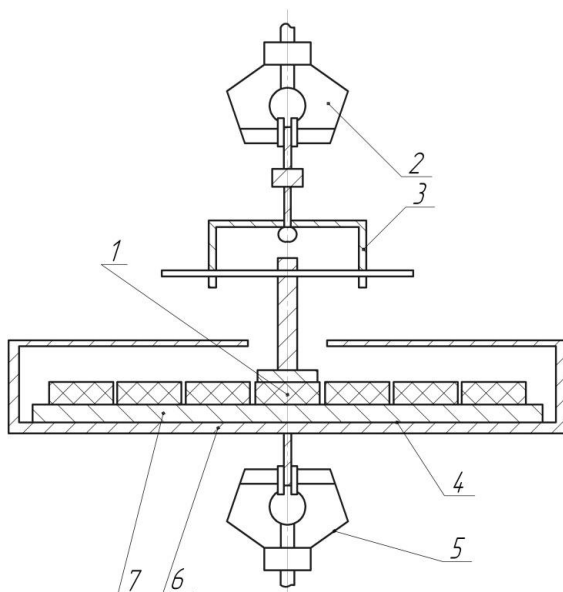


Рис. 6. Приспособление для испытаний:
1 – образец с приклеенной к нему площадкой;
2, 5 – захваты машины; 3 – шарнирное сочленение;
4 – образцы; 6 – приспособление; 7 – плита из
конструкционного материала

Отбор проб

Для определения адгезии пенопластов изготавливают образцы путем напыления пенопласта на плиты из конструкционного материала размером 400×400 мм. После вспенивания и отверждения с помощью механической обработки верхний слой пеноматериала срезается до толщины первого

напыленного слоя, но не менее 6 мм. Затем вырезаются образцы размером 40×40 мм.

На полученные таким образом образцы наклеиваются с помощью эпоксидного клея площадки прямоугольной формы размером 40×40 мм из стали-3. Поверхность площадок необходимо обезжирить. Для испытания используется не менее 5 образцов.

Оборудование: универсальная разрывная машина, обеспечивающая изменение нагрузки с погрешностью не более 1%. Испытание образцов проводить в специальном приспособлении установленном в захватах испытательной машины (рис. 6). Приспособление устроено таким образом, что позволяет продвигать плиту с образцами под центр верхнего захвата. В верхний зажим машины вставляется переходник с шарнирным сочленением. Перед испытанием образцы кондиционируют по ГОСТ 12423 – 66 в течение 24 часов при температуре $T=(23\pm 2)^\circ\text{C}$, если в стандартах или технических условиях на материал нет иных указаний. Испытания проводят при температуре $23\pm 2^\circ\text{C}$ и скорости раздвижения захватов 5 ± 1 мм/мин. Растяжение проводят до разрушения или отрыва образца.

Прочность связи пенопласта с конструкционным материалом (σ) в МПа определяют по формуле:

$$\sigma = \frac{P_{\max}}{S},$$

где P_{\max} – максимальное усилие при отрыве или разрушении образца, Н;

S – площадь поперечного сечения образца, мм^2 .

7. Определение эластичности по отскоку эластичных пенопластов

Определение полезной упругости эластичных пенопластов заключается в измерении доли энергии, возвращенной образцом, по отношению к энергии свободно падающего маятника.

Оборудование: Маятниковый эластомер. Боек маятника должен иметь полусферическую форму с радиусом закругления 15 мм, а расстояние от оси вращения маятника до центра удара должно быть 200 мм. Запас энергии маятника в верхнем положении должен составлять 0.2 Дж. Эластомер устанавливают на столе строго горизонтально по имеющемуся на нем уровню.

Материалы: Для испытаний используют образцы размером 50×50×45 мм, без видимых дефектов ячеистой структуры. Для испытания используется не менее трех образцов. Перед испытанием образцы кондиционируют по ГОСТ 12423 – 66 в течение 24 часов при температуре $T=(23\pm 2)^\circ\text{C}$, если в стандартах или технических условиях на материал нет иных указаний. Перед испытанием образцы подвергают 8 – 10-кратному сжатию до 70 – 80% их начальной высоты и дают свободно «отдыхать» не менее 10 минут.

Испытания проводят при температуре $23\pm 2^\circ\text{C}$. Образец устанавливается так, чтобы полусферический боек маятника касался середины его наружной поверхности. Маятник поднимают в исходное положение, где он удерживается защелкой. При открытии защелки свободно падающий маятник ударяет по образцу. При этом стрелка на шкале прибора фиксирует величину полезной упругости материала. По каждому образцу производят пять ударов. Подлежат учету показания третьего, четвертого и пятого ударов. За результат испытания принимают среднее арифметическое из показаний третьего, четвертого и пятого удара для всех образцов, взятых для испытания.

8. Определение средних размеров ячеек в пенопластах

Метод предназначен для быстрой оценки размеров и степени вытянутости ячеек в пенопластах. Сущность метода заключается в подсчете количества ячеек на определенной геометрической площади среза пенопласта. Путем последующего расчета средней площади, занимаемой одной ячейкой, определяют ее линейные размеры.

Определения:

1. Поперечный диаметр ячеек – расчетная величина, характеризующая поперечный размер таких усредненных ячеек эллипсоидальной или шаровой формы, из которой состоял бы идеально однородный по структуре ячеистый материал, наиболее близко соответствующий реальному пенопласту по своей структуре и плотности.

2. Коэффициент формы ячеек – параметр, отражающий степень вытянутости ячеек и определяемый как отношение предельного размера усредненной ячейки к ее поперечному размеру.

Оборудование: Для проведения испытаний используется масштабная сетка и микроскоп с общим увеличением $15 - 20^{\times}$. Наиболее удобным для этой цели является микроскоп МБС – 2, позволяющий быстрое изменение степени увеличения. Для

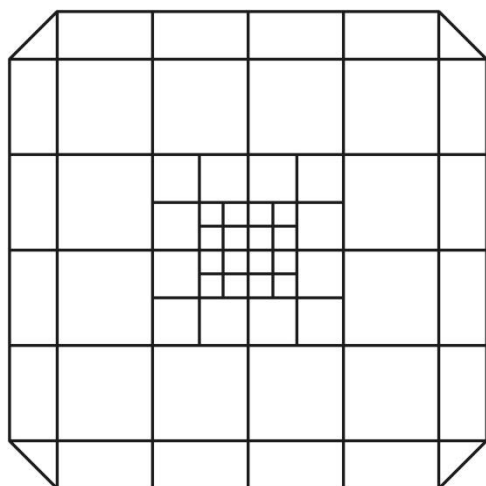


Рис. 7. Масштабная сетка

пенопластов с диаметром ячеек более 1 мм измерения можно проводить с помощью лупы и невооруженным глазом.

Масштабная сетка служит для выбора и измерения площади, на которой производится подсчет ячеек, и представляет собой прозрачную пластину с нанесенными на ней квадратами с площадью 1 см^2 . Для удобства работы центральные квадраты разбиты на более мелкие (рис.7). Масштабная сетка может быть изготовлена путем нанесения линий острой иглой на пластину из оргстекла или фотографическим способом на фото пленке.

Испытание может проводиться на образце любой формы и размеров, имеющем срезанную поверхность.

Для определения поперечного диаметра ячеек срез делается в направлении, перпендикулярном направлению вспенивания. При необходимости оценки вытянутости ячеек делается дополнительный срез в направлении, параллельном вспениванию. Для четкой видимости ячеек поверхность среза слегка закрашивается черной тушью с помощью твердой пластинки или пера, так чтобы нижние слои пенопласта оставались чистыми.

На подготовленную поверхность среза накладывают масштабную сетку и на выбранной площади S подсчитывают количество ячеек n .

Примечание. Подсчет ячеек может быть произведен на фотографии среза с наложенной на него сеткой.

Площадь S , численно определяемая по масштабной сетке, обычно выбирается равной целому числу квадратов и такой величины, чтобы на ней укладывалось не менее 100 -150 ячеек. При определении n все ячейки, нехарактерные для общей структуры пенопласта (визуально отличающиеся по диаметру от ячеек основного типа более чем в 4 – 5 раз),

рекомендуется подсчитывать в количестве, грубо соответствующим количеству ячеек основного типа, которые уложились бы на их площади. Измерения проводят в 3 – 5 различных местах среза.

Поперечный диаметр ячеек в см рассчитывается по формуле:

$$\bar{D} = 2 \cdot \sqrt{\frac{S}{n\pi} \left(1 - \frac{\gamma}{\rho}\right)},$$

где \bar{D} – поперечный диаметр ячеек, мм;

S – площадь среза, на котором производится подсчет ячеек, мм²;

n – число ячеек на площади S ;

γ – кажущаяся плотность пенопласта, кг/м³;

ρ – плотность полимера, кг/м³.

За окончательный результат принимается среднее арифметическое значение \bar{D} , полученных в разных местах блока (D_{cp}).

Коэффициент формы ячеек определяется после дополнительного подсчета количества ячеек на некоторой площади среза, параллельного направлению вспенивания. Расчет производится по формуле:

$$\alpha = \frac{S_1 \cdot n}{n_1 \cdot S},$$

где α – коэффициент формы ячеек;

S_1 – площадь среза, параллельного вспениванию, на которой производился подсчет ячеек;

n_1 – количество ячеек на поверхности S_1 ;

S и n – соответственно площадь и количество ячеек для среза, перпендикулярного вспениванию.

Если подсчет ячеек ведется на одинаковой по величине площади, то расчет упрощается и производится по формуле:

$$\alpha = \frac{n}{n_1}$$

Результаты измерений, полученные в различных местах образца усредняются.