

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ ПО
ДИСЦИПЛИНЕ
«ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПЛАСТИЧЕСКИХ МАСС»

Данные методические указания включают рекомендации по содержанию и выполнению самостоятельной работы по дисциплине «Технология получения пластических масс» 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 пластических масс».

Рассмотрены и одобрены на
заседании УМК направления
18.03.01 «Химическая технология»
Протокол №1 от 5.09.2016 г.
Рукописный фонд кафедры ХТ ВлГУ

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторные работы представленные в данном лабораторном практикуме предназначены для практического закрепления теоретических знаний, полученных студентами в курсе «Технология получения пластических масс».

Курс «Технология получения пластических масс» позволяет студентам получить знания по технологическим свойствам исходных полимеров и способам получения пластмасс.

Получение качественных изделий из пластмасс невозможно без знания характеристик исходного сырья - гранулометрического состава, насыпной плотности, плотности, степени кристалличности, текучести и целого ряда других не менее важных характеристик.

Другим фактором, влияющим на качество пластмассовых изделий, является состав полимерной композиции. В настоящее время все большее значение приобретает процесс модификации полимеров путем введения в их состав различных добавок как традиционных (пластификаторов, наполнителей), так и специального назначения, придающим пластмассам специфические свойства, например, негорючесть, антифрикционные или диэлектрические свойства и т.п. Эффективность этих добавок определяется не только и даже не столько их количеством, а качеством их смешения. Наиболее наглядным примером этого могут служить композиции на основе ПВХ. Свойства этих композиций в зависимости от состава, количества и качества смешения варьируются в очень широких пределах.

Практические навыки определения комплекса технологических и других характеристик полимеров и полимерных композиций студенты могут получить, выполнив лабораторные работы, приведенные в данном практикуме.

В процессе переработки термопластов проходят физические и физико-химические процессы структурообразования и формования и в частности: нагревание, плавление, стеклование и охлаждение; изменение объема и размеров при воздействии температуры и давления; деформирование, сопровождающееся развитием пластической (необратимой) и высокоэластичной деформации и ориентацией макромолекулярных цепей; релаксационные процессы; формирование надмолекулярной структуры, кристаллизация полимеров (кристаллизующихся); деструкция полимеров.

Эти процессы могут проходить одновременно и взаимосвязанно. Преобладающим будет только один процесс на определенной стадии.

В процессе формования изделий полимер нагревают до высокой температуры, деформируют путем сдвига, растяжения или сжатия и затем охлаждают. В зависимости от параметров указанных процессов можно в значительной мере изменить структуру, конформацию макромолекул, а также физико-механические, оптические и другие характеристики полимеров.

Неоднородность свойств материала (по указанным причинам) не всегда допустима и часто приводит к браку (по нестабильности физических свойств, размеров, короблению, растрескиванию). Снижение неоднородности молекулярной структуры и внутренних напряжений удается достигнуть термической обработкой готового изделия. Однако более эффективно использование методов направленного регулирования структур в процессах переработки. Для этих целей в полимер вводят добавки, оказывающие влияние на процессы образования надмолекулярных структур и способствующие получению материалов с желаемой структурой.

Лабораторная работа № 1.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА, НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ И СЫПУЧЕСТИ МАТЕРИАЛОВ

Как правило, сыпучие материалы характеризуются неодинаковыми размерами отдельных частиц. Количественной мерой этой неоднородности и одновременно степени дисперсности служит гранулометрический состав сыпучего материала, который характеризует содержание частиц разных размеров в сыпучем материале и определяется, как правило, ситовым анализом.

Ситовой анализ применяется для материалов с размером частиц не менее 75-35 мкм. Его точность находится в пределах 0,5-1% и зависит от ошибок в отборе проб, колебаний в размерах ячеек сит и других факторов. Для ситового анализа применяется набор сит с различными размерами стороны ячейки (квадратной формы). Сита устанавливаются одно над другим так, что вверху располагаются сита с большим размером ячеек. В верхнее сито загружается сыпучий материал (100-200г), который рассеивается посредством колебаний набора сит с амплитудой около 100 мм и частотой 150 циклов в минуту. Сыпучий материал считается рассеянным, если при встряхивании в течение 1 минуты через сито проходит не более 1% порошка. По окончании рассеивания сыпучий материал распределится по ситам с различными размерами ячеек. При этом количество материала, находящееся на данном сите, характеризует содержание частиц с размерами, находящимися в интервале от d_i до d_{i-1}

где d_i и d_{i-1} – размер ячеек данного сита и сита, находящегося над ним, соответственно. Относительное содержание частиц данного размера (т.е. данной фракции) можно определить из соотношения

$$\omega_i = \frac{g_i}{g_0}, \quad (1)$$

где g_i – масса материала на данном сите;

g_0 – масса исходного материала, загруженного на верхнее сито.

Результаты ситового анализа удобно представлять графически в виде гистограммы. Насыпная плотность сыпучего материала характеризуется отношением массы этого материала g к занимаемому им объему V

$$\rho_n = \frac{g}{V}. \quad (2)$$

Определение этого параметра регламентируется ГОСТ 5689-74 и состоит в определении массы сыпучего материала, заполняющей цилиндрический объем известной величины. Сыпучесть материала на практике характеризуют весом порошка, истекающего через отверстие определенного диаметра за 1 минуту. В соответствии с ГОСТ 5689-74

рекомендуют, определять сыпучесть прессовочных фенольных порошков на стальной воронке, имеющей угол 40° и отверстие диаметром 10 мм. Величину сыпучести при этом можно определить из соотношения

$$C = \frac{g}{t}, \quad (3)$$

где g – исходная навеска материала в воронке, кг;

t – время высыпания материала из воронки, с.

Другим показателем, характеризующим сыпучесть материалов, является угол естественного откоса φ . Последний характеризуется величиной острого угла между образующей поверхностью свободно насыпанного порошка и горизонтальной плоскостью. Чем меньше величина φ , тем выше сыпучесть материала. С величиной φ однозначно связан коэффициент внутреннего трения сыпучего материала M , определяемый соотношением

$$M = tg\varphi \quad (4)$$

Величины φ и M часто используются при расчетах технологических процессов с участием сыпучих материалов и соответствующих видов оборудования.

ЦЕЛЬ РАБОТЫ: приобрести практические навыки определения показателей, характеризующих свойства сыпучих материалов: гранулометрического состава, насыпной плотности, сыпучести и угла естественного откоса.

ЗАДАНИЕ.

1. Ознакомиться с методами определения гранулометрического состава, насыпной плотности, сыпучести и угла естественного откоса сыпучих материалов, а также с конструкцией соответствующих приборов и оборудования.

2. Определить гранулометрический состав конкретного сыпучего материала, навеска – 200 г. Построить кривую распределения частиц материала по размерам.

3. Определить насыпную массу исходного материала, а также отдельных фракций с определенным размером частиц (для тех фракций, масса которых достаточна для проведения данного испытания).

4. Определить сыпучесть исходного материала, а также отдельных фракций (для тех фракций, масса которых достаточна для проведения данного испытания).

5. Определить угол естественного откоса для исходного материала, а также отдельных фракций (для тех фракций, масса которых достаточна для проведения испытания).

6. Выполнить обработку и анализ полученных экспериментальных данных и составить отчет о работе.

ПРИБОРЫ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ: установка для ситового анализа, приспособление для определения насыпной плотности, весы (точность 0,1 г), приспособление для определения сыпучести, секундомер, приспособление для определения угла естественного откоса, исследуемый сыпучий материал (пресс-порошок, порошок термопласта), стаканы лабораторные.

Установка для ситового анализа включает набор сит с различными размерами ячеек и механическое встряхивающее устройство с электроприводом. Сита устанавливаются на встряхивающем устройстве по мере увеличения размера их ячеек (сверху сита с самыми крупными ячейками), закрываются крышкой и ремнем. Схемы приспособления для определения насыпной плотности, сыпучести, угла естественного откоса приведены на рис.1, 2, 3.

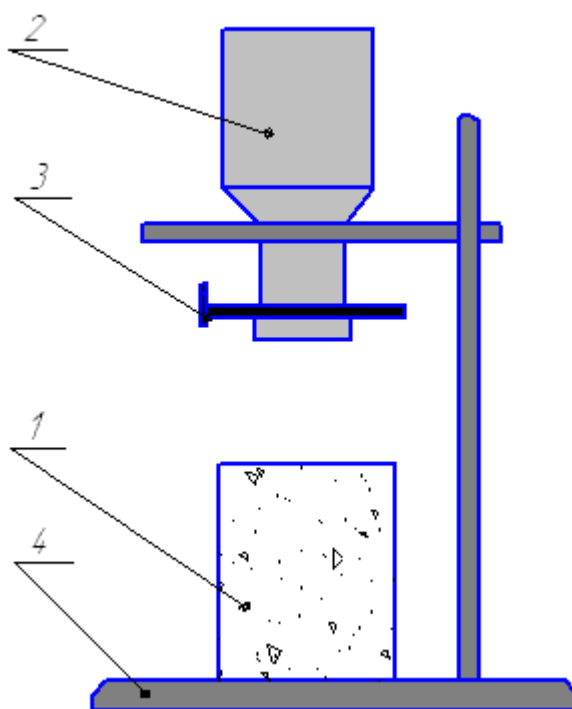


Рис.1. Схема приспособления для определения насыпной плотности сыпучих материалов: 1-измерительный цилиндр ($V=100 \text{ см}^3$); 2-загрузочная воронка; 3-заслонка; 4-штатив

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ.

1.Получить у лаборанта необходимые оборудование и материалы.

2.Пользуясь лабораторными весами, приготовить навеску сыпучего материала (200 г). Емкость, в которой готовится навеска, должна быть сухой.

Рис. 2. Схема приспособления для определения сыпучести материалов: 1 – лабораторный стакан; 2 – воронка; 3 – штатив.

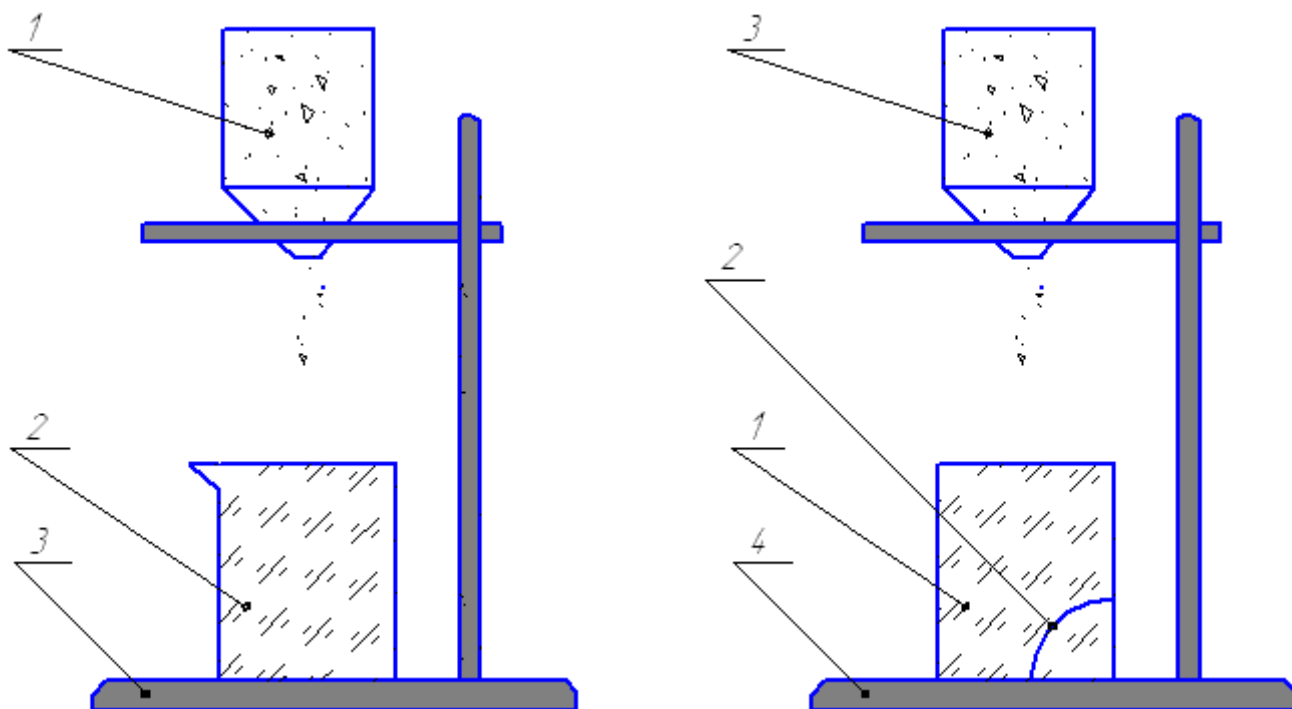


Рис. 3. Схема приспособления для определения угла естественного откоса сыпучих материалов: 1 – коробка из прозрачного материала (100x100x100 мм); 2 – указатель угла откоса материала; 3 – воронка; 4 – штатив.

3.Проверить установку для ситового анализа, при необходимости очистить сита, установить их в необходимой последовательности. Поместить исходную навеску на верхнее сито, закрыть сито крышкой, закрепить набор сит на встряхивающем устройстве ремнем. Включить встряхивающее устройство. Рассев вести не 30 минут.

4.Освободить сита, перенести материал с каждого из сит в предварительно взвешенные с точностью до 0,1 г лабораторные стаканы (стаканы обозначить в соответствии с размером ячеек сит). Взвесив стаканы с материалом, определить вес стакана материала на каждом сите.

5.Подготовить к работе приспособление для определения насыпной плотности (см. рис. 1). Воронку 2, укрепленную на штативе 4, установить вертикально, следя за тем, чтобы ее нижнее отверстие находилось над измерительным цилиндром 1 на расстоянии 20-30 мм и соосно с ним. При закрытом нижнем отверстии в воронку засыпают испытываемый материал в количестве 110-120 см³ и, открыв нижнее отверстие воронки, дают материалу сыпаться в измерительный цилиндр. После заполнения измерительного

цилиндра для удаления излишка материала по его верхней части провести линейкой. Взвесить содержимое измерительного цилиндра с точностью до 0,1 г. Указанные измерения выполнить 3 раза для исходного сыпучего материала и для отдельных фракций материала, подвергнутого ситовому анализу (для фракций, где количество материала достаточно для проведения испытания).

6. Подготовить к работе приспособление для определения сыпучести материалов (см. рис. 2), установить воронку строго вертикально, засыпать в воронку 1 навеску материала (100 ± 2 г). Открыть выходное отверстие воронки, секундомером определить время высыпания материала из воронки, при этом следить за тем, чтобы материал высыпался равномерно. Указанные измерения провести 3 раза. Если время систематически увеличивается от испытания к испытанию, то сыпучесть можно характеризовать первым из трех результатов. Указанное определение провести для исходного материала и отдельных фракций материала, подвергнутого ситовому анализу (для фракций, где количество материала достаточно для проведения испытания).

7. Подготовить к работе приспособление для измерения угла естественного откоса (см. рис. 3). В рабочем положении воронка 3 должна находиться над левым передним углом коробки 1. При закрытом выходе воронки осторожно засыпать в нее около 100 г испытываемого материала, после чего открыть выход воронки и дать материалу высыпаться в коробку. Выход воронки необходимо закрыть в тот момент, когда первые крупинки достигнут правого переднего края коробки, при этом следует тщательно избегать сотрясений и вибраций коробки. Угол естественного откоса ϕ определяется точкой пересечения дуги транспортера с линией, проведенной на передней стенке коробки вдоль образующей поверхности порошка между нижним правым углом и наивысшей точкой образующей. Для удобства измерения к стенке коробки вдоль образующей прикладывают тонкую полоску плотной бумаги. Угол откоса измеряют три раза на одной и той же порции материала. Если величина ϕ систематически увеличивается от испытания к испытанию, то в расчет принимают результат первого измерения. Указанные измерения выполнить для исходного материала и для отдельных фракций материала, подвергнутого ситовому анализу (для фракций, где количество материала достаточно для проведения испытания).

8. Результаты экспериментальных измерений занести в таблицу в рабочем журнале.

Результаты определения свойств сыпучего материала

Размеры частиц материала по фракциям	Масса фракции, кг	Доля частиц данной фракции	Масса измерительного цилиндра $m_{изм.ц.}$ кг; с материалом	Насыпная плотность, кг/м ³	Время истечения материала через воронку, с	Сыпучесть, кг/с	φ , град
			1 2 3 ср		1 2 3 ср		1 2 3 ср

9. По окончании экспериментальной работы убрать рабочее место, сдать лаборанту оборудование, материалы, представить преподавателю записи в рабочем журнале.

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОБРАБОТКЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ И СОСТАВЛЕНИЮ ОТЧЕТА.

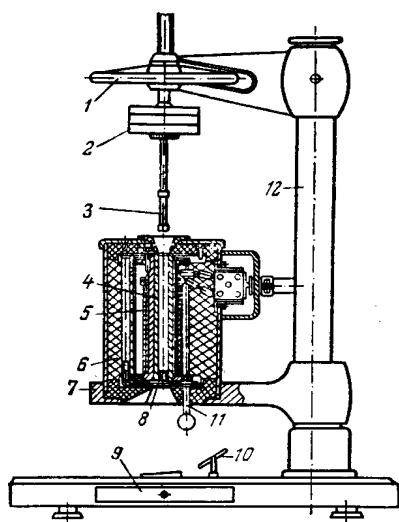
Обработка полученных экспериментальных данных должна включать:

1. Расчет относительной доли каждой из фракций из соотношения (3).
2. Оценку средних арифметических значений $m_{изм.}$, t и φ .
3. Расчет величин насыпной плотности ρ_n и сыпучести C из соотношений (2) и (3); в соотношения (2) и (3) необходимо при этом подставить средние значения $m_{изм.ц.}$ и t .
4. Построение гистограммы зависимости g_i / g_0 от d , характеризующей гранулометрический состав материала.

Лабораторная работа № 2.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСПЛАВОВ ТЕРМОПЛАСТОВ.

Для снятия кривых течения рекомендуется использовать капиллярный вискозиметр типа ИИРТ (рис. 1).



За стационарную скорость погружения поршня принимают среднее арифметическое значение установившейся скорости трех измерений, проведенных в одних и тех же условиях. Скорость сдвига (в с^{-1}) определяют по формуле

$$\gamma = 4 Q / \pi r^3$$

где Q – расход материала, $\text{м}^3/\text{с}$ ($Q = \pi R^2 h$, здесь h – стационарная скорость погружения поршня, $\text{м}/\text{с}$; R – радиус цилиндра, м); r – радиус капилляра, м .

Отсюда

$$\gamma = 4 R^2 h / r^3$$

Для определения истинного значения напряжения сдвига необходимо учитывать входные потери в капилляре. Для этого строят график зависимости $Q = f(P)$ при $L/D = \text{const}$ (рис.)

Рис. 3. Зависимость расхода расплава термопласта от нагрузки для капилляров одинакового диаметра и различной длины ($L_2 > L_1$).

Рис. 4. Зависимость величины нагрузки, необходимой для поддержания постоянного расхода расплава Q от длины капилляра: P_1 – давление, необходимое для обеспечения расхода через капилляр длиной L_1 ; P_2 – то же, через капилляр длиной L_2 ; $P_{\text{вх}}$ – входные потери.

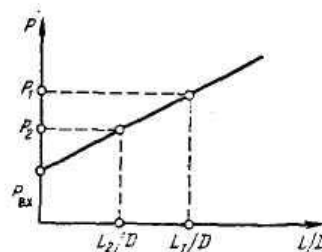
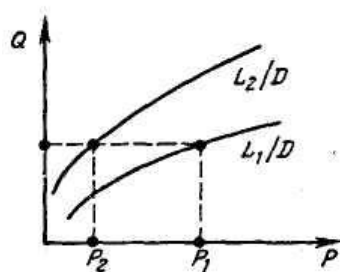
Принимая, что усилие, необходимое для обеспечения определенного расхода, пропорционально длине капилляра, по найденным значениям строят график в координатах $P - L/D$ (рис.)

Полученные точки должны лежать на прямой. Отрезок, отсекаемый на оси ординат (при $L/D = 0$), соответствует поправке на входные потери $P_{\text{вх}}$. Значения поправок вносят в табл. 1.

Напряжение сдвига (в МПа) определяют по формуле

$$\tau = (P - P_{\text{вх}})r/2L\pi R^2$$

Эффективную вязкость (в $\text{Па}\cdot\text{с}$) определяют по формуле



$$\eta_{\text{эф}} = \tau / \gamma$$

На основании полученных результатов строят графики зависимостей $\tau = f(\gamma)$, $\eta = f(\gamma)$.

Для определения показателя n в реологическом уравнении $\tau^n = \eta dV/dx$ строят зависимость $Q = f(P)$ в логарифмических координатах. Константу n вычисляют как тангенс угла наклона полученной прямой

$$n = \lg Q_2 - \lg Q_1 / \lg P_2 - \lg P_1$$

По характеру полученных зависимостей судят о реологических свойствах расплава.