

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 УКАЗАНИЯ
ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
«ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ГЛАВЫ ОБЩЕЙ ХИМИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ»**

для студентов ВлГУ, обучающихся по направлению
**18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии,
нефтехимии и биотехнологии»**

Владимир – 2016 г.

Данные методические указания включают рекомендации по содержанию и выполнению лабораторных работ по дисциплине «Дополнительные главы общей химической технологии» для студентов направления 18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии» ВлГУ.

Методические указания составлены на основе требований ФГОС ВО и ОПОП направления 18.03.02. «Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии», рабочей программы дисциплины «Дополнительные главы общей химической технологии».

Рассмотрены и одобрены на
заседании УМК направления
18.03.02 «Энерго- и ресурсосберегающие
процессы в химической технологии,
нефтехимии и биотехнологии»
Протокол № 1 от 5.09.2016 г.
Рукописный фонд кафедры ХТ ВлГУ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

“ПОЛУЧЕНИЕ СТЕКЛА”

Данная работа представлена в учебном пособии автора УМКД Христофоровой И.А. "Общая химическая технология. Химико-технологические расчеты в процессах электролиза, синтеза материалов и химических реакторах": учебное пособие. Владимир: изд-во ВлГУ, 2012. – 51 с., которое представлено 72 экземплярами в библиотеке ВлГУ и электронной версией в электронной библиотеке по ссылке <http://e.lib.vlsu.ru/bitstream/123456789/2745/1/00273.pdf>.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

“ПОЛУЧЕНИЕ ПОРИСТОГО КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА”

Цель работы: знакомство с технологией получения пористых керамических материалов на основе глины и с методиками исследования керамики на физико-механические характеристики.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Керамические пористые материалы являются частью класса неорганических теплоизоляционных и фильтрационных материалов.

Способы придания керамическим материалам пористой структуры, можно свести к следующим:

- 1) введение в массу узкофракционированных зерен наполнителя при минимальном содержании керамической связки;
- 2) введение в массу пористого наполнителя - природного или искусственно полученного;
- 3) вспучивание в ходе термической обработки всей массы или отдельных компонентов;
- 4) введение в массу и последующее удаление (испарением, возгонкой, растворением, выжиганием), добавок, оставляющих поры.
- 5) вовлечение в суспензию или расплав воздуха и закрепление образующихся пузырьков;
- 6) образование и закрепление в суспензии или расплаве пузырьков газа за счет химических реакций взаимодействия или разложения вводимых добавок.

В данной лабораторной работе применен комплексный способ получения пористого материала - выжигание добавок и выделение газа за счет химической реакции. В процессе обжига добавки выгорают, образуя при этом в материале сплошные каналы (открытые и поры). В качестве химического компонента-газообразователя, который при повышенной температуре разлагается и выделяет газ, может являться доломит, мел и другие карбонаты, перекиси, силоксаны, органические соединения и др.

В качестве пластического материала для производства керамического пористого материала является *глина*. Глиной называется землистая минеральная масса, образующая с водой пластическое тесто, сохраняющее при высыхании приданную ему форму, а после обжига приобретающее твердость камня. Глина представляет собой продукт разрушения разнообразных горных пород и состоит из смеси различных материалов. Общая формула глин следующая:



Важную роль в композиционных материалах при производстве керамических пористых изделий играют *отошители*. Они снимают внутренние деформации в композиции, которые возникают при сушке и обжиге глины. Данные материалы имеют небольшую усадку и способны взаимодействовать с глиной. В качестве отошителей чаще всего используют песок, шамот, бой стекла и шлаки. Шамот - это глина, обожженная в шахтных печах при 600-1320 °С. Шамот $mAl_2O_3 \cdot nSiO_2$ получают в виде кусков, поэтому он подвергается дополнительному дроблению и расसेву. Шамот является очень эффективным отошителем. Он придает прочность и плотность материалу.

Газообразователями являются вещества, которые придают пористость материалу либо вследствие их выгорания, либо при термическом разложении химических ингредиентов. Ими могут быть карбонаты (мел, доломит, мрамор), уголь, органические вещества.

В данной работе применяется метод полусухого прессования образцов. Полусухое прессование используется в производстве изделий, где необходимо четкое сохранение форм и точных размеров. При данном методе прессования влажность прессуемой порошкообразной массы составляет от 8 до 14%. Прессование обеспечивает получение из рыхлой порошкообразной массы прочного, однородного сырца с определенными размерами и формой. При наложении давления на прессуемый порошок его зерна сближаются, при этом вытесняется воздух и идет уплотнение массы с уменьшением объема.

Основные физико-механические свойства керамические материалы приобретают в завершающей стадии технологического процесса - обжиге. В сырце при нагревании происходят сложные процессы тепло- и массообмена, физико-химического превращения, испарения

влаги, разложения и выгорания органических добавок и примесей, перекристаллизация и появление жидкой фазы. В результате таких процессов изделия приобретают необходимые механические и физико-химические свойства и тепловую стойкость.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1. Задание

1. Изучить теоретические основы данной работы [1 - 4], ознакомиться с оборудованием для получения пористой керамики полусухим прессовым методом и методикой проведения эксперимента.

2. Получить у преподавателя задание на проведение работы.

3. Найти в справочнике формулы и свойства ингредиентов.

4. Рассчитать массу компонентов, приготовить шихту. Отпрессовать изделие и провести обжиг.

5. Провести анализ полученной пористой керамики. Определить открытую пористость, плотность, водопоглощение, максимальный диаметр пор.

6. Рассчитать расходный коэффициент сырья для получения 1 кг керамического материала.

7. Составить отчет о работе.

2.2. Приборы, оборудование, материалы

Ступка для приготовления шихты, весы технические и аналитические, пресс-форма, пресс лабораторный, штангенциркуль, часы, пинцет, установка для определения размеров пор, стакан на 100 мл, подставка, проволочка, вакуумная установка, ингредиенты для получения керамики (глина, порообразователь, отощитель), вода дистиллированная.

2.3. Методика проведения эксперимента

2.3.1. Методика приготовления керамической шихты и изделия из нее

1) Ингредиенты композиции взвесить на технических весах в необходимых пропорциях из расчета навески 30 г. Шихту поместить в ступку и растереть пестиком до однородного состояния в течение 20 мин.

2) Из полученной шихты отобрать 3 г. и поместить в пресс-форму. **Предварительно внутренние поверхности пресс-формы смазать минеральным маслом!** Пресс-форму поместить в лабораторный пресс и при давлении прессования 200 атм. отпрессовать изделие. С помощью выталкивателей извлечь изделие из пресс-формы. Всего сделать два таких образца.

3) Произвести обжиг керамического материала при температуре 1000 °С.

2.3.2. Методики изучения свойств пористой пленки

1) *Определение максимального диаметра пор пористой пленки.*

Определение размеров пор в пористых материалах проводят по методу, основанному на продавливании сжатого газа через пористый материал, пропитанный смачивающей жидкостью. Установка для проведения анализа представлена на рис. 1.

Вырубным ножом диаметром 22 - 30 мм вырезают образец для испытания 5, пропитывают водой в течение 20 мин и укладывают на нижний фланец 2, накрывают резиновым кольцом 4, и на нее устанавливают ячейку 8. Крепежом 12 нижний фланец 2 соединяют с ячейкой, в которую заливают 50 мл дистиллированной воды. Установка готова к работе. Редуктором из баллона с азотом подается газ, давление которого измеряют образцовым манометром 11. Первый прорыв пузырьков воздуха (одна или две струи воздуха, проходящие через воду) фиксируют, и по показанию манометра отмечают давление P (по нему рассчитывают максимальный размер пор). Данные свести в табл. 1.

Максимальный размер пор определяется по формуле:

$$d_{max} = (4\sigma/P) \cdot \cos \theta \cdot 10^{-6}, [м]$$

где σ - поверхностное натяжение на границе раздела сред (вода - азот), Н/м; P - давление, Н/м²; $\cos \theta$ - косинус краевого угла смачивания θ .

Таблица 1

Давление P , Н	Поверхностное натяжение воды σ , Н/м	Максимальный диаметр пор, м · 10 ⁻⁶

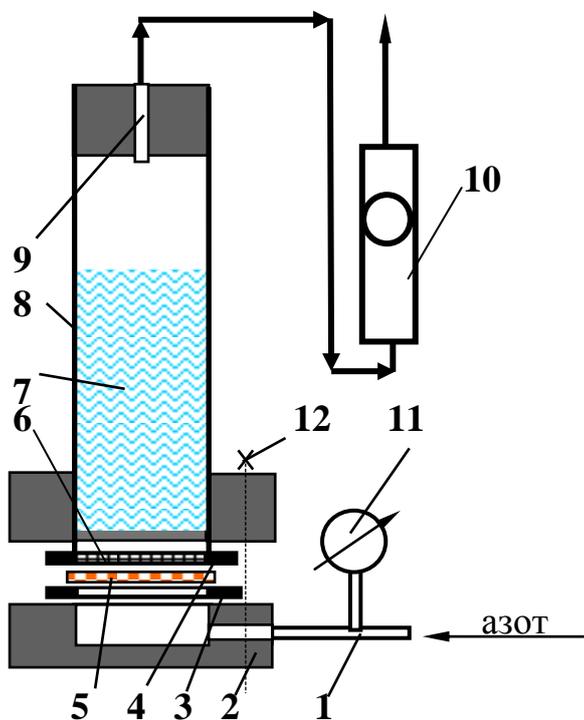


Рис.1. Схема установки для определения гетеропорозности пористого материала.

- 1 – штуцер для ввода азота;
- 2 – фланец;
- 3 – прокладка;
- 4 – кольцо резиновое;
- 5 – пористый материал;
- 6 – пористый дренаж;
- 7 – рабочая жидкость;
- 8 – корпус;
- 9 – штуцер отвода азота;
- 10 – ротаметр;
- 11 – манометр;
- 12 – крепеж.

2) *Определение водопоглощения, открытой пористости и кажущейся плотности керамического материала.*

Образец взвешивается на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Это будет масса $m_{\text{сух}}$. Затем образец помещается в стакан с водой, где при помощи вакуумной установки в течение 10 мин. поры материала насыщаются водой. Образец вынуть из стакана и предварительно отжатой тряпочкой удалить с его поверхности избыток жидкости. Затем образец взвесить ($m_{\text{вл}}$). Затем необходимо взвесить образец в погруженном состоянии в воде. Для этого над чашкой аналитических весов устанавливают подставку, на которую помещают стакан с водой. Образец подвешивают проволоочной петлей и помещают в стакан с водой. Верхний конец проволоки прикрепляют на крючок крепления чашки весов. Замеряют m_1 - это масса образца в воде + масса проволоки в воде. Чтобы получить истинный вес образца в воде необходимо отдельно взвесить проволоку в воде. Для этого необходимо освободить образец от проволоки и провести взвешивание проволоки в воде ($m_{\text{пров.}}$). Тогда истинный вес образца, взвешенного в воде, будет равен $m_{\text{в воде}} = m_1 - m_{\text{пров.}}$. Данные замеров сводят в табл. 2.

Водопоглощение B , открытую пористость P_0 и кажущуюся плотность ρ вычисляют по следующим формулам:

$$B = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{сух}}}{m_{\text{сух}}} 100\%, \quad P_0 = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{в воде}}}{m_{\text{сух}}} 100\%, \quad \rho = \frac{m_{\text{сух}} \gamma_{\text{ж}}}{m_{\text{вл}} - m_{\text{в воде}}},$$

где $\gamma_{\text{ж}}$ - плотность использованной жидкости, г/см³.

Таблица 2

Результаты определения кажущейся плотности, пористости и водопоглощения

$m_{\text{сух}}$, Г.	$m_{\text{вл}}$, Г.	m_1 , Г.	$m_{\text{пров.}}$, Г.	$m_{\text{в воде}}$, Г.	B , %	P_0 , %	ρ , г/см ³

2.3.3. *Определение расходного коэффициента*

При расчете расходного коэффициента сырья для получения 1 кг пористого керамического материала необходимо учитывать, что при повышенной температуре происходит ряд превращений:

- а) порообразователь выгорает полностью;
- б) разложение доломита:



2.4. Экспериментальные данные

Все полученные результаты по характеристикам пористой керамики свести в табл. 3.

Таблица 3

Свойства пористой керамики

Водопоглощение, %	Открытая пористость, %	Кажущаяся плотность, г/см ³	Максимальный диаметр пор, м.

Отчет должен включать в себя следующее:

Титульный лист.

Цель работы.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1. Задание

2.2. Приборы, оборудование, материалы.

2.3. Методика проведения эксперимента.

2.4. Экспериментальные данные.

2.5. Обработка экспериментальных данных.

3. ВЫВОД

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

Контрольные вопросы

1. Что такое керамика и где ее используют?
2. Какие специфические свойства отличают пористую керамику?
3. Какие ингредиенты входят в композицию для получения пористой керамики и какую роль они играют?
4. Какие способы получения пористой керамики существуют?
5. Расскажите методику приготовления композиции и получение из нее материала.
6. Какие свойства определяют у пористой керамики? Расскажите их методику.
7. Напишите реакции, которые идут при обжиге пористой керамики.
8. Каким образом рассчитают расходный коэффициент при производстве керамики?

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Христофорова И.А. Общая химическая технология. Химико-технологические расчеты в процессах электролиза, синтеза материалов и химических реакторах: учеб. Пособие / И.А. Христофорова; Владим. гос. ун-т. – Владимир: Изд-во ВлГУ, 2012. - 51 с. 72 экз. Электронная библиотека ВлГУ <http://e.lib.vlsu.ru/bitstream/123456789/2745/1/00273.pdf>
2. Лабораторный практикум по общей химической технологии : учебное пособие для вузов по направлениям и специальностям в области химической технологии / В. А. Аверьянов [и др.] ; под ред. В. С. Бескова .— Москва : Бинوم. Лаборатория знаний, 2010 .— 279 с. 10 экз.
3. Теоретические основы и технология переработки пластических масс: Учебник/В.Г.Бортников - 3изд. - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 480 с. ЭБС «Znanium» <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=450336>.
4. Общая технология силикатов: Учебник / Л.М. Сулименко. - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 336 с. ЭБС «Znanium» <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=456111>.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

“ПОЛУЧЕНИЕ ПОРИСТЫХ ПЛЕНОК ИЗ ПВХ И ИЗУЧЕНИЕ ИХ СВОЙСТВ”

Цель работы: знакомство с технологией получения пористых пленок методом желатинизации и с методиками исследования пленок на физико-механические характеристики.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Необходимость переработки в изделие плохо растворимого и нестойкого при нагревании поливинилхлорида обуславливает применение пластизолов.

Пластизоли, или полимерные пасты, представляют собой дисперсную систему, дисперсионной средой в котором является жидкость (смесь пластификаторов, разбавителей, модификаторов, порообразователей и др.), а дисперсной фазой - полимер. Пластизоли имеют высокую текучесть при больших напряжениях сдвига, для них характерна очень высокая вязкость, благодаря чему изготовленные изделия не теряют форму до затвердевания пластизоля. Отформованные изделия желатинизируют при нагревании, в результате чего пластизоль затвердевает во всем объеме без нарушения однородности системы. При этом происхо-

дит инверсия фаз: полимер и растворяющие его жидкости переходят в дисперсионную среду, а порообразователь - в дисперсную фазу.

Полимерные пасты обычно изготавливают из следующих компонентов: полимер, пластификатора или смесей пластификаторов, порообразователей и пигментов (для придания окраски). Для придания определенных свойств пластизолу в композицию вводят различные модифицирующие добавки [1].

Для приготовления паст применяется поливинилхлорид эмульсионных марок, у которого частицы полимера равномерно дисперсны, а также разброс размеров очень мал. Тип пластификатора определяют основные свойства, а также поведение паст в процессе изготовления и переработки. Наибольшее распространение получили сложные эфиры фталевой, фосфорной, адипиновой и себаценовой кислот. Пластификатор проникает в поры зерен полимера, за счет чего придает ему гибкость при низких температурах, а при высоких достаточную прочность. Порообразователь не должен растворять полимер ни при низких ни при высоких температурах, иначе пористая структура не сможет образоваться. При понижении температуры пластификатор остается в зернах полимера, а порообразователь находится между ними. После удаления порообразователя из изделия (например, выщелачиванием) и последующей его сушкой получается пористый материал, в порах которого находится воздух.

Следует отметить, что при методе желатинизации необходимо применение высококипящие пластификаторы, а пигменты должны быть специально подобраны.

Желатинизация - это процесс набухания полимера в пластификаторе при повышенной температуре с последующей взаимодиффузией макромолекул соседних частиц. Процесс набухания частиц ПВХ развивается во времени и протекает в три стадии. На первой стадии пластификатор мигрирует в поверхностные слои частицы ПВХ. По прошествии определенного времени процесс набухания поверхностного слоя прекращается и наступает вторая стадия миграции пластификатора - из внешних слоев во внутренние области. После заполнения свободных объемов макроструктуры частицы, наступает третья стадия - миграция пластификатора в свободные объемы надмолекулярных структур. При этом внутренние области начинают набухать и частицы резко увеличиваются в объеме. При формовании пористых изделий необходим специальный подбор порообразователя, которым возможно регулировать размер пор изделия.

На свойства пористых пленок, полученных методом желатинизации, оказывает влияние тип и размеры частиц полимера, природа и качество вводимых компонентов, температурно-временной режим желатинизации, вид подложки на которую формируется пластизол.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1. Задание

1. Изучить теоретические основы данной работы [1, 2], ознакомиться с оборудованием для получения пористых изделий методом желатинизации и методикой проведения эксперимента.
2. Получить у преподавателя задание на проведение работы.
3. Найти в справочнике формулы и свойства ингредиентов.
4. Рассчитать массу компонентов, приготовить пластизоль. Сформовать пленку и провести желатинизацию.
5. Провести анализ полученной пористой пленки. Определить открытую пористость, плотность, физико-механические характеристики, максимальный диаметр пор.
6. Рассчитать расходный коэффициент сырья для получения 1 м² мембраны.
7. Составить отчет о работе.

2.2. Приборы, оборудование, материалы

Емкость для приготовления пластизоля, стеклянная палочка, весы технические и аналитические, термошкаф, металлическая форма, поддон, штангенциркуль, стакан на 100 мл, разрывная установка с ручным приводом, вырубной нож, винтовой ручной пресс, ракля, ножницы, часы, пинцет, установка для определения размеров пор, ингредиенты для получения пластизоля (ПВХ марки Е6602С; пластификатор; порообразователь; модификатор), вода дистиллированная.

2.3. Методика проведения эксперимента

2.3.1. Методика приготовления пластизоля и изделия из него

- 1) Ингредиенты из расчета 50 г. взвешиваются на технических весах в емкость для приготовления пластизоля. Затем при помощи палочки пластизоль перемешивается до однородной массы (**комочки не допустимы**).
- 2) Готовый пластизоль выливают в металлическую форму, уровень пластизоля регулируют раблей.
- 3) Сформованную пленку дегазировать в течение 15 мин на воздухе.
- 4) Форму помещают на поддон, а поддон с формой в термошкаф. Температурно-временной режим задается преподавателем.
- 5) По истечении необходимого времени форму извлечь из термошкафа и охладить до комнатной температуры (**в вытяжном шкафу!**).
- 6) Пленку отмыть от порообразователя в проточной холодной воде в течение 20 мин.

7) Высушить пленку до постоянного веса.

2.3.2. Методики изучения свойств пористой пленки

1) Определение открытой пористости.

Открытая пористость $W_{\text{ОТКР}}$, % определяется путем взвешивания сухого и влажного образца. Из пленки вырезается ножницами пластина произвольного размера и взвешивается на аналитических весах с точностью 0,001 г. Это будет масса сухого образца $m_{\text{сух}}$. Затем образец помещается в стаканчик с дистиллированной водой и постоянно помешивая выдерживается 20 мин. Этого времени достаточно для пропитки пор водой. Далее образец пинцетом достается из воды, встряхивается от остаточной воды, и опять взвешивается на аналитических весах. Это будет масса влажного образца $m_{\text{вл}}$. Данные свести в табл. 1. Расчет открытой пористости ведут по следующей формуле:

$$W_{\text{ОТКР}} = \frac{\frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{сух}}}{\rho_{\text{сж}}}}{\frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{сух}}}{\rho_{\text{сж}}} + \frac{m_{\text{сух}}}{\rho_{\text{ПВХ}}}} \cdot 100\% ,$$

где $m_{\text{сух}}$ и $m_{\text{вл}}$ - соответственно масса сухого и влажного образца, г.; $\rho_{\text{сж}}$ - плотность смачивающей жидкости г/см³; $\rho_{\text{ПВХ}}$ - плотность ПВХ, г/см³.

Таблица 1

Определение открытой пористости пленки

$m_{\text{вл}}$, Г.	$m_{\text{сух}}$, Г.	$\rho_{\text{сж}}$, Г/см ³	$\rho_{\text{ПВХ}}$, Г/см ³	W, %

2) Определение физико-механических характеристик.

Из пористой пленки вырезать вырубным стандартным ножом образец. Провести замеры ширины S лопатки и ее толщины δ . На разрывной установке (рис. 1) определить разрывное усилие и удлинение образца: лопатка 4 помещается между левым и правым зажимами 3, отмечаются замеры l_0 и l_1 . Стрелка динамометра 2 должна быть на нулевой отметке. Затем при помощи редуктора 6 начинают вращать по часовой стрелке рукоятку привода 7. Вращение проводят до тех пор пока лопатка не разорвется. По динамометру 2 замерить разрывное усилие P , а по шкале 5 изменение образца от первоначального l_2 (по правому зажиму 3). Данные свести в табл. 2. Расчет произвести по формулам:

$$\sigma = \frac{P}{S\delta} \cdot 10^{-1} \text{ [МПа]}; \quad \varepsilon = \frac{l_2 - l_1}{l_1 - l_0} \cdot 100\%,$$

где σ - прочность при разрыве, МПа; P - разрывное усилие (определяется по шкале динамометра), кг; S - толщина лопатки, см; δ - толщина лопатки, см; l_0 - замер по шкале 5 (рис. 1) по левому зажиму 3; l_1 - замер по шкале 5 (рис. 1) по правому зажиму 3; l_2 - замер по шкале 5 (рис. 1) по правому зажиму 3 после испытаний (после разрыва образца); ε - относительное удлинение, %.

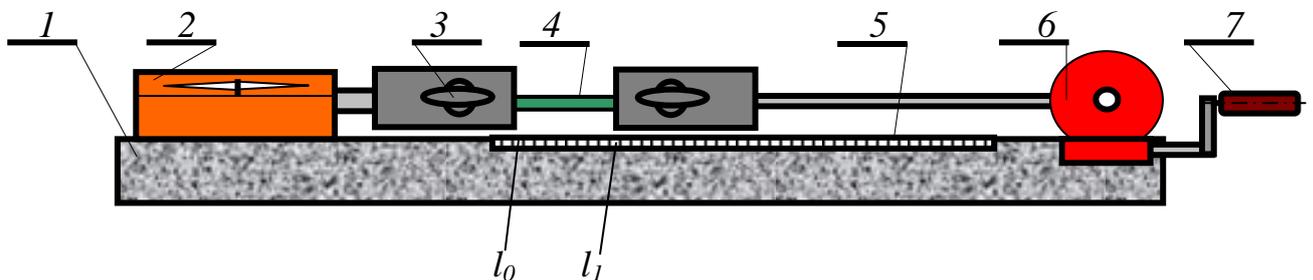


Рис. 1. Разрывная установка с ручным приводом: 1 - основание; 2 - динамометр; 3 - зажим; 4 - образец; 5 - шкала замера удлинения; 6 - червячный редуктор; 7 - рукоятка привода.

Таблица 2

Прочностные характеристики пористой пленки

S , см	δ , см	P , кг	σ , МПа	l_0 , мм	l_1 , мм	l_2 , мм	ε , %

3) *Определение максимального диаметра пор пористой пленки.*

Определение размеров пор в пористых материалах проводят по методу, основанному на продавливании сжатого газа через пористый материал, пропитанный смачивающей жидкостью. Установка для проведения анализа представлена на рис. 2.

Вырубным ножом диаметром 22 - 30 мм вырезают образец для испытания 5, пропитывают водой в течение 20 мин и укладывают на нижний фланец 2, накрывают резиновым кольцом 4, и на нее устанавливают ячейку 8. Крепежом 12 нижний фланец 2 соединяют с ячейкой, в которую заливают 50 мл дистиллированной воды. Установка готова к работе. Редуктором из баллона с азотом подается газ, давление которого измеряют образцовым манометром 11. Первый проскок пузырьков воздуха (одна или две струи воздуха, проходящие через воду) фиксируют, и по показанию манометра отмечают давление P (по нему рассчиты-

вают максимальный размер пор). Данные свести в табл. 3.

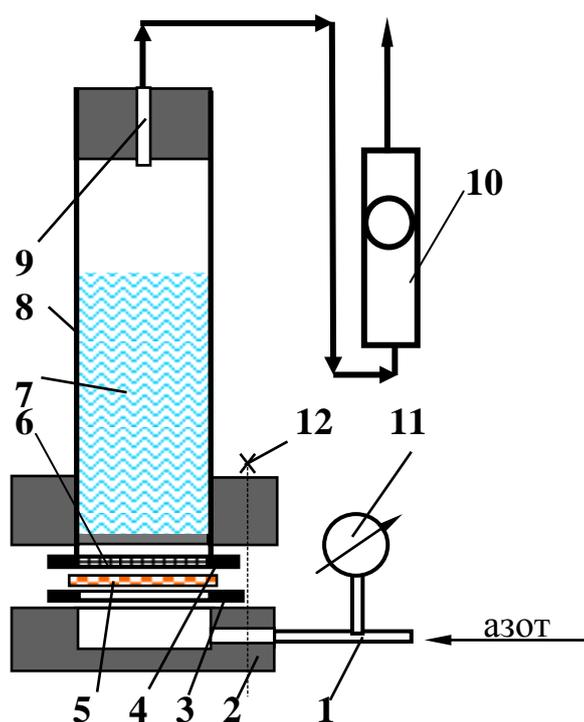


Рис.2. Схема установки для определения гетеропорозности пористого материала.

- 1 – штуцер для ввода азота;
- 2 – фланец;
- 3 – прокладка;
- 4 – кольцо резиновое;
- 5 – пористый материал;
- 6 – пористый дренаж;
- 7 – рабочая жидкость;
- 8 – корпус;
- 9 – штуцер отвода азота;
- 10 – ротаметр;
- 11 – манометр;
- 12 – крепеж.

Максимальный размер пор определяется по формуле:

$$d_{max} = (4\sigma/P) \cdot \cos \theta \cdot 10^{-6}, [м]$$

где σ - поверхностное натяжение на границе раздела сред (вода - азот), Н/м; P - давление, Н/м²; $\cos \theta$ - косинус краевого угла смачивания θ .

Таблица 3

Давление P , Н/м ²	Поверхностное натяжение воды σ , Н/м	Максимальный диаметр пор, м · 10 ⁻⁶

4) *Определение плотности пористой пленки.*

Определяется по стандартной весовой методике. Данные свести в табл. 4.

Таблица 4

Масса m , г.	Объем V , см ³	Плотность ρ , г/см ³

2.4. Экспериментальные данные

Все полученные результаты по характеристикам пористой пленки свести в табл. 5.

Свойства пористой пленки на основе ПВХ

Прочность при разрыве, МПа	Относительное удлинение, %	Плотность, г/см ³	Открытая пористость, %	Максимальный диаметр пор, м

Отчет должен включать в себя следующее:

Титульный лист.

Цель работы.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1. Задание

2.2. Приборы, оборудование, материалы.

2.3. Методика проведения эксперимента.

2.4. Экспериментальные данные.

2.5. Обработка экспериментальных данных.

3. ВЫВОД

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

Контрольные вопросы

1. Что такое мембраны и где их используют?
2. Какие специфические свойства отличают пористые материалы от других изделий на основе полимеров?
3. Какие ингредиенты входят в композицию для получения пористых пленок и какую роль они играют?
4. Каков механизм пластификации полимеров?
5. Перечислите особенности формования пористых пленок через желатинизацию.
6. Как влияет каждый из компонентов пластизоля на свойства изделия?
7. Как влияет температурно-временной режим на свойства пленок?
8. Расскажите методику приготовления пластизоля и получения пористой пленки из него.
9. Какие свойства определяют у пористых пленок? Расскажите методику определения физико-механических свойств.
10. Расскажите методику определения плотности и открытой пористости.

11. Расскажите методику определения максимального размера пор.
12. Каким образом рассчитываются теоретический и практический расходные коэффициенты?

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Христофорова И.А. Общая химическая технология. Химико-технологические расчеты в процессах электролиза, синтеза материалов и химических реакторах: учеб. Пособие / И.А. Христофорова; Владим. гос. ун-т. – Владимир: Изд-во ВлГУ, 2012. - 51 с. 72 экз. Электронная библиотека ВлГУ <http://e.lib.vlsu.ru/bitstream/123456789/2745/1/00273.pdf>
2. Лабораторный практикум по общей химической технологии : учебное пособие для вузов по направлениям и специальностям в области химической технологии / В. А. Аверьянов [и др.] ; под ред. В. С. Бескова .— Москва : Бинوم. Лаборатория знаний, 2010 .— 279 с. 10 экз.
3. Теоретические основы и технология переработки пластических масс: Учебник/В.Г.Бортников - 3изд. - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 480 с. ЭБС «Znanium» <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=450336>.
4. Общая технология силикатов: Учебник / Л.М. Сулименко. - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 336 с. ЭБС «Znanium» <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=456111>.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

“ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОНАПОЛНЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПВХ”

Цель работы: знакомство с технологией получения высоконаполненных изделий из поливинилхлорида по прессовой технологии и с методиками исследования физико-химических и физико-механических свойств.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Полимерные материалы на основе поливинилхлорида составляют около 25% всего мирового производства пластических масс. Широкое распространение этих материалов обусловлено их сравнительно низкой стоимостью, хорошими физико-химическими характеристиками, химической стойкостью, прекрасной способностью к модификации различными полимерами и добавками, а также возможностью получения из них изделий практически всеми известными способами переработки.

Пенопласты на основе поливинилхлорида по объему производства занимают третье место в мире после пенополиуретана и полистирола [1].

Сырьем для получения высоконаполненного поливинилхлорида служат:

1. Поливинилхлорид.

Поливинилхлорид представляет собой высокомолекулярный продукт полимеризации винилхлорида. Это термопластичный полимер с температурой стеклования $70 - 80^{\circ}\text{C}$ и температурой вязкого течения в зависимости от молекулярного веса $150 - 200^{\circ}\text{C}$. Степень полимеризации промышленных марок поливинилхлорида колеблется от 400 до 1500. Структурная формула $(-\text{CH}_2-\text{CHCl}-)_n$, где $n = 100$ ч 250 , представляет собой твердый продукт белого цвета, преимущественно линейного строения. Степень кристалличности поливинилхлорида может достигать в зависимости от метода полимеризации и способа получения 10-35%. Теоретическое содержание хлора в поливинилхлориде составляет 56,8%, хотя в промышленных образцах его содержание несколько ниже за счет частичного дегидрохлорирования в процессе полимеризации. Весовая доля кристаллической фазы в промышленном поливинилхлориде мала и не превышает 10%. Молекулярная масса и молекулярно-массовое распределение поливинилхлорида оказывает большое влияние на объемный вес и свойства получаемого пенопласта. При уменьшении молекулярного веса снижается разрывная прочность полимера, что затрудняет получение материалов с низким объемным весом и необходимыми прочностными показателями [1].

2. Пластификаторы. Трудность получения пенопластов на основе поливинилхлорида определяется двумя факторами: низкой температурой термической деструкции поливинилхлорида и недостаточно высокой текучестью полимера ниже этой температуры. Ввиду этого для получения вспененных поливинилхлоридов необходимо готовить исходные композиции, содержащие пластификаторы, а также реакционные мономеры или олигомеры, смазки и т.д., облегчающие формование пенопласта и придающие готовому материалу или изделию необходимый комплекс свойств. Такие пластичные композиции, представляющие собой концентрированные дисперсии полимера в органических жидкостях, носят название пластизолой [2]. Особо важное значение для переработки и применения поливинилхлорида имеет совместимость его с пластификаторами. Совместимость пластификатора с поливинилхлоридом, т.е. способность полимера образовывать раствор в пластификаторе, определяется химическим составом и строением пластификатора. По совместимости с поливинилхлоридом пластификаторы делятся на три группы: первую, вторую и группу “модификаторов”, обладающих лишь некоторым пластифицирующим действием. Пластификаторы первой группы (“истинные” пластификаторы) включают вещества, практически неограниченно совмещаю-

щиеся с поливинилхлоридом (диоктилфталат, дибутилфталат, триксилилфосфат). Пластификаторы второй группы хуже совмещаются с поливинилхлоридом, но они придают ему некоторые специальные свойства, в частности стойкость к воздействию низких температур, и обычно применяются в сочетании с пластификаторами первой группы (полипропиленсебацинат, триоктилфосфат и др.). “Модификаторы” (хлорированные воски и высококипящие ароматические фракции нефти) не совмещаются с поливинилхлоридом. Они вводятся в полимер лишь в присутствии “истинных” пластификаторов.

3. Наполнители. Наполнители поливинилхлоридных композиций используются для модификации свойств и снижения стоимости пенопластов. Но введение волокнистых наполнителей увеличивает долю открытых газоструктурных элементов, вызывая “дополнительную” утечку вспенивающего газа из системы и, следовательно, снижая кратность вспенивания.

Для изготовления высоконаполненного материала используют прессовый метод.

Главными показателями материалов являются плотность, ударная вязкость, водопоглощение.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1. Задание

1. Изучить теоретические основы данной работы [1, 2], ознакомиться с оборудованием и методикой проведения эксперимента.

2. Получить у преподавателя допуск к работе и задание на проведение лабораторной работы (ингредиенты композиции, их пропорции, технологические параметры изготовления материала). Найти в справочнике формулы и свойства ингредиентов.

3. В соответствии с заданием провести эксперимент по получению высоконаполненного материала из поливинилхлорида.

4. Провести определение свойств готового материала.

5. Определить расходный коэффициент сырья для получения 1 кг изделий

6. Составить отчет о работе и защитить его.

2.2. Приборы, оборудование, материалы

Пресс лабораторный, пресс-форма для получения заготовки, стаканчик палочка для перемешивания, весы технические, термошкаф, штангенциркуль, ингредиенты для получения материала.

2.3. Методика проведения эксперимента

2.3.1. Приготовление композиции и получение образцов

Изделия из полимербетонов получают прессовым методом. Просушенные ингредиенты (ПВХ, наполнитель) взвешиваются в нужных пропорциях. К песку добавляются жидкие компоненты (модификаторы, пластификаторы) в необходимых количествах и проводится перемешивание вручную в стаканчике. Затем добавляется ПВХ и вся композиция перемешивается до однородной массы. Процесс перемешивания происходит при комнатной температуре. Форма наполняется готовой композицией, уплотняется или прессуется при удельном давлении 20,0 МПа (если наполнитель песок). Далее отпрессованный образец помещается в термошкаф марки СНОЛ 3,5.3,5.3,5/3,5-И4М при температуре 160 °С при включенном вентиляторе в течение различного времени на термообработку. Охлажденные изделия извлекаются из формы, проводится механическая обработка и испытываются на физико-механические характеристики по стандартным и известным методикам.

2.3.2. Методика испытания образцов на физико-механические свойства

Ударная прочность определялась по ГОСТ 4647-80. Образцы должны соответствовать следующим стандартам: длина 120 ± 2 мм, ширина $15 \pm 0,5$ мм, толщина $10 \pm 0,5$ мм. Расстояние между опорами при таких размерах образцов должно составлять 70 мм. Испытания проводились на маятниковом копре марки КМ-0,5 (см. рис. 1).

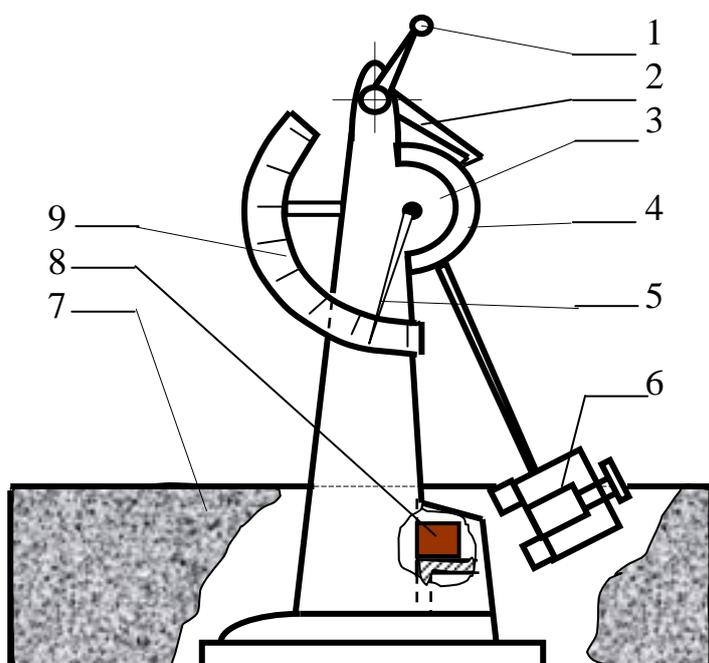


Рис. 1. Копер маятниковый КМ:

- 1 – ручка пускового механизма;
- 2 – крючок пусковой;
- 3 – стойка;
- 4 – колесо пусковое;
- 5 – стрелка;
- 6 – молоток маятника;
- 7 – кожух защитный;
- 8 – испытываемый образец
- 9 – шкала

Перед испытаниями подготовить копер к измерению: проверить правильность установки опор, соответствие шкалы типу молота, проверить копер на холостом ходу. Для этого,

не устанавливая на опоры образец, поднять маятник 6 в верхнее положение и закрепить его в этом положении пусковым крючком 2 с ручкой 1; установить указательную стрелку прибора 5 на отметку «ноль» шкалы; освободить поворотом ручки 1 маятник.

Установить маятник прибора в положение угла подъема 94° и закрепить его пусковым крючком 2 с ручкой 9, установить стрелку прибора на нулевую отметку, а испытуемый образец – на опоры маятникового копра. Поворотом ручки 1 освободить маятник, разрушить образец. Если образец не разрушается, заменить молот или увеличить угол подъема маятника. Работа A , затраченная на разрушение образца, определяется из соотношения:

$$A = E_1 - E_2 = mg(h_1 - h_2),$$

где E_1 – потенциальная энергия маятника до удара, Дж; E_2 – потенциальная энергия маятника до удара, Дж; m – масса маятника, кг; g – ускорение свободного падения, м/с^2 ; $h_1 - h_2$ – разность отклонения стрелки копра от первоначальной.

Значение ударной прочности (кДж/м^2) определяется отношением величины A к площади поперечного сечения образца S :

$$a = A/S = 10^{-4} \cdot A/b \cdot h,$$

где b – ширина образца, м; h – высота образца, м.

Метод определения плотности материала

Плотность полимербетонов определяется по ГОСТ 12730.1-78. Отобранная для испытания серия образцов взвешивается с погрешностью не более 0,1 %. Объем образцов правильной формы вычисляют по их геометрическим размерам. Размеры образцов определяют с помощью штангенциркуля с погрешностью не более 1 мм. Вычисления округляют до 1 кг/м^3 .

Плотность образца ρ (кг/м^3) вычисляют по формуле:

$$\rho = \frac{m}{V},$$

где m – масса образца, кг; V – объем образца, м^3 .

Методика определения водопоглощения материалов

Определение водопоглощения материалов проводят по ГОСТ 12730.3-78. Отобранная для испытания серия образцов взвешивается с погрешностью не более 0,1 %. Образцы помещают в емкость, наполненную водой с таким расчетом, чтобы уровень воды в емкости был выше уровня уложенных образцов примерно на 50 мм. Температура воды должна соответствовать 20 ± 2 °С. Взвешивание образцов проводят через 24 часа. Перед взвешивани-

ем образцы вытирают отжатой влажной тканью. Водопоглощение по массе W_M (%) рассчитывают по следующей формуле:

$$W_M = \frac{m_c - m_B}{m_c} \cdot 100\%,$$

где m_c – масса высушенного образца, г; m_B – масса водонасыщенного образца, г.

2.3.3. Определение расходного коэффициента

При расчете расходного коэффициента сырья для получения 1 кг материала необходимо учитывать, что при повышенной температуре не происходит химических реакций.

Также при расчете практического расходного коэффициента необходимо учесть производственные потери (2-5 %).

Отчет должен включать в себя следующее:

Титульный лист.

Цель работы.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.1. Задание

2.2. Приборы, оборудование, материалы.

2.3. Методика проведения эксперимента.

2.4. Экспериментальные данные.

2.5. Обработка экспериментальных данных.

3. ВЫВОД

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

Контрольные вопросы

1. Что такое ПВХ и высоконаполненные материалы из него?
2. Какие специфические свойства отличают ПВХ-материалы от других материалов на основе полимеров?
3. Какие ингредиенты входят в композицию для получения высоконаполненных материалов и какую роль они играют?
4. Расскажите методику приготовления композиции и получение изделия.
5. Какие свойства определяют у наполненных материалов? Расскажите методику их определения.

6. Каким образом рассчитываются теоретический и практический расходные коэффициенты?

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Христофорова И.А. Общая химическая технология. Химико-технологические расчеты в процессах электролиза, синтеза материалов и химических реакторах: учеб. Пособие / И.А. Христофорова; Владим. гос. ун-т. – Владимир: Изд-во ВлГУ, 2012. - 51 с. 72 экз. Электронная библиотека ВлГУ <http://e.lib.vlsu.ru/bitstream/123456789/2745/1/00273.pdf>

2. Лабораторный практикум по общей химической технологии : учебное пособие для вузов по направлениям и специальностям в области химической технологии / В. А. Аверьянов [и др.] ; под ред. В. С. Бескова .— Москва : Бинوم. Лаборатория знаний, 2010 .— 279 с. 10 экз.

3. Теоретические основы и технология переработки пластических масс: Учебник/В.Г.Бортников - 3изд. - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 480 с. ЭБС «Znanium» <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=450336>.

4. Общая технология силикатов: Учебник / Л.М. Сулименко. - М.: НИЦ ИНФРА-М, 2015. - 336 с. ЭБС «Znanium» <http://znanium.com/catalog.php?bookinfo=456111>.