**Лабораторные работы**

|  |  |
| --- | --- |
| № | Название лабораторных работ |
| 1 | Физические и химические свойства каучука. Сравнительная характеристика свойств каучука и резины. |
| 2 | Синтез катионобменной смолы на основе фенолсульфокислоты и формальдегида |
| 3 | Привитая сополимеризация каучука, проводимая методом передачи цепи |
| 4 | Экструзия термопластичных материалов |
| 5 | Определение технических свойств полимеров и параметров экструзии (ТОО «Спира Берга») |
|  | Определение технологических параметров полимерных материалов |
| 6 | Определение технологических параметров лакокрасочных материалов |
| 7 | Определение температуры фазового перехода полимеров. |

**Лабораторная работа №1**

**Физические и химические свойства каучука. Сравнительная характеристика свойств каучука и резины.**

**Цель занятия:** Изучение физических и химических свойств каучука.Сравнительный анализ природного каучука и резины

**Исходные материалы:** Натуральные каучуки, резина, бензин, бензол.

1. **Изучение внешнего вида каучука**

Бутадиенстирольный каучук: эластичный, имеет светло-коричневую окраску с красноватым оттенком, обладает слабым запахом стирола; бутадиеннитрильный каучук: эластичный, с желтой окраской, на воздухе постепенно окисляется в красный цвет; синтетический изопреновый каучук: темно-серая эластичная масса, без характерного запаха; бутилкаучук: эластичная черная липкая масса; полиизобутиленовый каучук: прозрачная эластичная масса белого или серого цвета, без запаха; силиконовый каучук: бесцветная очень липкая масса.

1. **Характер горения каучука (опыт проводят в вытяжном шкафу).**

Кусочек каучука тигельными щипцами вносят в пламя и изучают характер его горения. Все каучуки горят темно-желтым коптящим пламенем с выделением резкого запаха. При этом они размягчаются, и от размягченной части легко отделяются капли. В результате сгорания бутадиенстирольного (СКС) и бутадиеннитрильного (СНК) каучуков образуются остатки, легко рассыпающиеся в порошок. Силиконовый каучук (СКТ-термический) горит ярким светлым пламенем, выделяя белый дым, без копоти, при этом получается полая шаровидная масса, покрытая белым налетом. В отличие от всех каучуков, силиконовый и хлоропреновый прекращают гореть вне пламени.

1. **Отношение к кислотам и щелочам.**

Полоски каучуков помещают в пробирки с концентрированными, разбавленными кислотами (серная, азотная, хлороводородная) и щелочами (гидроксид натрия) и оставляют на сутки. После этого каучуки промывают водой и испытывают на растяжение. Результаты опытов даны в таблице 1.

В разбавленных кислотах и щелочах каучуки не претерпевают каких-либо изменений. На изобутиленовый и бутиловый каучуки не действуют также концентрированные кислоты и щелочи.

Следует учесть, что и резины соответствующих каучуков такое же действие оказывают кислоты и щелочи.

1. **Непредельный характер каучука.**

Палочкой переносят в пробирку немного вязкого раствора каучука( вязкий раствор каучука в бензоле) и туда же приливают вначале 1 мл бромной воды, энергично взбалтывают, затем подкисленного раствора перманганата калия. При этом происходит обесцвечивание бромной воды и раствора перманганата калия.

1. **Разложение каучука (опыт, проводят в вытяжном шкафу!).**

Кусочки натурального каучука помещают в пробирку (рис.1). При нагревании каучука образуются непредельные соединения, среди которых небольшой процент мономера- изопрена. При разложении получаются жидкие (темные) вещества, которые конденсируются в пробирке2, и парообразные вещества, в том числе и изопрен (имеет температуру кипения 34,1°С). Парообразные вещества скапливаются в пробирках 2 и 3. В пробирку 3 наливают 1-1,5 мл разбавленного(подкисленного) раствора перманганата калия (или бромной воды, но с ней опыт длится дольше), и во время опыта ее периодически взбалтывают. Опыт прекращают, когда cоберется немного конденсата в пробирке 2 и обесцветится жидкость в пробирке 3 (не рекомендуется приливать к жидким продуктам раствор перманганата или бромной воды, так как незаметно будет обесцвечивание).

Обесцвечивание растворов указывает на непредельный характер продуктов, образующихся при разложении каучука.

1. **Старение каучука и резины (действие кислорода воздуха, солнечных лучей).**

Тонкие полоски одинаковых размеров натурального каучука и резины в растянутом виде выставляют на две недели на дневной свет. Каучук постепенно разрушается, резина остается без изменений (разрушение ее происходит немного медленнее каучука).



Рис.1. Разложение натурального каучука при нагревании.

Таблица 1. + разрушился, - без изменении.

|  |  |
| --- | --- |
| Тип каучука | Действие кислот и щелочей при 18-20°С |
| Н2SO4(ρ=1,84) | HNO3(ρ=1,4) | Н2SO4(конц. 1:5) | HNO3(конц. 1:2) | HCl(ρ=1,19) | NaOH(20%) | NaOH(8%) |
| Натуральный | + | + | - | - | - |  | - |
| Бутадиенстирольный | + | + | - | - | - |  | - |
| Полиизобутиленовый | - | - | - | - | - |  | - |
| Бутадиеннитрильный | + | + | - | - | - |  | - |
| Бутилкаучук | - | - | - | - | - |  | - |
| Изопреновый синтетический | + | + | - | - | - |  | - |
| Силиконовый | + | + | - | - | + |  | - |
| Хлоропреновый | + | + | - | - | - |  | - |

Таблица 2. Характеристика каучуков и резины.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Образцы | Тип анализа 1 | Тип анализа 2 | Тип анализа 3 | Тип анализа 4 | Тип анализа 5 | Тип анализа 6 |
| Образец 1 |  |  |  |  |  |  |
| Образец 2 |  |  |  |  |  |  |
| Образец 3 |  |  |  |  |  |  |

**Задание:**

1. Представить полученные результаты в виде таблицы 2.

2. Написать реакции получения исследуемых образцов каучуков.

3. Написать реакцию определения непредельного характера каучука.

4. Написать реакцию разложения исследуемых каучуков.

**Лабораторная РАБОТА №2**

**СИНТЕЗ КАТИОНОБМЕННОЙ СМОЛЫ НА ОСНОВЕ ФЕНОЛСУЛЬФОКИСЛОТЫ И ФОРМАЛЬДЕГИДА**

**Реактивы**: Фенол

 Формалин (40%-ный)

 Серная кислота (конц.)

 Насыщенный раствор соды

**Оборудование**: трехгорлая колба емк. 250 мл с обратным холодильником, масляная баня, термометр на 250°С, фарфоровая чашка.

**Методика работы**

Трехгорлую колбу емкостью 250 мл, снабженную мешалкой, обратным холодильником и термометром, помещают на масляную баню. Затем включают мешалку и вливают в колбу 4,7 г предварительно расплавленного фенола и 0,3 мл концентрированной серной кислоты (малыми порциями). Смесь выдерживают 3 часа при температуре 95°С.

Полученную п-окси-бензолсульфокислоту охлаждают до 50 °С и переливают в химический стакан. Затем медленно, по каплям, осторожно при перемешивании вводят в стакан 4,15 мл 40% формалина. Температура смеси быстро повышается, содержимое стакана превращается в гель коричнево-красного цвета. Гель дробят на мелкие кусочки, нейтрализуют насыщенным раствором соды и отверждают в сушильном шкафу при 105 °С в течении 12 часов.

А) написать схему реакции;

Б) определить обменную емкость смолы.

**РАБОТАТЬ ПОД ТЯГОЙ!**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТИ ИОНООБМЕННОЙ СМОЛЫ**

Обменная емкость – один из основных показателей, характеризующих качество ионообменных материалов. Обменная емкость, которая выражается в Мг-экв на 1 г сухого ионита, определяется количеством активных ионогенных групп, входящих в состав ионита.

Существует два основных метода определения обменной емкости: статический и динамический. При статическом методе емкость (СОЕ) определяется в условиях, когда ионит находится в соприкосновении (постоянно) с раствором электролита. При динамическом методе раствор электролита непрерывно пропускают через слой ионита, находящегося в колонке. Для оценки качества ионита наиболее часто используется статический метод определения обменной емкости. Статическую обменную емкость выражают в Мг-экв. Поглощенного ионита на 1 г ионита.

**Ход определения**

**Реактивы**: 0,1 н раствор NaOH

 0,1 н раствор HCl,

 смешанный индикатор.

В плоскодонную колбу емкостью 250 мл отвешивают на аналитических весах 0,12 г катионита из расчета на сухой продукт Н-форме, приливают к нему из бюретки 200 мл 0,1 н NaOH и оставляют на сутки, время от времени перемешивая смесь. На следующий день катионит отфильтровывают от жидкой фазы, берут пипеткой 25 мл фильтрата т оттитровывают 0,1 н HCl, добавив несколько капель смешанного индикатора. Статическую обменную емкость (СОЕ) рассчитывают по формуле:

$$COE=\frac{\left(200-\frac{200}{25}aK\_{1}\right)∙0,0040∙1000}{g∙40}=\frac{200K-8aK\_{1}}{g∙10}$$

Где, а- количество 0,1 н HCl, израсходованного при титровании, мл;

К- поправка на нормальность 0,1 н растворов NaOH;

g- навеска катионита, г;

K1- поправка на нормальность 0.1 н раствора HCl.

Кроме смешанного индикатора можно использовать метиленовый оранжевый (метилоранж титруют до изменения окраски раствора от желтого до ярко-розового цвета).

**Лабораторная РАБОТА №3**

**Привитая сополимеризация каучука, проводимая**

**методом передачи цепи**

**Цель работы:** исследование реакции образования привитого сополимера, изменение конформации и физико-механических свойств образцов макромолекулы сополимера в зависимости от природы осадителя.

**Реактивы:**

4% - ый раствор натурального каучука в толуоле 12,5 мл

Метилметакрилат 7,5 мл

Динитрил азоизомасляной кислоты (ДАК) 0,0075 г

Этанол 50 мл

Ацетон 30 мл

Бензол 7,5мл

Бензин 40 мл

Инертный газ (аргон)

**Приборы и посуда:** Мешалка электрохимическая, водяная баня, ЛАТР, обратный холодильник с хлоркальциевой nрубкой, трехгорлая колба на 150 мл, стакан на 150 мл, колба однагорлая на 150 мл, чашки Петри 2 шт.

**Методика работы:**

В трехгорлую колбу-реактор наливают 12,5 мл 4%-ного раствора каучука в толуоле, 7,5 мл метилметакрилата и насыпают 0,0075 мг ДАК. Пускают ток инертного газа, включают мешалку и перемешивают смесь в течение 20 мин. Без нагревания при комнатной температуре. Затем реакционный раствор нагревают на водяной бане при 100°С в течение 1,5 ч., не прекращая перемешивания и подачи инертного газа. По окончании реакции отключают ток инертного газа, разбирают прибор и переливают реакционную смесь в стакан с 30 мл этанола. Отмечают, что при этом происходит. Осадку дают отстояться 7-10 мин., растворитель сливают в “слив”, а осадок промывают 10 мл этанола. Для предотвращения высаживания полимера в виде плотного осадка (что может затруднить отделение гомополимеров) реакционную смесь следует прибавлять к этанолу небольшими порциями при перемешивании. В случае образования комков полимерную массу снова растворяют в небольшом количестве толуола при нагревании и вторично осаждают этанолом, осторожно приливая раствор полимера к осадителю при перемешивании стеклянной палочкой. Собирают прибор и последовательно экстрагируют гомополимеры из их смеси к привитым сополимерам.

К смеси полимеров приливают 30 мл ацетона и нагревают до кипения с обратным холодильником. Реакционную смесь кипятят в течение 15 мин. Образовавшийся раствор отделяют от осадка и сливают в “слив”. К оставшейся смеси приливают 30 мл бензина и нагревают до кипения с обратным холодильником в течение 30 мин. Образовавшийся раствор отделяют от осадка и сливают в “слив”.

К оставшейся смеси приливают 15 мл бензола и растворяют её при нагревании. Затем в чашку Петри с 20 мл этанола постепенно выливают половину раствора; другую половину выливают в чашку Петри с 20 мл бензина. Следят за тем, что происходит. Сопоставляют физико-механические свойства (эластичность) полученных образцов.

**Задание:**

1. Написать реакцию образования привитого сополимера и объяснить её механизм.
2. Показать схематически изменение конформации макромолекулы сополимера в зависимости от природы осадителя.
3. Объяснить различие в фихико-механических свойствах образцов сополимеров в зависимости от природы осадителя.

**Лабораторная РАБОТА №7**

**Определение технологических параметров лакокрасочных материалов**

**Определение укрывистости лакокрасочного материала**

Укрывистость — это масса лакокрасочного материала (в г), необходимого для нанесения на 1 м2 поверхности. Укрывистость определяется тремя методами. Метод I — визуальный метод, определения укрывистости с применением черно-белой шахматной доски, сущность которого заключается в нанесении эмалей или красок на стеклянную пластинку до тех пор, пока черные и белые квадра­ты на шахматной доске, подложенной под окрашенную пластинку, будут не видны.

Метод II — инструментальный метод, определения укрывистости по коэффициенту контрастности. Метод заключается в измерении коэффициента контрастности путем определения коэффициента яркости покрытий разной толщины, помещенных на белую и черную подложки. .Метод предназначается для определения укрывистости эмалей и красок белых и светлых тонов отвержденных покрытиях, коэффициент яркости которых не менее 0,6. Коэффициент яркости R – это отношение яркости покрытия к яркости эталона, измеренных в одинаковых условиях освещения с учетом угла падения света 450. Коэффициент контрастности С – отношение коэффициента яркости от черной подложки к коэффициенту яркости от белой подложки. Поверхность считается укрытой, если коэффициент контрастности покрытия равен 0,98.

 Метод III — инструментально-математический метод, определения укрывистости на черно-белой подложке с использованием ЭВМ. Сущность метода заключается в определении коэффициентов яркости неукрывающего и переукрывающего покрытия, помещенных на черную и белую подложки.

МЕТОД I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УКРЫВИСТОСТИ ПО ШАХМАТНОЙ ДОСКЕ

**Материалы:** Эмаль или водоэмульсионная краска белая, пластины стеклянные

**Инструменты:** доска шахматная

**Оборудование:** весы технические

**Проведение испытания**

Шахматную доску изготовить следующим образом: кусок белой типографской бумаги размером 90X120 мм расчертить на 18 квадратов размером 20X30 мм и закрасить их в шахматном порядке черной тушью. После высыхания лист бумаги слегка наклеить на стеклянную пластинку размером 90X120 мм и взвесить.

Для испытания на предварительно очищенную ацетоном поверхность взвешенного предметного стеклянного стекла наносят быстро и равномерно кисточкой испытуемый лак и/или краску. Материал наносить на пластину сначала в горизонтальном направлении, а затем в вертикальном. При рассеянном отраженном дневном свете для стеклянной пластины, окрашенной эмалью с шахматной доской наблюдать, просвечивают ли черные квадраты шахматной доски. Если квадраты просвечивают, нанести еще один слой эмали, пока разница между черными и белыми квадратами окончательно не исчезнет. После полного укрытия окрашенную пластинку взвесить. Далее определить содержание нелетучих веществ в лакокрасочном материале, готовом к применению. Метод заключается в нагревании навески испытуемого материала при 95-100 0С до постоянной массы.

**Оформление результатов**

Рассчитать укрывистость краски (лака) V (в г/м2) по формуле 1:



В свою очередь,



где, m1 — масса пластины с эмалью, г; m0 — масса неокрашенной стеклянной пластины, г; S — площадь стеклянной пластины, cм2; X — содержание нелетучих веществ в лакокрасочном материале, готовом к применению, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Результаты испытаний записать в рабочий журнал в виде таблицы, составленной по форме, приведенной ниже:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| №п/п | Наименование материала | Содержание нелетучих, % | Масса неокрашенной пластины , г | Масса окрашенной пластины, г | V, г/м2 |
|  |  |  |  |  |  |

Сделать выводы.



**Методы определения адгезии лакокрасочного материала**

Работа распространяется на лакокрасочные материалы и устанавливает методы определения адгезии лакокрасочных покрытий к металлическим поверхностям: 1- метод отслаивания; 2- метод решетчатых надрезов; 3 - метод решетчатых надрезов с обратным ударом; 4- метод параллельных надрезов.

Работа не распространяется на лакокрасочные покрытия, толщина слоя которых превышает 200 мкм, в части методов решетчатых надрезов.

**Метод решетчатых надрезов**

Сущность метода заключается в нанесении на готовое лакокрасочное покрытие решетчатых надрезов и визуальной оценке состояния покрытия по четырехбальной системе.

**Образцы и реактивы:** лакокрасочный материал (эмаль, лак и т.д.); сольвент.

**Приборы и принадлежности:** пластины из листовой стали размером 60 - 150 мм и толщиной 0,9 - 1,0 мм или черной жести размером 70 - 150 мм и толщиной 0,2 -0,35 мм; Режущий инструмент: лезвие бритвенное в держателе любого типа; одно- или многолезвиевый нож с углом заточки режущей части 20 - 300 и кромкой лезвия толщиной 0,05 - 0,1 мм. Линейка металлическая или шаблон с пазами, расположенными на расстоянии 1, 2 или 3 мм друг от друга. Кисть волосная, плоская, мягкая, шириной не менее 10 мм, длина волос не менее 15 мм. Прибор для измерения толщины покрытий с погрешностью измерения не более 10%.

**Подготовка к работе**

Для проведения работы готовят два образца. Пластины для нанесения лакокрасочного материала подготавливают по ГОСТ 8832. Окрашиваемая поверхность должна быть тщательно очищена от жировых загрызнений. Пластинки из стали, а также пластинки из черной жести подвергают механической обработке абразивным инструментом (шлифовальная шкурка и круги зернистостью №4-6) вручную или с помощью механизированного оборудования.

После механической очистки пластинки промывают нефрасом или уайт-спиритом, протерают мягкой тканью, смоченной нефрасом, уайт-спиритом или ацетоном, затем вытирают насухо или высушивают.

Чистоту пластинок проверяют, проводя по поверхности ватным тампоном или белой фильтрованной бумагой. При этом тампон или бумага не дожлны загрязнятся.

На подготовленные пластины наносят лакокрасочный материал и после сушки определяют толщину покрытия не менее, чем на трех участках поверхности испытуемого образца, при этом различие в толщине покрытия по длине образца не должно превышать 10%.

Лакокрасочный материал наносят аппликатором, пневматическим распылением, кистью, окунанием, наливом.

Перед определением адгезии образцы холодной сушки выдерживают при 20±2 0С и относительной влажности воздуха 65±5 % в течение 48 ч, а образцы горячей сушки не менее 3 ч.

Перед проведением работы бритвенное лезвие заменяют на новое, а качество режущей кромки ножа проверяют при помощи лупы. При наличии мелких зазубрин и затупления нож затачивается. При разногласиях в оценке адгезии нож затачивают, а лезвие заменяют на новое.

**Проведение работы**

Работу проводят на двух образцах и не менее, чем на трех участках поверхности каждого образца при условиях, при 20±2 0С и относительной влажности воздуха 65±5 %.

На каждом испытуемом участке поверхности образца на расстоянии от края не менее 10 мм делают режущим инструментом по линейке или шаблону до металла длиной не менее 20 мм на расстоянии 1, 2 или 3 мм друг от друга. Режущий инструмент держат перпендикулярно поверхности образца. Скорость резания должна быть от 20 до 40 мм/с. Аналогичным образом делают надрезы в перпендикулярном направлении. В результате на покрытии образуется решетка из квадратов одинакового размера.

Расстояние между соседними решетками должно быть не менее 20 мм.

Наносят решетку с единичным квадратом размером 1х1 мм, на покрытия толщиной от 60 до 120 мкм – 2х2 мм, на покрытия толщиной от 120 до 200 мкм – 3х3 мм.

Контроль прорезания покрытия до металла осуществляется при помощи лупы.

**Обработка результатов**

После нанесения надрезов для удаления отслоившихся кусочков покрытия проводят мягкой кистью по поверхности решетки в диагональном направлении по пять раз в прямом и обратном направлении.

Адгезию оценивают в соответствии с табл. 1, используя при необходимости лупу.

Таблица 1.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Балл** | **Описания поверхности лакокрасочного покрытия после нанесения надрезов в виде решетки** | **Внешний вид покрытия** |
| 1 | Края надрезов полностью гладкие, нет признаков отслаивания ни в одном квадрате решетки |  |
| 2 | Незначительное отслаивание покрытия в виде мелких чешуек в местах пересечения линий решетки. Нарушение наблюдается не более, чем на 5% поверхности решетки. |  |
| 3 | Частичное или полное отслаивание покрытие вдоль линий надрезов решетки или в местах их пересечения. Нарушение наблюдается не менее, чем на 5% и не более 35 % поверхности решетки. |  |
| 4 | Полное отслаивание покрытия или частичное, превышающее 35 % поверхности решетки. |  |

Перевод четырехбалльной шкалы в шестибалльную шкалу для оценки адгезии методом решетчатых надрезов приведен в таблице 3.

За результат испытания принимают значение адгезии в баллах, соответствующее большинству совпадающих значений, определенных на всех испытуемых участках поверхности двух образцов; при этом расхождение между значениями не должно превышать 1 балл.

При расхождении значении адгезии, превышающем 1 балл, испытание повторяют на том же количестве образцов и принимают среднее округленное значение, полученное по четырем образцам, за окончательный результат.

При равной повторяемости двух значений адгезию оценивают по большему значению.

**Метод параллельных надрезов**

Сущность метода заключается в нанесении на готовое лакокрасочное покрытие параллельных надрезов и визуальной оценке состояния по трехбалльной системе.

**Образцы и реактивы:** лакокрасочный материал (эмаль, лак и т.д.); сольвент.

**Приборы и принадлежности:** пластины из листовой стали размером 60-150 мм и толщиной 0,9-1,0 мм или черной жести размером 70-150 мм и толщиной 0,2-0,35 мм; Режущий инструмент: лезвие бритвенное в держателе любого типа; одно- или многолезвиевый нож с углом заточки режущей части 20-300 и кромкой лезвия толщиной 0,05-0,1 мм. Линейка металлическая или шаблон с пазами, расположенными на расстоянии 1, 2 или 3 мм друг от друга. Кисть волосная, плоская, мягкая, шириной не менее 10 мм, длина волос не менее 15 мм. Прибор для измерения толщины покрытий с погрешностью измерения не более 10%. Лента липкая на полиэтилентерефталатной основе (скотч).

**Подготовка к работе**

Подготовка к испытанию проводят как в методе «Метод решетчатых надрезов».

**Проведение работы**

Адгезию с применением липкой ленты определяют на двух параллельных образцах и не менее чем на трех участках каждого образца. На каждом участке поверхности образца на расстоянии от края пластины не менее 10 мм делают не менее пяти параллельных надрезов длиной не менее 20 мм до металла на расстоянии 1, 2 или 3 мм друг от друга с помощью режущего инструмента.

Перпендикулярно надрезом накладывают полоску липкой ленты размером 10х100 мм и плотно ее прижимают, оставляя один конец полоски неприклеенным.

Быстрым движением ленту отрывают перпендикулярно от покрытия. Адгезию по методу параллельных надрезов оценивают по трехбалльной шкале (табл. 2 ).

Таблица 2.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Балл** | **Описания поверхности лакокрасочного покрытия после нанесения надрезов и снятия липкой ленты** | **Внешний вид покрытия** |
| 1 | Края надрезов полностью гладкие. |  |
| 2 | Незначительное отслаивание покрытия по ширине полосы вдоль надрезов (не более 0,5 мм). |  |
| 3 | Отслаивание покрытия полосами. |  |

Таблица перевода четырехбалльной шкалы в шестибалльную шкалу для оценки адгезии методом решетчатых надрезов, в баллах

Таблица 3.

|  |  |
| --- | --- |
| **Четырехбалльная шкала** | **Шестибалльная шкала** |
| 1 | 0 |
| 2 | 1 |
| 3 | 2, 3 |
| 4 | 4, 5 |

**Стойкость покрытия к статическому воздействию**

Работа заключается в определении внешнего вида и защитных свойств покрытий после воздействия жидкостей в течение заданного времени.

Стойкость лакокрасочного покрытия к статическому воздействию воды, водных растворов солей, кислот, щелочей, минеральных масел, бензина и др. устанавливается тримя методами:

А – метод погружения, при котором образцы выдерживают в жидкости в течение заданного времени;

Б – контактный, при котором на заданное время на отдельные участки образца помещают тампон, смоченный жидкостью;

В – капельный, при котором на заданное время на образец наносят капли жидкости.

Эмали ПФ-115 предназначаются для окраски металлических, деревянных и других поверхнос­тей, подвергающихся атмосферным воздействиям, и для окраски внутри помещений.

Покрытие, состоящее из двух слоев эмали ПФ-115, нанесенных на подготовленную загрунто­ванную поверхность, в умеренном и холодном климате сохраняет защитные свойства в течение четырех лет и декоративные свойства в течение одного года.

Пленка эмали устойчива к изменению температуры от минус 50 °С до плюс 60 °С.

Эмали ПФ-115 наносят на поверхность методами распыления, струйного облива, окунания и кистью.

При применении эмалей допускается горячая сушка покрытия при 105 °С – 110 °С в течение 1 ч.

**Образцы и реактивы:** Эмаль ПФ-115; пластины из листовой стали размером 70-150 мм и толщиной 0,5-1,0 мм или черной жести размером 70-150 мм и толщиной 0,2-0,35 мм; дистиллированная вода; 0,5 %-ный раствор моющего синтетического порошкообразного средства; трансформаторное масло (бензин, керосин и т.д.).

**Приборы и принадлежности:** термошкаф; лупа 4х увеличения; стаканы на 50 мл, эксикаторы.

**Проведение испытания**

1. **Определения стойкости покрытия к статическому воздействию воды.**

Для проведения работы готовят по одной и той же технологии два образца, один из которых является контрольным.

Для определения стойкости покрытия к статическому воздействию воды окрашенные и высушенные образцы выдерживают на воздухе перед испытанием в течение 5 сут (при применении эмалей допускается горячая сушка покрытия при 105 °С – 110 °С в течение 1 ч.), затем образцы помешают в эксикатор на 2/з высоты в дистиллированную воду и выдерживают в течение времени, указанного в табл. 1.

После испытания образцы выдерживают на воздухе при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 ч и осматривают внешний вид покрытия.

По внешнему виду покрытие эмали должно быть без изменений. Допускается незначительное изменение цвета покрытия.

1. **Определения стойкости покрытия к статическому воздействию раствора моющего средства.**

Для проведения испытаний готовят по одной и той же технологии два образца, один из которых является контрольным.

Для определения стойкости покрытия к статическому воздействию раствора моющего средства окрашенные и высушенные образцы выдерживают на воздухе перед испытанием в течение 2 ч, затем образцы помещают в эксикатор на 2/з высоты в 0,5 %-ный раствор моющего синтетического порошкообразного средства, имеюшего температуру 30 0С - 40 °С и выдерживают в растворе при заданной температуре в течение 15 мин.

После испытания образцы выдерживают на воздухе при температуре (20 ± 2) °С в течение 1 ч и осматривают внешний вид покрытия.

По внешнему виду покрытие эмали должно быть без изменений.

1. **Определения стойкости покрытия к статическому воздействию трансформаторного масла**

Для проведения испытаний готовят по одной и той же технологии два образца, один из которых является контрольным.

Для определения стойкости покрытия к статическому воздействию трансформаторного масла окрашенные и высушенные образцы выдерживают на воздухе перед испытанием в течение
5 сут (при применении эмалей допускается горячая сушка покрытия при 105 °С – 110 °С в течение 1 ч.), затем образцы помещают в эксикатор на 2/3 высоты в трансформаторное масло при темпера­туре (20 ± 2) °С и выдерживают в масле в течение времени, указанного в табл. 1.

После испытания образцы выдерживают на воздухе при температуре (20 ± 2) °С в течение 2 ч и осматривают внешний вид и цвет покрытия. Допускается незначительное изменение цвета покрытия.

Таблица 1.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **№** | **Наименование показателя** | **Норма для эмали** | **Метод испытания** |
| **Высший сорт** | **Первый сорт** |
| 1 | Стойкость покрытия при температуре (202) 0С к статическому воздействию воды, ч, не менее, для эмалей:красной, вишневой, чернойостальных цветов | 1010 | 22 | По ГОСТ 9.403 |
| 2 | Стойкость покрытия к статическому воздействию 0,5 %-ного раствора моющего средства, мин, не менее | 15 | 15 | По ГОСТ 9.403 |
| 3 | Стойкость покрытия при температуре (202) 0С к статическому воздействию трансформаторного масла, ч, не менее | 24 | 24 | По ГОСТ 9.403 |

Изменения, происшедшие с образцами (изменение блеска, изменение оттенка, побеление пленки, появление пузырей, отслаивание, сморщивание пленки, коррозия, время, через которое снова восстанавливается блеск или оттенок и т.п.), фиксируют.

Изменения покрытия определяют визуально. При осмотре сравнивают испытуемый образец с контрольным, применяя при необходимости лупу 4х увеличения.

**Лабораторная РАБОТА № 4**

***ЭСТРУЗИЯ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ***

**Цель работы**: определение основных технологических параметров процесса экструзии, получение навыков работы наэкструзионном оборудовании и выявление закономерностей влияния технологических параметров экструзии на свойства и качество отформованных изделий.

**Материалы:** полиэтилен низкой и высокой плотности

**Методические указания**

Экструзия - метод формования изделий путем непрерывного или периодического выдавливания пластичного материала через канал формующего инструмента - головки, конфигурация поперечного сечения которого определяет профиль изделия (труба, пруток и др.). При экструзии термопластов фиксация формы выходящего изделия достигается охлаждением расплава ниже температуры стеклования или кристаллизации.

Непрерывное выдавливание осуществляют на экструдерах шнекового типа - червячных прессах, или шнекмашинах; периодическое - на машинах поршневого типа.

В производстве различного рода длинномерных изделий из термопластов используют преимущественно шнековые экструдеры.

Непосредственно перед пуском экструдера необходимо проверить:

- наличие электроэнергии с параметрами, необходимыми для работы (проверяется по приборам заводской сети);

- наличие смазки во всех узлах экструдера;

- наличие заземления экструдера;

- обесточенность всех систем теплового контроля и электропривода экструдера;

- состояние внутренней поверхности корпуса экструдера и наружной поверхности шнека визуальным контролем;

- крепление всех узлов и деталей экструдера;

- прижатие нагревателей к обогреваемому корпусу. Необходимо исключить воздушный зазор между нагревателем и корпусом;

- плавность (без рывков и заеданий) вращения электродвигателей проворачивая вращающие части вручную;

- плавность (без рывков и заеданий) вращения шнека, проворачивая в ручную муфту электродвигателя, чтобы шнек совершил три – четыре оборота.

**Принцип работы экструдера**

Протянуть резьбовые соединения: фланцев экструдера, редуктора, крепления электродвигателя. При условии плавного вращения шнека без рывков и заеданий включить электродвигатель привода экструдера на минимальную частоту вращения на время не более 10 секунд и проверить направление вращения шнека. Шнек должен вращаться по направлению часовой стрелки, если смотреть со стороны где крепится фильера на материальный цилиндр экструдера. После этого вынуть шнек из шпоночного соединения и обкатать экструдер на холостом ходу в течении одного часа. После завершения обкатки экструдера на холостом ходу извлекается шнек из корпуса экструдера. С поверхности шнека, из корпуса экструдера и зоны загрузки удаляется смазка.

Обкатка экструдера под нагрузкой производится в последовательности:

- проверка уровня масла в редукторе;

- включение «Системы контроля и регулирования температуры», установка на приборах значения рабочих температур тепловых зон. При достижении заданных значений температуры по зонам и выдержке при этих температурах не менее одного часа производится протяжка соединений, которые могут ослабнуть от изменения температур (болтовые соединения корпуса экструдера, головки, фланцевые соединения деталей);

- включение электродвигателя привода экструдера на минимальную частоту вращения;

- произведение подачи материала в зону загрузки экструдера небольшими порциями до появления расплава на выходе головки. По мере появления расплава на выходе из головки частоту вращения шнека увеличивают, зона загрузки заполняется полностью полимерным материалом, при этом ток электродвигателя привода экструдера не должен быть более номинального значения.

Производится обкатка экструдера под нагрузкой в течение не менее одного часа. В процессе обкатки экструдера под нагрузкой проверяется :

- плавность вращения шнека и плавность регулирования частоты вращения шнека (не должно быть заеданий шнека в корпусе экструдера, дребезжания, рывков);

- работоспособность пульта управления электроприводом;

- работоспособность системы контроля и регулирования температуры, электронагревателей и вентиляторов в режиме разогрева и регулирования температуры;

- герметичность соединений и уплотнений.

После завершения обкатки экструдера под нагрузкой производятся следующие операции:

- прекращается подача перерабатываемого материала в зону загрузки экструдера;

- вырабатывается весь материал, находящийся в корпусе экструдера;

- отключается система контроля и регулирования температуры;

- отключается все электрооборудование;

- рабочие поверхности шнека, головки, корпуса экструдера и зоны загрузки, очищаются от остатков расплава в нагретом состоянии;

- производится осмотр узлов. Обнаруженные дефекты устраняются.

Предосторожности:

- не разрешается проталкивать материал к вращающемуся шнеку;

- чистку цилиндра, шнека и всех соприкасающихся с расплавом деталей производить только латунным или медным инструментом;

- в случае отключения экструдера, при наличии материала в цилиндре, включение электродвигателя привода производить после нагрева цилиндра до рабочей температуры и выдержки при этой температуре не менее одного часа.

После наладки экструдера оформляется протокол наладки. Ввод экструдера в эксплуатацию разрешается только после полного окончания всех монтажных и наладочных работ, при наличии актов ревизии электрооборудования, протоколов наладки.

В процессе экструзии гранулированный полимерный материал из бункера машины попадает в межвитковое пространство вращающегося шнека и перемещается им в направлении формообразующей головки, вследствие большей силы трения между материалом и внутренней поверхностью цилиндра экструдера по сравнению с силой трения между материалом и поверхностью шнека. При движении вдоль цилиндра экструдера материал уплотняется, постепенно нагревается от стенок цилиндра и за счет тепла, выделяющегося под действием внешнего и внутреннего трения, и переходит

в вязкотекучее состояние.



Рис. 1 Экструзионная установка для производства трубы:

1. Загрузочное устройство; 2- шнековый экструдер ; 3- формирующая головка; 4 – калибратор; 5- охлаждающее устройство; 6- труба; 7- тянущее устройство; 8- режущее устройство; 9- контейнер

Давление в материале, находящемся в цилиндре экструдера, постепенно увеличивается от зоны загрузки к выходу из канала шнека. Если процесс осуществляется в изотермических условиях, а винтовой канал шнека имеет неизменный шаг и глубину, объемная производительность экструдера *Q* зависит от частоты вращения шнека *п,* перепада давления по длине шнека Δ*р* и эффективной вязкости η расплава полимера. Величина *Q* (в м3/с) определяется суммой прямого, обратного потоков и потока утечки (1):

 (1)

где η*к* , η*з* - эффективная вязкость расплава в винтовом канале шнека и в зазоре между гребнем шнека и внутренней поверхностью цилиндра, α, β , и γ - константы соответственно прямого (вынужденного), обратного (противодавления) потоков и потока утечки, рассчитываемые по формулам (2, 3, 4):

(2, 3, 4)

где *т -* число заходов шнека; *t -* шаг нарезки, м; *h* - глубина нарезки, м; *D -* диаметр шнека, м; δ - зазор, м; ϕ – угол подъема винтовой линии; *e* - ширина гребня, м; *L* - длина нарезной части червяка, м.

Давление в формообразующей головке, объемная производительность экструдера, коэффициент сопротивления головки *k* и эффективная вязкость расплава полимера, находящегося в головке, связаны между собой зависимостью (5):

** (5)

На рис. 2 показаны типичные характеристики червяка *1* и головки *2,* являющиеся графической интерпретацией уравнений. Точки пересечения характеристических кривых определяют режимы работы экструдера в паре с головкой, имеющей заданные размеры формообразующего канала.



Рис. 2 Типичные характеристики червяка и головки

1. Характеристика червяка при частоте вращения nmax, n1 ,n2
2. Характеристика головки А, А,, А,, - точки рабочего режима экструдера при выбранной частоте вращения

**Контрольные вопросы**

1 Перечислите технологические параметры процесса экструзии.

2 Факторы, влияющие на производительность экструзии.

3 Параметры экструзии, оказывающие влияние на качество экструдата.

4 Ориентация при экструзии, причины ее возникновения.

5 Влияние ориентации на механические и деформационные свойства экструдата.

6 Основные регулируемые параметры процесса экструзии.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРОВ И**

**ПАРАМЕТРОВ ЭКСТРУЗИИ**

К технологическим параметрам экструзии относятся температура материального цилиндра *Т*ц и головки *Т*г, частота вращения шнека *n* , производительность процесса *Q* , скорость вытяжки изделия v и давление в головке *р*г*.* Производительность процесса и давление расплава полимера в головке во многом зависят от вязкости и скорости течения

расплава.

1 Температурные параметры экструзии выбираются на основе температур переходов, полученных по термомеханическим кривым. Температура материального цилиндра экструдера должна быть 10 - 30 °С, а головки - от 20 до 40 °С выше температуры текучести (плавления) полимерного материала.

2 Вязкость и скорость течения расплава полимера определяют из кривых течения, снятых на вискозиметре ИИРТ, при температурах, соответствующих температуре материального цилиндра экструдера и температуре головки.

Полученные результаты выражают в виде зависимости логарифм эффективной вязкости lgη - логарифм эффективного градиента скорости сдвига lg γ& (рис. 1).



Рис. 1 Изменение эффективной вязкости в зависимости от эффективного градиента скорости при температуре головки и температуре материального цилиндра экструдера

3 Экспериментально определяют зависимость давления в формообразующей головке от производительности экструдера. Для этого при четырех-пяти частотах вращения шнека в течение 30 - 60 с экструдируют расплав полимера и измеряют величину давления датчиком, установленным на выходе из цилиндра экструдера. Производительность экструдера (в м3/с) рассчитывают по формуле (1):

(1)

где *G* - масса материала, экструдированная из головки за время τ , кг; ρ - плотность экструдированного материала, кг/м3.

Полученные результаты представляют графически и сравнивают их с теоретическими данными. Теоретические значения вычисляют по формуле для значений Δ*р*, полученных экспериментально. Эффективную вязкость расплава в головке η*г* находят по вязкостно-скоростным кривым (рис. 1) и эффективному градиенту скорости сдвига γ& *г ,* величина которого для объемной производительности *Q* и конфигурации поперечного сечения канала головки может быть рассчитана по одной из формул, приведенных в [30 С. 12].

Поскольку поперечное сечение канала изменяется по длине головки, то общий перепад давления Δ*р* находят по формуле (2), суммируя перепады давления Δ*р*, по участкам канала, различающимся коэффициентом сопротивления

(2)

*Изготовление изделий*

Изготовление изделий производится на лабораторной экструзионной установке, схема которой представлена на рис. 2 ,в следующей последовательности:

1 В зависимости от вида перерабатываемого материала по табл. 1 выбирается температурный режим формования и устанавливается заданная температура на соответствующих приборах для цилиндра и головки экструдера.

2 Разогревается материальный цилиндр и формующая головка до заданных температур.



Рис. 2 Экструзионная установка для производства трубы:

1. Загрузочное устройство; 2- шнековый экструдер ; 3- формирующая головка; 4 – калибратор; 5- охлаждающее устройство; 6- труба; 7- тянущее устройство; 8- режущее устройство; 9- контейнер

3. После выхода машины на заданный температурный режим формуются образцы при трех различных скоростях вращения шнека - максимальной *n*max, минимальной *n*min и средней *n*ср, при этом скорость приема экструдата должна быть равна скорости выхода его из головки. При заданных режимах работы определяется фактическая производительность

машины.

Таблица 1 Температурные режимы при экструзии



4 При средней скорости вращения шнека *n*ср формуют образцы изделий. Для выяснения влияния технологических параметров процесса на свойства и качество изделий экструзию проводят при различных режимах. Переменными параметрами процесса экструзии являются температура расплава *Т*р, температура цилиндра *Т*ц, формующей головки *Т*ф, степень вытяжки ε .

Степень продольной вытяжки ε определяется как отношение скорости приемки *V*пр и скорости экструзии *V*эк по формуле (3):

 (3)

После формования необходимо провести механические испытания образцов. На основании результатов, полученных после испытания, оценивают влияние технологических параметров процесса экструзии на прочностные свойства

экструдированных изделий.

В качестве прочностных характеристик выбираются пределы текучести и прочности и относительное удлинение при разрыве.

Механическую прочность при одноосном растяжении необходимо определять в соответствии с ГОСТ 11262-80 на разрывных машинах при постоянной скорости деформирования.

Определение качества экструдата

Качество экструдата оценивают по степени разбухания изделия на выходе из головки, степени вытяжки, степени ориентации, разнотолщинности и механической прочности при одноосном\_\_растяжении

1 Под степенью разбухания понимают отношение какого-либо характерного размера экструдата к этому же размеру оформляющей полости головки, определяемое по формуле (4):

 (4)

где *A* - характерный размер изделия (для прутка - диаметр, для листа - толщина); *В -* соответствующий размер оформляющей полости головки.

Степень разбухания определяют только для экструдата, получаемого при скорости приемки, равной скорости выхода его из головки.

По данным эксперимента строят график в координатах степень разбухания - эффективный градиент скорости, который рассчитывают при объемном расходе, определенном при разной частоте вращения шнека.

2 Степень вытяжки определяют только для экструдата, получаемого при скорости приемки, превышающей скорость выхода его из головки.

Степень продольной вытяжки рассчитывают по формуле (5):

 (5)

где vпр - скорость приемки, м/с; vэ - скорость экструзии, м/с.

3 Значение степени ориентации для всех экструдируемых изделий определяют только в направлении экструзии на образцах длиной 100 мм.

Измеряют длину образца с точностью до 0,1 мм, укладывают его на пластинку из фторопласта и помещают в термостат, нагретый до (*Т*с + 20) ｰС для аморфных полимеров и до (*Т*пл – 10) ｰС для кристаллических полимеров и выдерживают при указанной температуре не менее 30 минут.

Извлекают образец из термостата, охлаждают на воздухе до комнатной температуры и повторно измеряют его длину.

Значение степени ориентации определяют по формуле (6):

 (6)

где *l*1 и *l*2 - размер образца до и после термообработки соответственно, мм.

Значение εор определяют для трех образцов при каждом режиме экструзии. Вычисляют среднее арифметическое значение трех измерений.

4 Мерой разнотолщинности изделия служит коэффициент вариации *V,* представляющий собой отношение среднего квадратичного отклонения *σ* толщины δ к среднему значению σ . Коэффициент рассчитывается по формуле (7):

 (7)



здесь *N* =Σ*ni* , число измерений; среднее значение в выбранном интервале толщин; *п -* число значений толщины, укладывающихся в данном интервале.

Коэффициент вариации определяют для изделий длиной один метр. Если получают трубу, ее разрезают на 100 равных прямоугольников - 10 вдоль, 10

поперек (рис. 3). Измеряют толщину в середине каждого прямоугольника.



Рис. 3 Схема разметки трубного образца

Определяют для изделий длиной один метр на 100 равных прямоугольников – 10 вдоль, 10 толщину в середине каждого прямоугольника .

Результаты измерений заносятся в табл. 2.

Таблица 2 Параметры трубы



Выбрав масштаб длины, ширины и толщины, строят график изменения толщины по длине и окружности трубы (рис.4). Изменение толщины по длине трубы указывает на пульсирующую подачу материала или на неравномерность отбора изделия тянущим устройством.



Рис. 4 Изменение толщины трубы по длине и диаметру

Одностороннее утолщение трубы по окружности является следствием неправильной установки дорна или неравномерного охлаждения ее в калибраторе. Если выдавливают пруток, то его разнотолщинность проверяют путем измерения диаметра в трех направлениях через каждые 60ｰ и по длине прутка через каждые 30 мм.

5 Механическую прочность при одноосном растяжении определяют в соответствии с ГОСТ 11262-76.

Данные испытаний и рассчитанные значения разрушающего напряжения при растяжении, относительного удлинения образца при разрыве заносятся в табл. 3

Строят графики в координатах нагрузка - удлинение и определяют по ним предел текучести материала *σт*, т. е. то

напряжение, при котором образец начинает деформироваться без существенного увеличения нагрузки. Предел текучести

материала может быть рассчитан по формуле (8):

 (8)

где *Р -* усилие, при котором образец деформируется без изменения нагрузки, Н; *S* - первоначальная площадь поперечного сечения, м2.

Таблица 3 Качественные показатели образцов



Данные всех испытаний сводятся в табл.4, анализируются и выбирается оптимальный режим процесса.

Таблица 4 Технологические параметры экструзии



**Отчет**

1 Сущность процесса экструзии.

2 Технологические параметры процесса формования.

3 Технологическая схема процесса экструзии трубы.

4 Выводы.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

**Цель работы:** изучить основные способы определения технологических свойств полимерных материалов, ознакомиться с применяемым оборудованием и приборами, экспериментально провести определение основных технологических свойств полимеров.

**Оборудование и приборы:** термошкаф, вибросито с набором сеток, весы технические, секундомер, прибор для определения угла естественного откоса, капиллярный вискозиметр (ИИРТ), прибор для определения насыпной плотности.

**Определение содержания влаги и летучих веществ**

В чистый, предварительно взвешенный бюкс помещают около 5 г испытуемого материала и взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Открытый бюкс помещают в термостат и выдерживают в течение 30 минут при (105 ± 2) °С. После этого открытый бюкс переносят в эксикатор для охлаждения материала до комнатной температуры. Затем бюкс закрывают и вторично взвешивают вместе с материалом.

Относительное содержание влаги и летучих веществ (%) рассчитывают по формуле 1.1:

(1.1)

где *G*1, *G*2 - масса бюкса с материалом до и после удаления летучих веществ соответственно, г; *G* - масса бюкса, г.

**Определение сыпучести порошкообразных и гранулированных материалов**

Сыпучесть полимерных материалов обусловливается их гранулометрическим составом и влажностью. Ее можно определять тремя способами: по углу естественного откоса, по времени опорожнения стандартной воронки и по углу обрушения.

**Определение сыпучести по углу естественного откоса**

Методика основана на измерении угла между горизонтальной плоскостью и образующей конуса, самопроизвольно создаваемого сыпучим материалом.

Для определения сыпучести используют приспособление, показанное на рис. 1.1. Оно состоит из основания *1,* с нанесенными концентрическими окружностями диаметром 100 - 600 мм через каждые 10 мм, стойки *2* со шкалой для измерения высоты, подвижной планки *3,* способной перемещаться в вертикальной и горизонтальной плоскостях. Полый цилиндр *4* (диаметром 100 мм и высотой 300 мм) устанавливают на основание *1*, совмещая его с окружностью100 мм. Насыпают в него 2 л полимерного материала и поднимают строго вертикально вверх с одинаковой скоростью во всех экспериментах. Рассыпаясь, материал приобретает форму, близкую к

конической.



Рис. 1.1 Схема приспособления для измерения сыпучести материала по углу естественного откоса

Повторив эксперимент 5 - 6 раз, каждый раз фиксируют высоту

конуса *h* и его диаметр *D.* По среднему арифметическому значению этих

измерений рассчитывают угол естественного откоса α по формуле (1.2):

(1.2)

Коэффициент внутреннего трения *М,* также характеризующий сыпучесть,

определяют по формуле:

*М =* tgα. (1.3)

**Определение насыпной плотности пресс-порошков**

Насыпная плотность является важной характеристикой порошкообразного пресс-материала, так как она определяет размеры загрузочной камеры или загрузочной полости формы, а также выбор способа дозирования материала. Насыпную плотность определяют, исходя из массы порошка, заполняющего при свободном насыпании сосуд с определенным объемом. Насыпная плотность зависит от тонины помола, гранулометрического состава и влажности пресс-материала, а также от технологии его изготовления и продолжительности хранения.

Насыпную плотность определяют с помощью прибора волюметра (рис. 1.2).



Рис. 1.2 Схема прибора для определения насыпной плотности

Волюметр состоит из колонки *1*, четырех стеклянных полочек *2*, воронки *3*, в которую засыпается порошок, и воронки *4*, через которую высыпается порошок. Стеклянные полочки закреплены под углом 30° к вертикали по две в противоположных стенках колонки.

Порошок из воронки, расположенной в верхней крышке прибора, пересыпается по наклонным полочкам, принимает равномерно разрыхленную структуру и через нижнюю воронку попадает в сосуд известного объема и массы. Избыток порошка снимается с сосуда стальной линейкой. Наполненный сосуд взвешивается на весах.

Насыпная плотность порошка рассчитывается по формуле:

**(1.4)

ρ = *m* нас ,

где *m* - масса порошка, кг; *V* - объем порошка, м3.

Насыпная плотность является характеристикой обратной удельному объему, и может быть рассчитана по формуле

(1.5)

**Определение гранулометрического состава порошков**

Для определения гранулометрического состава порошков применяют набор сит с размерами ячейки 0,8; 0,4; 0,2; 0,1; 0,09; 0,08 мм, закрепляемый на вибростоле. Каждое из сит взвешивается на технических весах с точностью до 0,01 г. Через сита просеивают пробу порошка массой 100 г. Продолжительность рассеивания должна быть не менее 20 мин. По окончании рассева взвешиванием определяется количество порошка на каждом из сит. Операцию рассеивания повторяют не менее трех раз. Среднеарифметические значения фракций частиц порошка разных размеров заносят в табл. 1.1.

Таблица 1.1 Гранулометрический состав порошковых материалов

****

Удельный объем расплавов термопластичных полимеров определяют на приборе ИИРТ, снабженном комплектом капилляров (с отношением длины к радиусу 4 - 7).

Определение удельного объема осуществляется следующим образом. Расплав полимера экструдируют при соответствующей температуре в цилиндре и давлении на поршень, через капилляр определенных геометрических размеров. По показаниям индикатора часового типа фиксируют путь, пройденный поршнем в течение определенного отрезка времени (30 - 45 с в зависимости от вязкости расплава). Одновременно определяют массу экструдата, полученного в течение того же отрезка времени. Удельный объем измеряют через каждые 4-5 мин (в течение 30 – 35 мин) до получения постоянной величины.

Удельный объем (в м3/кг) рассчитывают по формуле 1.6

(1,6)

где *D -* диаметр цилиндра, м; *h* - путь, пройденный поршнем, м; *G -* масса экструдата, кг.

Опыт проводят при различных значениях температуры, нагрузки на поршень и геометрических размеров капилляров,

строят графики зависимостей

*V*уд = *f* (*T* ) и *V*уд = *f* (*P* ) ,

где *Т* - температура, °С; *Р* - давление, МПа.

**Контрольные вопросы**

1 Что такое влажность полимерного материала, в каких единицах она измеряется?

2 Дайте краткую характеристику известных способов определения сыпучести порошкообразных полимерных

материалов.

3 Какими параметрами характеризуется гранулометрический состав полимерных порошков.

4 На какие параметры формования изделий из полимерных материалов оказывает влияние насыпная плотность

порошкообразного или гранулированного материала.

5 Физический смысл удельного объема расплава полимера, основные способы его определения?

6 Влияние технологических свойств полимерных материалов на качество получаемых изделий.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА ПОЛИМЕРОВ.**

**Методы определения температуры стеклования полимеров**

**Т**емпературу стеклования можно определять по изменению различных физических свойств полимера в зависимости от температуры. При этом, принимая во внимание релаксационный характер процесса стеклования**,** необходимо учитывать временной фактор (скорость нагревания или охлаждения, время действия силы и т.д.). При достаточно медленном охлаждении или достаточно большом времени воздействия силы значения температур стеклования для одного и того же полимера, полученные разными методами, обычно совпадают.

Наибольшее распространение получили методы исследования следующих свойств:

1) удельного объема (дилатометрический метод);

2) теплоемкости;

3) модуля упругости;

4) деформации.

**2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

**Цель работы:**

Определение температуры стеклования термопластичного полимера дилатометрическим методом

**Приборы:**

Дилатометр (рис. 1)

Термометр



Рис. 1. Схема дилатометра

1. колба, 2. капилляр, 3. шкала

**Реактивы:**

Глицерин

Термопластичный полимер

**Методика определения:**

Определение проводят в дилатометре, который состоит из колбы емкостью 250 мл с присоединенным к ней капилляром длиной 50 см и диаметром 0,5-0,8 мм. Капилляр укреплён на деревянной планке с миллиметровой бумагой.

Термопластичный материал, подвергаемый испытанию, должен быть отпрессован в виде дисков. Можно брать полимер в виде гранул.

В колбу дилатометра помещают полимер и заливают глицерином. Вставляют капилляр. Колбу помещают в термостат - стакан, заполненный глицерином и установленный на электрической плитке.

Включают плитку и замеряют температуру глицерина в стакане. При достижении 50 °С замеряют уровень глицерина в капилляре. После этого температуру в бане повышают со скоростью 2 градуса в 5 минут, отмечая уровень глицерина в капилляре, соответствующий данной температуре.

**Полученные результаты и выводы по работе:**

На основании полученных данных составляют таблицу и строят график зависимости уровня жидкости в капилляре (мм) от температуры (оС). Делают выводы по работе.

|  |  |
| --- | --- |
| **Форма записи результатов:** Температура, °С  | Уровень глицерина в капилляре, мм.  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

За температуру стеклования принимают температуру, соответствующую перелому полученной кривой (рис. 5). Проводят не менее двух измерений и из полученных данных принимают среднее (если расхождение составляет не более 2 оС).

****

Рис. 5. Зависимость объема глицерина от температуры.