

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«Санкт-Петербургский государственный университет
промышленных технологий и дизайна»
Высшая школа технологии и энергетики
Кафедра физической и коллоидной химии

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛИМЕРОВ

Выполнение лабораторных работ

Методические указания для студентов всех форм обучения
по направлению подготовки
18.03.01 – Химическая технология

Составители:
И. И. Осовская
Е. О. Денисова

Санкт-Петербург
2022

Утверждено
на заседании кафедры ФиКХ
01.04.2021 г., протокол № 9

Рецензент А. Н. Евдокимов

Методические указания соответствуют рабочей программе и учебным планам дисциплины «Технология полимеров» для студентов, обучающихся по направлению подготовки 18.03.01 «Химическая технология», и содержат описания лабораторных работ по разделам курса, раскрывающие основные физико-химические свойства полимеров.

В методических указаниях представлены рекомендации по выполнению и оформлению лабораторных работ.

Методические указания предназначены для бакалавров очной и заочной форм обучения по направлению подготовки 18.03.01 «Химическая технология».

Утверждено Редакционно-издательским советом ВШТЭ СПбГУПТД
в качестве методических указаний

Режим доступа: http://publish.sutd.ru/tp_get_file.php?id=202016, по паролю.
- Загл. с экрана.

Дата подписания к использованию 11.01.2022 г. Изд. № 5017/22

Высшая школа технологии и энергетики СПб ГУПТД
198095, СПб., ул. Ивана Черных, 4.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ.....	4
2. ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ.....	4
3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ	6
Лабораторная работа № 1	6
Лабораторная работа № 2.....	7
Лабораторная работа № 3.....	8
Лабораторная работа № 4.....	9
Лабораторная работа № 5.....	10
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	12

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Лабораторная работа – это вид учебной работы студента с элементами самостоятельного научного исследования. Она нацелена на формирование умения искать и осмысливать нужную информацию, выходящую за рамки списка обязательной литературы, а также грамотно и четко излагать полученные результаты. Лабораторная работа выполняется в течение всего семестра. В процессе выполнения курсовой работы решаются следующие задачи:

1. Углубить теоретические знания по данной дисциплине.

2. Приобрести навыки проведения эксперимента, решить проблемы, неизбежно возникающие в процессе выполнения лабораторных работ.

Все это способствует формированию личности будущего руководителя производства. Подготовка и защита лабораторных работ является одной из форм текущего контроля успеваемости, позволяющей оценить знания, умения и уровень приобретенных компетенций обучающихся. Лабораторные работы по дисциплине «Технология полимеров», выполняемые в течение семестра – это самостоятельная учебная работа обучающихся, которая способствует приобретению и закреплению студентами следующих профессиональных компетенций:

- ПК-5 способен выполнять работы по поиску экономичных и эффективных методов производства полимерных композиционных материалов с заданными свойствами;
- ПК-6 способен осуществлять подбор технологических параметров процесса для производства полимерных материалов с заданными свойствами.

2. ТРЕБОВАНИЯ К СОДЕРЖАНИЮ И ОФОРМЛЕНИЮ ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Перед выполнением лабораторного практикума необходимо на вводном лабораторном занятии изучить общие правила поведения и технику безопасности при выполнении лабораторных работ по химии, список рекомендуемой литературы для использования при подготовке к выполнению лабораторных работ и «Тематический план лабораторных работ», имеющийся в лаборатории.

Порядок подготовки к выполнению лабораторной работы:

1. Студент должен являться на лабораторные занятия подготовленным к лабораторной работе, выполнение которой предусмотрено тематическим планом на соответствующую дату.

2. Предварительная подготовка к работе включает оформление первой и второй части отчета по соответствующей форме и выполнение задания для самостоятельной подготовки к указанной лабораторной работе с

использованием материалов лекций, учебника и данных методических указаний.

3. Отчет о предстоящей работе оформляется по следующей форме: дата выполнения работы, № лабораторной работы, название работы, I теоретическая часть, II практическая часть.

Теоретическая часть. В разделе излагаются основные понятия, законы, расчетные формулы, которые необходимо усвоить для сознательного выполнения эксперимента и грамотной обработки результатов. Перечень понятий и законов имеется в методических указаниях к соответствующей лабораторной работе в разделе «теоретическая база эксперимента», с использованием которых выводятся формулы для расчета определяемой в работе величины. В конце раздела приводятся решения и результаты выполнения заданий для самостоятельной подготовки к соответствующей лабораторной работе.

Порядок выполнения лабораторной работы. На лабораторном занятии студент участвует в индивидуальном собеседовании с преподавателем по содержанию предстоящей работы. Преподаватель делает заключение о готовности студента к работе по содержанию 1 и 2 частей отчета, результатам выполнения задания для самостоятельной подготовки, которые представляются в виде таблиц.

В случае достаточного уровня подготовки студент получает допуск к выполнению эксперимента и под наблюдением лаборанта выполняет работу в соответствии с планом эксперимента, вносит результаты измерений в таблицу, проверяет полученные результаты и правильность их записи у преподавателя. В случае неправильного измерения и записи полученных результатов студент повторяет измерения и корректирует записи результатов, поэтому результаты измерений на первом этапе целесообразно вносить карандашом. При достижении разумных результатов и правильного их внесения в таблицу необходимо привести в порядок рабочее место, сдать методические указания, оборудование дежурному или лаборанту и подписать таблицу экспериментальных данных у преподавателя. В этом случае студенту зачитывается выполнение эксперимента, далее ему следует приступить к обработке результатов и составлению следующего раздела отчета.

Расчеты и выводы. В разделе должны быть представлены:

1. Расчет опытного значения ($X_{\text{опытн.}}$) определяемой величины путем подстановки в расчетную формулу соответствующих табличных данных.
2. Расчет теоретического значения ($X_{\text{теор.}}$) определяемой величины по соответствующей формуле.
3. Расчет относительной ошибки (ε , %) с точностью до 0,1 %.

$$\% \varepsilon = (X_{\text{теор.}} - X_{\text{опытн.}} / X_{\text{теор.}}) \times 100.$$

При проведении расчетов и внесении числовых значений результатов измерений и расчетов в таблицу необходимо руководствоваться общими правилами по обработке результатов измерений.

После завершения III части отчета, если значение $\varepsilon \leq 10\%$, он сдается на проверку, т. е. помещается в имеющуюся в лаборатории папку «Отчеты по лабораторным работам, № группы и № подгруппы». После положительных результатов проверки отчета данная работа считается выполненной.

Студент допускается к экзамену по дисциплине, если им в течение семестра выполнены все предусмотренные тематическим планом лабораторные работы, получены положительные результаты.

3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Лабораторная работа № 1 Определение летучести и влажности полимера

Цель работы: определить влажность и летучесть заданного полимера.

Реактивы:

1. Полимер.
2. Вода.

Оборудование и посуда:

1. Электронные весы.
2. Стеклянные бюксы.
3. Шпатель.
4. Эксикатор.
5. Сушильный шкаф.

1.1. Определение летучести заданного полимера

Ход работы:

1. Масса бюкса, $m = \dots$ г.
2. Масса бюкса с 1 г полимера ($m_1 = \dots$ г).
3. Бюкс ставят в сушильный шкаф на 30 минут вместе с крышкой в открытом виде.
4. Через 30 минут извлекают бюкс из сушильного шкафа в эксикатор для охлаждения.
5. Взвешивают бюкс с полимером после сушки при 60°C ($m_2 = \dots$ г).
6. Вычисляют летучесть.

Расчет:

$$W_{\text{лет}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\%$$

1.2. Определение влажности заданного полимера

Ход работы:

1. Масса бюкса, $m = \dots$ г.
2. Масса бюкса с 1 г полимера, $m_{\text{вл}} = \dots$ г.
3. Бюкс ставят в сушильный шкаф на 60 минут вместе с крышкой в открытом виде.
4. Через 60 минут извлекают бюкс из сушильного шкафа в эксикатор для охлаждения.
5. Взвешивают бюкс с полимером после сушки при $80 - 100^\circ\text{C}$ в зависимости от природы полимера ($m_{\text{а.с.}} = \dots$ г).
6. Вычисляют влажность.

Расчет:

$$W_{\text{влаж}} = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{а.с.}}}{m_{\text{вл}}} \times 100\%$$

Вывод:

Лабораторная работа № 2

Определение влагопоглощения заданного полимера

Цель работы: определить влагопоглощение заданного полимера.

Реактивы:

1. Полимер.
2. Вода, водный раствор хлористого калия.

Оборудование и посуда:

1. Электронные весы.
2. Стеклянные бюксы.
3. Шпатель.
4. Эксикатор.
5. Сушильный шкаф.

Ход работы:

1. Высушенный до абсолютно сухой массы полимер в бюксе ставят в эксикатор с водой при различных давлениях насыщенного пара ($P / P_0 = 1$) и ($P / P_0 = 0,84$).

2. Через 60 минут вынимают бюкс, закрывают крышку и взвешивают на электронных весах.

Расчет проводят по формуле:

$$A = \frac{m_{\text{вл}} - m_{\text{а.с.}}}{m_{\text{а.с.}}} \times 100 \%,$$

где $m_{\text{вл}}$ – масса влажной целлюлозы, г; $m_{\text{а.с.}}$ – масса абсолютно-сухой целлюлозы, г; A – адсорбция паров воды, %.

Вывод:

Лабораторная работа № 3 Фракционирование полимеров

Цель работы: определить степень дисперсности заданного полимера по размерам гранул.

Реактивы:

1. Полимер.
2. H₂O.

Оборудование и посуда:

1. Сита с разными диаметрами отверстий.
2. Электронные весы.
3. Шпатель.

Ход работы:

1. 10 г заданного полимера помещают на предварительно взвешенное сито и ставят на подставку, закрывают крышку.
2. Интенсивно просеивают, пока масса в сите не станет постоянной.
3. Сито с оставшимся полимером взвешивают и определяют его массу.
4. Для следующего сита с меньшим диаметром отверстия берется просеянный через предыдущее сито полимер.
5. Определяют содержание остатка на сите.
6. Записывают полученные результаты.

1. Сито № 1

$m_{\text{сита}} =$

Масса заданного полимера для просеивания = 10 г

Масса сита с полимером после просеивания = ... г

Содержание остатка полимера на сите составляет – ...

2. Сито № 2

$m_{\text{сита}} =$

Масса полимера для просеивания = 10 г

Масса сита с полимером после просеивания = ... г

Содержание остатка полимера на сите составляет – ...

3. Сито № 3

$m_{\text{сита}} =$

Масса заданного полимера для просеивания = 10 г

Масса сита с полимером после просеивания = ... г

Содержание остатка полимера на сите № 3 составляет – ...

№ Опыта	Фракция с разм. частиц, мм	Масса полимера, %
1	0,9	
2	0,4	
3	0,06	
4	Сумма	
5	Потери	

Вывод:

Лабораторная работа № 4

Определение удельного объема, насыпной массы полимера

Цель работы: определить насыпную массу заданного полимера

Реактивы:

1. Полимер.
2. H₂O.

Оборудование и стеклянная посуда:

1. Цилиндр 25 мл.
2. Весы электронные.
3. Шпатель.

Ход работы:

1. Заполняют цилиндр заданным полимером ($m_{\text{цил+полимер}}$). Определяют массу полимера ($m_{\text{полимер}}$).
2. В предварительно взвешенный цилиндр наливают воду, взвешивают цилиндр с водой ($m_{\text{цил+вода}}$). Плотность воды (ρ) равна 1 г/см³.
3. Насыпную массу определяют по формуле.

Расчет:

$$m_{\text{цил}} = \dots \text{г}, m_{\text{цил+вода}} = \dots \text{г}, m_{\text{цил+полимер}} = \dots \text{г}, m_{\text{полимера}} = \dots \text{г}, m_{\text{воды}} = \dots \text{г},$$
$$m_1 = \frac{m_{\text{полимер}}}{V_{\text{цилиндра}}}, V_{\text{уд}} = \frac{1}{m_1}.$$

Насыпная масса (m_1)	
Удельный объем ($V_{\text{уд}}$)	

Вывод:

Лабораторная работа № 5

5.1. Полимеризация блочного полистирола

Цель работы: синтезировать полимер радикальной полимеризацией в блоке, определить скорость полимеризации при различных концентрациях инициатора.

Задание:

1. Провести полимеризацию в присутствии инициатора ДАК или перекиси бензоила, или персульфата калия при 80° – 90 °С.
2. Определить выход полимера в процентах.
3. Определить скорость полимеризации.

Оборудование и посуда:

1. Установка для полимеризации.
2. Электронные весы.
3. Шпатель.
4. Термометр.
5. Водяная электрическая баня.
6. Стеклообразные пробирки.

Реактивы:

1. Стирол (мономер).
2. Инициатор.

Ход работы:

Написать схемы реакций всех элементарных стадий процесса полимеризации стирола, инициируемого перекисью бензоила или динитрилом азо-бис-изомасляной кислоты (ДАК), или тиосульфатом калия ($K_2S_2O_8$) (инициирование, рост цепи, обрыв цепи, передачи цепи). В колбу, снабженную мешалкой и капельной воронкой или в пробирку, наливают заданное количество стирола. Из капельной воронки или пипеткой вводят рассчитанное количество инициатора (1 % от мономера). Колбу или пробирку встряхивают до полного растворения инициатора и проводят полимеризацию в соответствии с заданием при температуре 80 – 90 °С. Пробирку закрывают корковой пробкой. Время полимеризации: 4 – 6 часов в зависимости от инициатора и массы растворителя.

Обработка результатов:

Полученные данные сводят в таблицу.

Таблица 1 – Параметры полимеризации

Инициатор	Температура полимеризации °С	Время полимеризации час	Выход полимера		Скорость полимеризации % / час
			г	%	
-					

5.2. Полимеризация стирола в растворе

Цель:

1. Провести полимеризацию стирола в растворе.
Температура – 80 °С;
Инициатор – перекись бензоила или ДАК – 2 весовых процента от мономера;
Объем мономера – 3 мл;
Растворитель – дихлорэтан;
Время полимеризации – 4 часа.
2. Определить выход полимера в %.

Ход работы:

Взвешивают 3 пробирки:

- 1 – 3 мл стирола + 3 мл раствора инициатора и 1 мл дихлорэтана;
- 2 – то же, что и 1, но 2 мл дихлорэтана;
- 3 – то же, что и 1, но 3 мл дихлорэтана.

В колбе готовят раствор инициатора: 0,3 г инициатора растворяют в 13 – 14 мл стирола; пипеткой наливают по 3 мл приготовленного раствора в каждую пробирку; добавляют заданное количество растворителя; выдерживают 4 часа в водяной бане при 80 °С, охлаждают, вскрывают и осаждают полимер в этиловом спирте, промокают, сушат в чашках Петри на воздухе, а затем в термостате при 60 – 70 °С до постоянной массы.

Обработка результатов:

Полученные данные сводят в таблицу.

Таблица 2 – Параметры полимеризации

№ опыта	Загрузка													
	мономер		ин-р		р-ль		ин-р		р-ль		мономер		инициатор	
	мл	г	моль	г	%	мл	г	г/мл	моль/л	г/л	моль/л			
1														
2														
3														

Вывод:

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Крыжановский, В. К. Инженерный выбор и идентификация пластмасс / В. К. Крыжановский. – СПб.: НОТ, 2009. – 234 с.
2. Михайлин, Ю. А. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы / Ю. А. Михайлин. – СПб.: Профессия, 2006. – 623 с.
3. Наполнители для полимерных КМ: Справочное пособие / пер. с англ. под ред. Л. Г. Бабаевского. – М.: Химия, 1986. – 726 с.
4. Основы технологии переработки пластмасс / Под ред. В. Н. Кулезнева, В. К. Гусева. – М.: Химия, 1995. – 526 с.
5. Осовская И. И., Литвинов М. Ю., Васильева А. П. Технология полимеров. Применение и переработка. Самовосстанавливающиеся покрытия: учебное пособие / ВШТЭ СПбГУПТД. – СПб., 2020. – 80 с.
6. Осовская И. И., Полимерные материалы. Применение и переработка: учебное пособие / ВШТЭ СПбГУПТД. – СПб., 2017. – С. 89.
7. Осовская И. И., Савина Е. В., Левич В. Е. Эластомеры: учебное пособие / ВШТЭ СПбГУТД. – СПб., 2016. – 126 с.
8. Панова, Л. Г. Наполнители для полимерных композиционных материалов: учеб. пособие / Л. Г. Панова. – Саратов: Саратов. гос. техн. ун-т, 2010. – 68 с.
9. Саммерс, Дж. Поливинилхлорид / Дж. Семмерс, Е. Уилки, Ч. Даниэл. – СПб.: Профессия, 2008. – 723 с.
10. Стойе, Д. Краски, покрытия и растворители / Д. Стойе, В. Фрейтаг (ред.); пер. с англ. под ред. Э. Ф. Ицко. – СПб.: Профессия, 2007. – 528 с.
11. Технология полимерных материалов / под ред. В. К. Крыжановского. – СПб.: Профессия, 2008. – 533 с.
12. Уайт, Дж. Полиэтилен, полипропилен и другие полиолефины / Дж. Уайт, Д. Чой. – СПб.: Профессия, 2007. – 250 с.