

В.А. Седых, канд. техн. наук, проф.;
А.С. Казакова, канд. техн. наук, доц.;
М.С. Щербакова, канд. техн. наук, доц.
(ФГБОУ ВО «ВГУИТ», г. Воронеж, Российская Федерация)

УТОЧНЕНИЕ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕДЕЛЬНОЙ ВЯЗКОСТИ РАСТВОРА ПЭТФ С ПОМОЩЬЮ ВИСКОЗИМЕТРА ВПЖ-2

Полиэтилентерефталат (ПЭТФ) представляет собой продукт поликонденсации терефталевой кислоты или диметилтерефталата с этиленгликолем (гомополимер); терефталевой кислоты или диметилтерефталата с этиленгликолем и диэтиленгликолем (сополимер), белого или светло-кремового цвета, выпускается стабилизированным. Макромолекула имеет конформацию статистического клубка.

ПЭТФ хорошо перерабатывается литьем под давлением и экструзией (пленки). При производстве волокон и пленок молекулярная масса полимера составляет от 15 до 40 тыс., а при изготовлении преформ для выдувной тары – до 65 тыс. Он имеет узкое молекулярно-массовое распределение и представляет собой жесткоцепной полимер с малой скоростью кристаллизации [1].

Определение предельного числа вязкости ПЭТФ, соответствующего требованиям стандарта ГОСТ Р 51695-2000 [2], позволяет оценить качество получаемого полимера (в том числе вторичного) и выбрать метод переработки.

Цель работы – уточнение необходимых условий и процедуры проведения определения предельного числа вязкости раствора ПЭТФ с помощью двухрожкового вискозиметра серии ВПЖ-2.

Предельное число вязкости (дл/г) определяется для растворов ПЭТФ по ГОСТ 18249-72 [3] на вискозиметре любого типа по ГОСТ 10028-81 [4] с постоянной $0,1 \text{ мм}^2/\text{с}^2$. Согласно ГОСТ 10028-81 таким параметрам соответствуют вискозиметры: ВПЖ-1, ВПЖТ-1 с диаметром капилляра 1,16 мм, ВПЖ-2, ВПЖТ-2 с диаметром капилляра 0,99 мм. При этом согласно ГОСТ 18249-72 обязательным требованием к подбору диаметра капилляра вискозиметра является значение времени истечения чистого растворителя в пределах от 80 до 200 с.

В качестве растворителя согласно ГОСТ Р 51695-2000 используется смесь фенола с 1,2-дихлорбензолом, а также смеси фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном, что допускается ГОСТ Р 51695-2000. Растворение ПЭТФ проводится при непрерывном перемешивании при температуре 135-140°C в течение не более 15 мин. При использовании других типов растворителей, указанных в стандарте осуществляется

пересчет определения предельного числа вязкости.

Методика подготовки вискозиметра, вспомогательной посуды для проведения испытания соответствовала ГОСТ 18249-72. Также согласно этому стандарту изготавливались и растворы. Измерения проводили при 25°C, при этом уровень термостатирующей жидкости (воды) на 3 см выше верхнего колена вискозиметра.

В работе в качестве растворителя первоначально использовали смесь фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (50:50), что допускается ГОСТ Р 51695-2000. При использовании вискозиметра ВПЖ-1 с диаметром капилляра 1,16 мм время истечения чистой смеси растворителей составило меньше 80 с (32,0 с), как и при использовании вискозиметра ВПЖ-2 с диаметром капилляра 0,99 мм время истечения чистой растворителей также меньше 80 с (33,7 с).

Изменение соотношения дозировки компонентов в растворителе не привело к существенному увеличению времени истечения чистого растворителя.

Для смеси фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (60:40) при использовании вискозиметра ВПЖ-2 с диаметром капилляра 0,99 мм время истечения чистого растворителя составило также меньше 80 с (41,5 с), но при использовании данного соотношения растворителей наблюдается тенденция к увеличению времени истечения чистого растворителя.

В связи с вышеизложенным было принято решение в качестве растворителя использовать смесь фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (60:40) и уменьшить диаметр капилляра вискозиметра с целью увеличения времени истечения чистого растворителя.

Для смеси фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (60:40) при использовании вискозиметра ВПЖ-2 с диаметром капилляра 0,73 мм время истечения чистой смеси растворителей составило 94,8 с, что находится в требуемых пределах. При этом постоянная вискозиметра в данном случае составила 0,03 мм²/с².

Вискозиметр ВПЖ-2 погружали вертикально в термостат с термостатирующей жидкостью (водой). Вискозиметр заполняли 10 см³ растворителя/раствора. Через 15 мин термостатирования многократно определяли время истечения растворителя/раствора. Далее, вискозиметр извлекали из термостата, освобождали от растворителя/раствора, промывали ацетоном, сушили воздухом и обратно устанавливали в термостат.

С целью ускорения растворения ПЭТФ в смеси растворителей гранулы полимера дробились. Экспериментально подобрана начальная максимальная концентрации полимера в смеси фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (60:40) равная 0,07 ± 0,005 г/см³.

Навеску порошка ПЭТФ засыпали в предварительно взвешен-

ную мерную колбу объемом 10 см³ и ½ объема заполняли смесью растворителей. Заливать большее количество смеси растворителей не целесообразно по причине ее высокого температурного коэффициента объемного расширения. После чего мерную колбу (без пробки) разогревали в течении 10–15 мин при 135°С в воздушном термостате до полного растворения полимера. Далее мерную колбу извлекали из термостата, охлаждали до комнатной температуры и доливали до метки 10 см³ смесью растворителей комнатной температуры.

Полученный раствор ПЭТФ в мерной колбе взвешивали на аналитических весах, определяли его плотность, после чего закрывали пробкой и перемешивали взбалтыванием. Далее полученный раствор заливали в вискозиметр. Через 15 мин термостатирования многократно определяли время истечения раствора при 25°С.

Затем возвращали смесь растворов в мерную колбу с последующим взвешиванием на аналитических весах. После чего мерную колбу с раствором охлаждали до комнатной температуры и доливали до метки 10 см³ смесью растворителей. С учетом убыли массы раствора и ранее определенной плотности вычисляли следующую концентрацию раствора полимера.

Процедура пошагового уменьшения концентрации повторялась не менее 5 раз. Расчет концентрации проводили по ГОСТ 18249-72. Далее, вискозиметр извлекали из термостата, освобождали от раствора, промывали ацетоном, сушили воздухом и устанавливали обратно в термостат.

Полученные данные обрабатывались по ГОСТ 18249-72. Строилась линейная зависимость приведенной вязкости от концентрации растворов и определялась предельная (характеристическая) вязкость полимера.

Таким образом, определены необходимые условия замера предельной вязкости раствора ПЭТФ применительно к смеси фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (60:40) и вискозиметра ВПЖ-2, а именно:

- подобран диаметр капилляра вискозиметра равный 0,73 мм обеспечивающий продолжительность истечения указанной смеси растворителей более 80 с;

- определена начальная максимальная концентрация ПЭТФ для смеси фенола с 1,1,2,2-тетрахлорэтаном (60:40) позволяющая добиться увеличения продолжительности истечения в 1,2–1,4 раза по сравнению со смесью растворителей;

- уточнена процедура выполнения методики.

ЛИТЕРАТУРА

1. Макаров В. Г., Коптенармусов В. Б. Промышленные термопласты: Справочник. – М.: АНО «Издательство «Химия», «Издатель-

ство «КолосС», 2003. – 208 с.

2. ГОСТ Р 51695-2000 Полиэтилентерефталат. Общие технические условия.

3. ГОСТ 18249-72 Пластмассы. Метод определения вязкости разбавленных растворов полимеров.

4. ГОСТ 10028-81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия.

УДК: 541.18.041.2 : 541.64

Е.В. Чурилина, канд. хим. наук, доц.;

С.С. Никулин, д-р техн. наук, проф.;

Г.В. Шаталов, д-р. хим. наук, проф.

(ФГБОУ ВО «ВГУИТ», г. Воронеж, Российская Федерация)

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ СОПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ N,N-ДИАЛЛИЛ-N,N-ДИМЕТИЛАММОНИЙХЛОРИДА ДЛЯ ВЫДЕЛЕНИЯ БУТАДИЕН-НИТРИЛЬНОГО КАУЧУКА ИЗ ЛАТЕКСА

Возрастающий спрос на шинную, резинотехническую продукцию способствует развитию промышленности по производству синтетических каучуков. Особое место необходимо выделить каучукам, получаемым эмульсионной полимеризацией, из-за их широкого применения и комплекса важных свойств [1]. При внедрении новых технологий изготовления синтетических каучуков и модернизации действующих, необходимо учитывать требования региональной экологии [2]. Улучшить экологические показатели производства эмульсионных каучуков позволяет использование полимерных флокулянтов в процессах выделения из-за значительного снижения расхода коагулирующих агентов и предотвращения сброса со сточными водами большого количества солей и других компонентов эмульсионной системы. Широкое применение для промышленного выделения каучуков из синтетических латексов получают катионные полиэлектролиты, особенно на основе четвертичных солей аммония [3]. Среди которых большого внимания заслуживают полимеры N,N-диаллил-N,N-диметиламмоний хлорида (ДАДМАХ) благодаря его доступности и легкости полимеризации, но высокая стоимость данного коагулянта сдерживает внедрение в промышленности. Это является причиной дальнейших исследований по поиску более эффективных полимерных флокулянтов. При этом следует отметить, что применению катионных полимерных материалов в производстве бутадиен-нитрильных каучуков в литературных источниках должного внимания уделено не было.