

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
МІСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА імені О. М. БЕКЕТОВА

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
до виконання лабораторних робіт
з дисципліни

«СПЕЦІАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ СТРУКТУРИ ТА
ВЛАСТИВОСТЕЙ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ»

*(для студентів 1 курсу денної форми навчання
освітнього рівня «магістр» за спеціальністю
161 – Хімічні технології та інженерія)*

Харків
ХНУМГ ім. О. М. Бекетова
2020

Методичні рекомендації до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Спеціальні методи досліджень структури та властивостей композиційних матеріалів» (для студентів 1 курсу денної форми навчання освітнього рівня «магістр» за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія) / Харків. нац. ун-т міськ. госп-ва ім. О. М. Бекетова; уклад. : Г. І. Гуріна, Д. А. Бражник. – Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2020. – 47 с.

Укладачі : Г. І. Гуріна;
Д. А. Бражник

Рецензент

О. О. Мураєва, кандидат хімічних наук, доцент Харківського національного університету міського господарства імені О. М. Бекетова

Рекомендовано кафедрою хімії та інтегрованих технологій, протокол № 5 від 15.10.2019.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	4	
..		
Лабораторна робота № 1	Метод кількісного аналізу пігментів та наповнювачів.....	6
Лабораторна робота № 2	Методи кількісного аналізу хімічного складу органічних олігомерів.....	20
Лабораторна робота № 3	Фізико-механічні методи досліджень покриттів на основі термореактивних та термопластичних лакофарбових матеріалів.....	23
Лабораторна робота № 4	Фізико-механічні методи досліджень кінетики тверднення покриттів.....	27
Лабораторна робота № 5	Фізико-механічні методи досліджень виникнення внутрішніх напруг при твердненні покриттів.....	32
Лабораторна робота № 6	Метод іч-спектроскопії при дослідженнях композиційних матеріалів.....	34
Лабораторна робота № 7	Рентгенофазовий аналіз композиційних матеріалів та сировинних компонентів. Визначення змінення параметру кристалічних решіток за законом вульфа-брега.....	40
Лабораторна робота № 8	Метод диференційного термічного аналізу для дослідження полімерних композиційних матеріалів.....	43

ВСТУП

Методичні вказівки призначені для виконання лабораторних робіт з дисципліни «Спеціальні методи досліджень структури та властивостей композиційних матеріалів» для студентів 1 курсу денної форми навчання освітнього рівня «магістр» за спеціальністю 161 – Хімічні технології та інженерія.

Метою лабораторного практикуму є оволодіння студентами знаннями сучасних методів інструментального аналізу полімерних матеріалів та композицій на їх основі, критеріїв вибору найбільш інформативного методу аналізу а також здатностями до проведення ідентифікації та комплексного визначення хімічного складу полімерних матеріалів та їх композицій.

Серія лабораторних робіт в курсі «Спеціальні методи досліджень структури та властивостей композиційних матеріалів» присвячена саме одержанню студентами практичних навичок з використання інструментальних методів при ідентифікації високомолекулярних сполук та визначення хімічного складу і структури композитів. В ході виконання робіт студенти набувають досвіду з приготування зразків, проведення аналізу та інтерпретації результатів, визначення меж застосування окремих експериментальних методів.

На початку кожної лабораторної роботи наведені контрольні питання і вправи, відповіді на які дозволяють студентам удосконалити своє розуміння теоретичних і практичних знань з відповідних методів аналізу.

Лабораторні роботи розроблені для виконання протягом навчального семестру, а також можуть використовуватися для індивідуальної науково-дослідної роботи студентів.

Перед початком роботи в хімічній лабораторії студенти повинні ознайомитися з певними правилами и технікою безпеки роботи в хімічній лабораторії.

Загальні правила роботи й техніка безпеки для працюючих у хімічній лабораторії

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно суворо дотримуватися таких загальних правил безпеки:

1. Студенти обов'язково повинні працювати в халатах, вони зобов'язані підтримувати чистоту й порядок на робочому місці в лабораторії.

2. Слід точно дотримуватись порядку й послідовності операцій, вказаних у даних методичних вказівках. Не дозволяється приступати до виконання лабораторної роботи доти, доки студент не опанує всієї техніки її проведення.

3. Склянки з реактивами загального користування повинні знаходитись на визначеному місці; забороняється їх переносити на робочі столи. Слідкуйте за тим, щоб на всіх банках з реактивами були етикетки з написом назви речовини та її концентрації. Перед і після використання скляного посуду, його слід ретельно вимити.

4. Працювати в лабораторії слід обережно, не проливати і не просипати реактиви. Надлишки реактивів суворо забороняється зсипати чи зливати назад у склянку з чистими реактивами.

5. Досліди з легкозаймистими, леткими, вогнебезпечними, токсичними речовинами, або речовинами, які мають неприємний запах, слід проводити подалі від відкритого полум'я і у витяжній шафі.

6. Забороняється зливати в раковину залишки кислот, лугів, вогнебезпечні рідини й рідини з сильним запахом; їх треба зливати в спеціальні склянки.

7. Категорично забороняється пробувати на смак або запах хімічні речовини, або пити воду з хімічного посуду.

8. Забороняється під час нагрівання рідин і твердих речовин у пробірках спрямовувати їх отвором на себе, або в бік студентів, які знаходяться поряд; забороняється нахилитись над склянками, або заглядати в пробірку зверху, щоб уникнути нещасного випадку в разі можливого викиду нагрітої речовини або уламків скла.

9. Прилади, які необхідно нагрівати, або з яких будуть виділятися гази не слід залишати закритими.

10. Категорично забороняється вмикати без дозволу викладача будь-які прилади й рубильники.

11. При всіх роботах, коли можливе розбризкування їдких речовин (переливання кислот, лугів, або подрібнення чи розтирання в ступках, сплавлення та ін.) необхідно одягати захисні окуляри.

12. Для попередження бурхливого закипання і викиду рідини, яка нагрівається до кипіння, необхідно користуватись «кипілками» (шматочками подрібненого фарфору або скляні кільки). «Кипілки» забороняється додавати в нагріту до кипіння рідину, їх слід вносити тільки в холодну рідину.

13. Під час розведення концентрованих кислот, особливо сульфатної, слід лити її у воду, а не навпаки.

14. У разі виникнення непорозумінь стосовно виконання дослідів лабораторної роботи необхідно припинити роботу й звернутися до викладача.

15. На робочому місці категорично забороняється вживати їжу та пити воду. Після закінчення роботи необхідно як слід вимити руки.

16. По закінченню роботи необхідно привести в порядок своє робоче місце.

17. У разі нещасного випадку слід негайно звернутися до викладача.

Техніка безпеки під час роботи з газовими пальниками

Під час використання газових пальників, слід пам'ятати, що газ є отруйною і вибухонебезпечною речовиною. Неправильне й неохайне поводження з газовими пальниками може спричинити отруєння, пожежу, вибух. Потрібно спершу запалити сірник, а потім відкрити кран надходження газу. Слідкуйте за тим, щоб газ не проскочив у середину пальника. Якщо газ або зникає, або стає подовженим і горіння супроводжується свистінням, то це означає, що горіння відбувається всередині гумової трубки, що може привести до її займання. В цьому випадку негайно закрийте кран, зачекайте, поки пальник охолоне, і лише після цього знову запалюйте його, попередньо зменшивши приток повітря. В разі появи запаху газу в лабораторії негайно повідомте про це керівника практики, загасіть вогонь, відчиніть двері й вікна, вийдіть з лабораторії!

Допомога при термічних і хімічних опіках

У разі термічного опіку (полум'ям пальника або нагрітими предметами) уражене місце необхідно негайно протерти ватою, намоченою етиловим спиртом або розчином перманганату калію. В разі сильного опіку потрібно накласти стерильну пов'язку або накрити обпечене місце чистою тканиною і обов'язково звернутись до лікаря.

Концентровані кислоти (хлоридна, сульфатна, нітратна тощо) та луги їдкий натр, їдкий калій) при потраплянні на шкіру або в очі можуть завдати дуже тяжкі хімічні опіки. При опіках шкіри кислотою уражене місце слід негайно промити великою кількістю води, потім 3–5 %-ним розчином питної соди (гідрокарбонатом натрію) і знову ретельно промити водою. При потраплянні кислот або кислотної пари в очі, або до ротової порожнини, треба багаторазово промити їх струменем води, потім розчином питної соди та знову водою. При опіках шкіри їдкими лугами слід добре промити вражене місце водою (до зникнення відчуття слизькості), а потім 3–5 %-вим розчином оцтової (або борної) кислоти. В разі опіку очей лугом треба їх промивати під струменем води не менше 15 хв і негайно звернутися до лікаря.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 1

МЕТОД КІЛЬКІСНОГО АНАЛІЗУ ПІГМЕНТІВ ТА НАПОВНЮВАЧІВ

1.1 Завдання для самостійної роботи студентів

Задача № 1. Результати аналізу зразків літопону для встановлення вмісту сполук цинку в перерахунку на цинк сульфід наведені в таблиці 1.1. За даними, що наведені у запропонованому варіанті таблиці 1.1, знайти відсотковий вміст цинк сульфід у літопоні та винайти формулу пігменту і визначити тип літопону.

Таблиця 1.1 – Результати аналізу зразків літопону для встановлення вмісту сполук цинку в перерахунку на цинк сульфід

№ з/п	Вага пігмента літопона, г	Вміст цинк сульфід в літопоні, г	Відсотковий вміст цинк сульфід, %	Формула літопону	Тип літопону: нормальний, низько- або високовідсотковий
1	2	3	4	5	6
1.	20	5,880			
2.	20	5,480			
3.	20	5,000			

Продовження таблиці 1.1

1	2	3	4	5	6
4.	20	5,198			
5.	20	4,52			
6.	20	6,36			
7.	20	7,06			
8.	20	7,68			
9.	20	8,59			
10.	20	9,11			
11.	20	9,35			
12.	20	9,59			
14.	20	9,81			
15.	20	10,02			
16.	20	10,23			
17.	20	10,42			
18.	20	10,61			
19.	20	10,79			
20.	20	10,96			

1.2 Теоретичні положення

Пігменти і з'єднання, що входять до їх складу (за винятком домішок водорозчинних солей) зазвичай є речовинами нерозчинними або важкорозчинними у воді. Тому якісне визначення елемента, який входить до складу пігменту, вимагає переведення його у сполуки, що є розчинними у воді. Способи переведення елемента у водорозчинний стан і його кількісне визначення залежать від того, у вигляді якого з'єднання він міститься в пігменті і які інші речовини його супроводжують. Тому перед проведенням кількісного аналізу необхідно ретельно ознайомитися з методичними вказівками, звернувши особливу увагу на методи переведення з'єднання, що досліджується, в водорозчинний стан, його повноту відокремлення від інших речовин, що впливають на кількісне визначення елемента, і на умови, які забезпечують точність аналізу (повнота виділення елемента, рН середовища, температура, концентрація, наявність буферних солей тощо). Ретельне використання методичних вказівок, уважність, чистота і акуратність в роботі забезпечать отримання правильних результатів при аналізі пігментів.

Робота в лабораторії

Посуд і реактиви

1. Дистильована вода.
2. Оцтова кислота CH_3COOH (30 % конц.).

3. Хлоридна кислота.
4. NH_4OH , 25 % розчин.
5. Індикатор, 2 %-ий розчин ксіленолового помаранчевого.
6. Розчин 0,05 М трилону Б.
7. Калій діхромат.
8. Нітратна кислота.
9. Розчин натрій тіосульфату 0,05 М.
10. Розчин крохмалю.
11. Бюретка місткістю 25 мл.
12. Колби мірні (250, 500, 1 000 мл).
13. Конічна колба місткістю 250 мл.
14. Піпетки місткістю 10, 20 мл.
15. Аналітичні ваги
16. Термошафа.
17. Фарфоровий тигель.
18. Ексикатор.
19. Водяна баня.

1.3 Дослідна частина

Дослід 1.1 Визначення вмісту сполук цинку у літопоні

У літопоні визначити вміст цинк сульфідіду і вміст цинк оксиду. Кількість цинк сульфідіду у літопоні обумовлює такі пігментні властивості літопону як укривістість, розбілююча здатність, олієємкість тощо. Кількість цинк оксиду, який утворюється внаслідок гідролізу барій сульфідіду і окиснення цинк сульфідіду при прожарюванні впливає на світлостійкість літопона.

У нормальному літопоні загальний вміст сполук цинку в перерахунку на цинксульфід 29,5 % – теоретичне і не менше 28 % – нормоване. При аналізі високовідсоткових або низьковідсоткових літопонів, для яких відсутні нормовані значення, слід зіставити зміст цинксульфідіду, отриманого в результаті аналізу з теоретичними значеннями. У звіті необхідно вказати теоретичні, нормовані і отримані в результаті аналізу значення, а також їх розбіжність (у %).

Дослід 1.2 Визначення цинк сульфідіду у літопоні

Для визначення в літопоні вмісту сполук цинку в перерахунку на цинк сульфідіду літопон обробити хлоридною кислотою для переведення в розчин всіх з'єднань цинку.

Послідовність операцій при визначення в літопоні вмісту сполук цинку в перерахунку на цинк сульфідіду:

1. Літопон висушити до постійної маси при 105 °С і зважити 0,3 г з похибкою до 0,0002 г.

2. Пігмент перенести в склянку місткістю 250 мл, розчиняють у 10 мл концентрованої хлоридної кислоти, розведеної 1 : 1, і випаровують майже насухо у витяжній шафі.

3. Додати за допомогою піпетки з грушею 1 мл концентрованої нітратної кислоти, розведеної 1 : 1, і знову випарити.

4. Усклянку додати 100 мл дистильованої води, кількісно перенести отриману суспензію в мірну колбу об'ємом 250 мл і довести об'єм до мітки дистильованою водою.

5. Відфільтрувати вміст колби через паперовий фільтр (попередньо ретельно перемішати), відкинути перші 20–30 мл мутного фільтрату, решту фільтрату зібрати у чисту суху колбу.

6. Відібрати піпеткою 50 мл фільтрату в конічну колбу об'ємом 250 мл і нейтралізувати 25 %-м розчином аміаку, що додати по краплях розведеним 1 : 1, до рН = 2–3 за універсальним індикаторним папером.

7. Потім додати 7 мл буферного розчину*, 125 мл дистильованої води, 3–4 краплі індикатора – 2 %-го розчину ксіленолового помаранчевого і титрувати 0,05 М розчином трилону Б до переходу винно-червоного забарвлення в жовте.

Вміст сполук цинку в перерахунку на цинк сульфід X (%), обчислити за формулою:

$$X = (V \cdot 0,004872 \cdot 2,5 \cdot 100) / 2m$$

де V – об'єм точно 0,05 М розчину трилону Б, витраченого на титрування, мл; m – кількість літопона, г; 0,004872 – кількість цинк сульфід, що відповідає 1 мл точно 0,05 М розчину трилону Б, г.

Результати експериментальних даних занести до таблиці

Таблиця 1.2 – Результати визначення в літопоні сполук цинку в перерахунку на цинк сульфід

№ з/п	Назва пігменту	Формула пігменту	Вміст в літопоні сполук цинку в перерахунку на цинк сульфід (експ.)	Вміст в літопоні сполук цинку в перерахунку на цинк сульфід (теор.)	Відносна похибка, %

1.4 Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 1.2
- Висновки

Дата проведення роботи та підпис виконавця

Дослід 1.2. Визначення вмісту цинк оксиду в літопоні

Для визначення вмісту цинк оксиду літопон обробити оцтовою кислотою, що розчиняє тільки оксид цинку.

Послідовність операцій при визначення в літопоні вмісту цинк оксиду:

1. 10 г літопона, попередньо висушити до постійної маси, зважити з точністю до 0,02 г, внести у склянку об'ємом 250 мл, долити 100 мл 10% -го розчину оцтової кислоти і кип'ятити при перемішуванні скляною паличкою протягом 15 хв.
2. Розчин з осадом охолодити до 20-25 ° С, перенести у мірну колбу місткістю 250 мл, довести об'єм до мітки дистильованою водою і перемішати.
3. Відфільтрувати отриману суспензію через паперовий фільтр, відкинути перші 20-30 мл мутного фільтрату і зібрати наступні 100 мл фільтрату в чисту суху колбу.
4. Відібрати піпеткою 50 мл фільтрату в конічну колбу місткістю 250 мл, нейтралізувати 25% -м розчином аміаку, який додати по краплях розведеним 1: 1 до рН = 2-3 за універсальним індикаторним папером, додати 20 мл буферного розчину *, 100 мл води і 3-4 краплі ксіленолового помаранчевого. Титрувати розчином трилону Б до переходу винночервоного забарвлення розчину в жовтий.

Вміст сполук цинку в перерахунку на цинк оксид X (%) обчислити за формулою:

$$X = (V \cdot 0,004069 \cdot 5 \cdot 100) / a$$

де V - об'єм точно 0,05 М розчину трилону Б, витраченого на титрування, мл; a - кількість літопона, г; 0,004069 - кількість цинк оксиду, що відповідає 1 мл точно 0,05 М розчину трилону Б, г.

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця №1.2 Результати визначення в літопоні вмісту цинк оксиду:

№ п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	Вміст в літопоні цинк оксиду (експ.)	Вміст в літопоні цинк оксиду (теор.)	Відносна похибка, %

Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик

- Заповнена таблиця 1.2
 - Висновки
- Дата проведення роботи та підпис виконавця

Дослід 1.3. Визначення вмісту барій сульфату в літопоні

При обробці літопону 2 н. хлоридною кислотою барій сульфат залишається в осаді. Осад відфільтровують, сушать і зважують. За кількістю отриманого осаду визначають зміст барій сульфату у випробуваному пігменті.

Послідовність операцій при визначення в літопоні вмісту барій сульфату:

1. Літопон висушити при 105-110 ° С до постійної ваги і зважити 2,5 г з точністю до 0,01 г.
2. Пігмент перенести в склянку місткістю 250 мл, додати 30-50 мл 2 н. хлоридної кислоти, нагріти до кипіння і фільтрувати, збираючи фільтрат в колбу місткістю 500 мл.
3. Осад на фільтрі ретельно промити кілька разів гарячою дистильованою водою, після чого разом з фільтром обережно перенести у попередньо висушений фарфоровий тигель, зважений до постійної маси з точністю до 0,0001г.
4. Тигель з осадом перенести у термостат і висушити при 105-110 ° С протягом 30-40 хв. Потім нагріти тигель на газовому пальнику, фільтр обзолити, тигель з осадом помістити у муфельну піч і витримати в ній при 700-800 ° С 15-20 хв.
5. Охолодити тигель в ексікаторі до 18-20 ° С і зважити з точністю до 0,0001г.

Вміст барій сульфату X (%) визначити за формулою:

$$X = \frac{a}{m} \cdot 100,$$

де a - вага барій сульфату, г; m - кількість пігменту, г

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця №1.3 Результати визначення в літопоні вмісту барій сульфату:

№ п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	Вміст барій сульфату (експ.)	Вміст барій сульфату (теор.)	Відносна похибка, %

Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787

- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
 - Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
 - Заповнена таблиця 1.3
 - Висновки
- Дата проведення роботи та підпис виконавця
-

*Для буферного розчину розчинити в дистильційній воді 550 г натрій ацетату, довести об'єм розчину до 1л та додають 100 мл 1М розчину оцтової кислоти.

ДОСЛІД №2. ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОГО ВМІСТУ СПОЛУК СВИНЦЮ В СВИНЦЕВИХ КРОНАХ

В свинцевих кронах сполуки свинцю містяться у вигляді свинець (II) хромата і розчинних в оцтовій кислоті сполук свинцю, що представляють собою в основному свинець (II)оксид, який знижує світлостійкість кронів, якщо вихідний свинець (II) оксид не прореагував повністю при синтезі пігмента. Вміст розчинних в оцтовій кислоті сполук свинцю нормується і для окремих марок кронів не повинен перевищувати 1,3% (у перерахунку на PbO). При визначенні загального вмісту сполук свинцю крона розчиняють в мінеральній кислоті, а при визначенні свинець оксиду їх обробляють оцтовою кислотою, яка розчиняє тільки свинець (II) оксид.

Послідовність операцій при визначення в свинцевих кронах вмісту сполук свинцю:

1. Перенести в склянку місткістю 100 мл 0,15 г свинцевого крона, зваженого з точністю до 0,0002 г, додати 25 мл 3 н. розчину нітратної кислоти, накрити стакан годинниковим склом і у витяжній шафі нагріти його вміст до розчинення крона.
2. Перенести розчин у конічну колбу місткістю 500 мл, ретельно обполоснути стакан водою і довести об'єм розчину в колбі до 250 мл.
3. Розчин нагріти до кипіння і обережно виділити свинець, доливаючи 20 мл гарячого насиченого розчину калій діхромата. Після випадіння великих світлих кристалів суміш кип'ятити 5 хв для коагуляції, витримати 2-3 год для відстоювання і фільтрувати охолоджену суспензію. Осад промити на фільтрі гарячою водою, підкисленою 10% -й оцтовою кислотою, до повного знебарвлення фільтрату.
4. Промитий осад свинець (II) хромату змити гарячою водою в колбу, а фільтр промити гарячою концентрованою хлоридною кислотою, розбавленою 1: 4, злити її в ту ж колбу. Потім додати розчин хлоридної кислоти (1: 4) до повного розчинення осаду, долити 8-10 мл хлоридної кислоти щільністю 1,19 г / см³ і ввести 2 г калій йодиду. Накрити колбу годинниковим склом, перемішати розчин і витримати його протягом 5 хв.

5. У розчин додати 300-400 мл води і відтитрувати йод, що виділився, 0,1 н. розчином натрій тіосульфату в присутності крохмалю до переходу синьо-фіолетового забарвлення в зелене.

Вміст сполук свинцю в перерахунку на свинець оксид X (%) обчислюють за формулою:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0.007441 \cdot 100}{m}$$

де V - об'єм 0,1 н. розчину натрій тіосульфату, витраченого на титрування, мл; K - поправочний коефіцієнт до титру 0,1 н розчину натрій тіосульфату; m - кількість пігменту, г; 0,007441 - кількість свинець оксиду, відповідна 1 мл точно 0,1 н розчину натрій тіосульфату, г .

Нормований для окремих марок свинцевих кронів загальний вміст сполук свинцю відноситься до свинець сульфохроматів певного складу і не може бути перенесений на синтезований в лабораторії крон. Тому вміст сполук свинцю, розрахований виходячи із прийнятого в завданні складу сульфохромата, співвідносять з отриманим в результаті аналізу.

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця №2.1 Результати визначення в свинцевих кронах вмісту сполук свинцю в перерахунку на свинець оксид:

№п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	Вміст сполук свинцю в перерахунку на свинець оксид (експ.)	Вміст сполук свинцю в перерахунку на свинець оксид (теор.)	Відносна похибка, %

Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 2.1
- Висновки

Дата проведення роботи та підпис виконавця

ДОСЛІД №3. ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОГО ВМІСТУ СПЛУК ХРОМУ В СВИНЦЕВИХ КРОНАХ

Послідовність операцій при визначення в свинцевих кронах вмісту сполук хрому:

1. 0,1-0,2 г сухого свинцевого крона, зваженого з точністю до 0,0002 г, перенести в колбу місткістю 750 мл і при нагріванні до 34-40 ° С розчинити в 100 мл хлоридної кислоти, розведеної 1: 3.

2. Отриманий розчин охолодити, додати 2 г калій йодиду та 10 мл концентрованої хлоридної кислоти. Колбу накрити годинниковим склом, витримати 10 хв у темряві, потім долити 450 мл води і титрувати йод, що виділився, 0,1 н. розчином натрій тіосульфату в присутності крохмалю до переходу синьо-фіолетового забарвлення в зелене.

Вміст сполук хрому в перерахунку на CrO_3X (%) обчислюють за формулою:

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0.003333 \cdot 100}{m}$$

де V- об'єм 0,1 н. розчину натрій тіосульфату, витраченого на титрування, мл; K - поправочний коефіцієнт до титру 0,1 н. розчину натрій тіосульфату; m - кількість пігменту, г; 0,003333 - кількість CrO_3 , відповідне 1 мл точно 0,1 н. розчину натрій тіосульфату.

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця №3.1 Результати визначення у свинцевих кронах вмісту сполук хрому:

№п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	вміст сполук хрому (експ.)	вміст сполук хрому (теор.)	Відносна похибка, %

Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 3.1
- Висновки

Дата проведення роботи та підпис виконавця

ДОСЛІД №4. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ В ПІГМЕНТАХ РЕЧОВИН, ЩО РОЗЧИННІ У ВОДІ

Вміст у пігментах речовин, розчинних у воді (ІСО 787-3), впливає на захисні властивості пігментованих покриттів. Цей показник визначають шляхом зважування залишку після випарювання і сушіння водної витяжки. Навішування випробуваного пігменту залежить від вмісту в ньому водорозчинних солей і

вказується в ГОСТах, на окремі пігменти. Уразі відсутності цих даних для аналізу беруть наважку 10 г.

Послідовність операцій при визначення вмісту в пігментах речовин, що розчинні у воді:

1. Зважити 10 г пігменту з точністю до 0,01 г, помістити у склянку місткістю 300 мл, змочити 20-30 мл води, а потім додати 200 мл води.
2. Суспензію при постійному перемешуванні скляною паличкою нагрівати до кипіння, кип'ятити протягом 3-5 хв, після охолодити та перенести у мірну колбу місткістю 250 мл і довести водою об'єм до мітки.
3. Суспензію фільтрувати, перші 25-30 мл фільтрату відкинути, а з рештки фільтрату піпеткою відібрати 100 мл і перенести у порцелянову чашку, висушену попередньо до постійної ваги при 105 ° С. Розчин в чашці випарюють насухо на водяній бані, а потім висушують в термостаті при 105 ° С до постійної маси.

Вміст речовин, розчинних у воді, X (%) обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{z \cdot N}$$

де m - наважка пігменту, г; z - маса залишку після висушування, г; V – об'єм розведеної водою суспензії, мл, $V = 250$ мл; N - об'єм фільтрату, відібраного для висушування, мл, $N = 100$ мл.

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця №4.1 Результати визначення вмісту в пігментах речовин, що розчинні у воді:

№п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	вміст в пігменті речовин, що розчинні у воді (експ.)	вміст в пігменті речовин, що розчинні у воді (теор.)	Відносна похибка, %

Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787-3
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 4.1
- Висновки

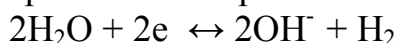
Дата проведення роботи та підпис виконавця

ДОСЛІД №5. ВИЗНАЧЕННЯ pH ВОДНОЇ ВИТЯЖКИ ПІГМЕНТІВ І НАПОВНЮВАЧІВ

1. Загальні положення

Метою роботи є визначення pH водної витяжки пігментів та наповнювачів.

Значення pH водної витяжки пігментів та наповнювачів відіграє важливу роль в процесах електрохімічної корозії металевих поверхонь, що фарбуються. Механізм дії протикорозійних пігментів основного типу з pH водної витяжки, що більший за сім одиниць, пов'язаний з блокуванням процесів електрохімічної корозії на катодних ділянках:



Значення pH водної витяжки та властивості протикорозійних пігментів наведені в таблиці №1.

Фізико-технічні властивості протикорозійних пігментів

Пігмент	Щільність, кг/м ³	Площина питомої поверхні м ² /г	pH вод. Витяжки	Розчинність воді, г/л	Укривістість, г/м ²	Оліємкість, г/100г	ГПК в пов. роб. зони
Грунтовочний цинковий крон	3500	5	7,2	1,5-1,7	220	20-65	0,03
Стронцевий крон	3750	2,5	7,5	-	100	25	0,02
Барієвий крон	4500	1,9	6,5	0,5	160	15	0,03
Основний карбонат свинцю	6600	-	-	-	-	-	0,01
Свинцовий сурик	8500	0,4	8,2	3	180	5-16	0,01
Цианамід свинцю	6100	-	8,2	-	60	18-24	0,01
Плюмбат кальцію	5800	0,4	8,5	5	-	9	0,01
Плюмбат барію	6000	-	8,5	-	-	-	0,02
Сілікохромат свинцю	3800	-	7,5	2	60	23	0,02
Фосфат цинку	3000	3,6	7,0	5	30	30	1,0
Фосфат хрому	2400	15	5,5	5	72	64	1,0

2. Об'єкти досліджень

Об'єктами досліджень для виконання лабораторної роботи «Визначення pH водної витяжки пігментів та наповнювачів» слугують протикорозійні пігменти: фосфати, ферити, хромати та металеві порошки.

3. Прилади та обладнання

- 3.1. Терези технічні з похибкою 0,01г
- 3.2. Стакани або колби скляні хімічні з пробками ємкістю 100 мл
- 3.3. Дистильована вода
- 3.4. Фільтрувальний папір
- 3.5. Універсальний індикаторний папір

4. Методика визначення pH водної витяжки пігментів та наповнювачів відповідно до міжнародного стандарту ІСО 787-9.

Міжнародний стандарт ІСО 787-9 встановлює наступний загальний метод визначення pH водної витяжки суспензії зразка пігменту і наповнювача.

Послідовність операцій при визначенні pH водної витяжки:

1. Вода дистильована повинна бути прокип'ячена перед вживанням для видалення вуглекислоти протягом 5-10 хв. Тривалість кип'ятіння не повинна перевищувати зазначений інтервал, щоб уникнути збільшення pH в результаті попадання лугу зі скла посудини для кип'ятіння. У воду при кип'ятінні та наступному зберіганні не повинно потрапляти повітря зважаючи на можливість швидкого поглинання водою вуглекислоти. Вода може залишатися відкритою не більше 30 хвилин після кип'ятіння.
2. Хімічний посуд для визначення реакції водної витяжки (колбу та стакан ємкістю 100 мл) слід ретельно обробити гарячим розчином хлоридної кислоти та потім промити водопровідною та дистильованою водою. В останній порції промивної води pH не повинно змінюватися.
3. Після підготовки до проведення роботи 5 г пігменту зважують на технічних вагах та розміщують в колбі і додають 45 мл дистильованої води до одержання 10% водної суспензії. Одержану суспензію перемішують на протязі 1 хвилини, відстоюють 5 хвилин та фільтрують у скляний стакан.
4. Значення pH водної витяжки визначають за допомогою універсального індикаторного паперу. Для визначення pH водної витяжки досліджують два паралельних зразка та знаходять середнє значення. Одержані експериментальні результати заносять до таблиці №2.

Таблиця №2. Результати експериментальних досліджень

№ п/п	Назва пігменту та його хімічна формула	Експериментальне значення pH водної витяжки пігменту	Нормоване значення pH водної витяжки пігменту

5. Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула протикорозійного пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787-9
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 2
- Висновки
- Дата проведення роботи та підпис виконавця.

ДОСЛІД №6. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ВОДИ У ПІГМЕНТАХ

Вміст води у пігментах впливає на здатність пігментів до диспергування, обумовлює реологічні характеристики пігментних паст, змінює час формування пігментованих покриттів, тощо.

Вміст води в неорганічних пігментах визначають ваговим методом, (ІСО 787-2) зважуючи наважку пігменту до і після висушування в термостаті при 105 ° С протягом 2 год.

Послідовність операцій при визначення вмісту води у пігментах:

1. Для проведення випробування 5-10 г пігменту помістити рівномірним шаром в бюкс, попередньо висушений до постійної ваги і зважений з точністю до 0,0002 г, закрити бюкс кришкою і зважити з такою ж точністю.
2. Потім відкритий бюкс з пігментом помістити в термостат. Після витримки в термостаті протягом 2 год при 105 ° С бюкс закрити кришкою, перенести в ексикатор з прожареним кальцій хлоридом і після охолодження зважити. Наступні зважування провести через кожні 30 хв до досягнення постійної маси, причому тривалість охолодження в ексикаторі повинна бути однаковою.

Вміст води в пігменті X (%) розрахувати за формулою:

$$X = \frac{(m - n) \cdot 100}{M}$$

де M - кількість випробуваного пігменту, г; m - маса бюкса з наважкою до висушування, г; n - маса бюкса з наважкою після висушування, г.

За результат вимірювання прийняти середнє арифметичне двох паралельних дослідів з припустимими відхиленнями, зазначеними в таблиці № 6.1

Таблиця 6.2

Вагова доля води, %	Припустиме відхилення між результатами паралельних дослідів, %
До 0,5	0,04
Св. 0,5 -1,0	0,07
≥ 1,0	0,15

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця 6.2 – Результати визначення вмісту води у пігментах

№п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	вміст води у пігменті (експ.)	вміст води у пігменті (теор.)	Відносна похибка, %

Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787-2
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 6.1
- Висновки

Дата проведення роботи та підпис виконавця

ДОСЛІД №6. ВИЗНАЧЕННЯ ЗМЕНШЕННЯ ВАГИ ПІГМЕНТУ ПРИ ПРОЖАРЮВАННІ

- Для визначення зменшення маси при прожарюванні пігмент спочатку висушують, а потім прожарюють при температурі, зазначеній в Гості на даний пігмент (ІСО 787-2).

Послідовність операцій при визначення зменшення ваги пігмента при прожарюванні:

1. Випробований пігмент висушити при 105 ° С до постійної маси.
2. Близько 3 г пігменту зважити з точністю до 0,0002 г, помістити в прожарений і зважений до постійної маси фарфоровий тигель і прожарити муфельній печі при температурі, зазначеній в Гості на даний пігмент, а при відсутності даних - при 700 ° С в протягом 2 год.
3. Потім тигель охолодити в ексікаторі з прожареним кальцій хлоридом і зважити. Наступні зважування проводити через кожні 30 хв прожарювання до досягнення постійної ваги. Тривалість витримки тигля в ексікаторі повинна бути однаковою.

Зменшення ваги пігменту при прожарюванні X (%) розрахувати за формулою:

$$X = \frac{(m-n) \cdot 100}{M},$$

де – m та n - вага пігменту до і після прожарювання відповідно, M -вага пігменту

Результати експериментальних даних занести до таблиці.

Таблиця №7.1 Результати визначення зменшення ваги пігменту при прожарюванні

№п/п	Назва пігменту	Формула пігменту	зменшення ваги пігменту при прожарюванні (експ.)	зменшення ваги пігменту при прожарюванні (теор.)	Відносна похибка, %

5. Звіт про виконання лабораторної роботи

Звіт про виконання лабораторної роботи повинен містити наступну інформацію:

- Назва та формула пігменту з посиланням на стандарт ІСО 787-2
- Призначення пігменту, характеристика складу та галузі застосування
- Реальні умови дослідження пігменту та випадки відхилення від стандартних методик
- Заповнена таблиця 7.1
- Висновки

Дата проведення роботи та підпис виконавця

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 2

МЕТОДИ КІЛЬКІСНОГО АНАЛІЗУ ХІМІЧНОГО СКЛАДУ ОРГАНІЧНИХ ОЛІГОМЕРІВ

2.1 Питання для самостійної підготовки

1. У чому суть методу нейтралізації, яка реакція лежить у його основі ?
2. Назвіть одиниці виміру кислотного числа олігомерів.
3. Які робочі розчини використовують у методі визначення кислотного числа? Якої концентрації їх готують і чому?
4. Які речовини використовують як вихідні для приготування спирто-толуольної суміші, які вимоги до них ставляться?
5. Які індикатори використовують у методі нейтралізації? Що таке інтервал переходу й показник титрування індикатора?
6. На чому ґрунтується вибір індикатора, яке значення при цьому має стрибок рН на кривій титрування?
7. Скільки мілілітрів 0,1М розчину КОН потрібно взяти, щоб визначити кислотне число алкідного олігомеру вагою 1г при к.ч.=20мгКОН/г?
8. Визначити кислотне число уралкідного олігомеру, якщо на титрування пішло 10мл 0,1М КОН, наважка олігомеру дорівнює 1.0100г.

2.2 Теоретичні положення

Сировина і готові плівкоутворювачі містять однакові функційні групи, тому зазначені методи придатні як для дослідження вихідних речовин, так і для готових плівкоутворювачів.

Кислотне число вказує кількість міліграмів Калій гідроксиду, яке необхідне для нейтралізації вільних карбоксильних груп, які містяться в 1 грамі досліджуваної речовини.

Для визначення кислотного числа органорозчинних олігомерів використовують спирто-толуольну суміш, яку перед проведенням аналізу слід перевірити на нейтральність середовища за допомогою індикаторного універсального паперу. У разі $pH \neq 7$, слід до ємкості зі спирто-толуольною сумішшю додати 1-3 краплі фенолфталеїну, якщо $pH > 7$ та нейтралізувати суміш додаванням декількох крапель розчину хлоридної кислоти. У разі $pH < 7$, слід додати декілька крапель індикатору метилового помаранчового та нейтралізувати суміш додаванням із бюретки декількох крапель 0,1М спиртового розчину Калій гідроксиду.

2.3. Робота в лабораторії по визначенню вмісту кислотного числа в смолі.

2.3.1. Посуд і реактиви

Досліджувана речовина;
Розчинник (спирто-бензольна суміш);
Калій гідроксид (0.1 М спиртовий р-н);
Натрій гідроксид(0.1 М р-р);
NaCl
фенолфталеїн
прилади:
Колба з притертою пробкою;
Піпетка.

2.3.2 Проведення лабораторної роботи

Для визначення кислотного числа у конічну (що зважена з точністю до 4-го знаку) колбу беруть навішування речовини (1–2 г), доливають 20 мл відповідного розчинника (для олії – спирто-бензольною суміш 1:1) і протягом декількох хвилин при збовтуючи дають речовині розчинитися. Розчин відтітовують 0,1 н спиртовим розчином КОН в присутності фенолфталеїна. Кислотне число розраховують за формулою

$$K.ч. = \frac{a \cdot F \cdot 5,6}{g}$$

Де а – кількість 0,1 н розчину КОН, витрачене на титрування, мл;
F – поправка до титру 0,1 н КОН;
g – навіска олії,г.

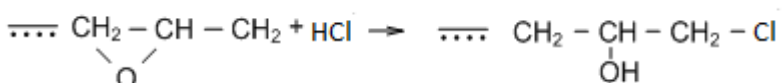
Проводять дві паралельні проби і при допустимому їх сходженні приймають середнє значення.

Для темнозафарбованих розчинів буває важко визначити кінцеву точку титрування.

В такому разі до розчину додають 10 мл насиченого розчину NaCl та 5 г сухого NaCl і відтитровують спиртовим розчином КОН у присутності фенолфталеїну. При цьому зафарбовані речовини залишаються у верхньому шарі розчинника, а в нижньому, водному шарі добре помітна зміна забарвлення індикатора.

2.4. Визначення епоксидного числа

К- епоксидне число смоли, %- кількість грамів епоксидних груп, що містяться в 100 грамах смоли. Метод базується на взаємодії хлористого водню з оксидами за реакцією



Непрореагований HCl титрують розчином лугу.

2.5 Робота в лабораторії по визначенню змісту епоксидних груп (епоксидного числа) в смолі

2.5.1 Посуд і реактиви

Епоксидна смола;
Соляна кислота (густина 1.19 г / см³);
ацетон;
Калій гідроксид (0.1 М р-р);
натрій гідроксид (0.1 М р-р);
прилади:
Колба з притертою пробкою;
Піпетка.

2.5.2 Проведення лабораторної роботи

Наважку епоксидного олігомеру (0,2 – 0,4 г), зваженої з точністю до четвертого знаку, переносять до круглодонної колби ємністю 250 мл та додають 50 – 75 мл ацетону. Після розчинення епоксиду в колбу додають з бюретки по 20 мл 0,5 М водного розчину HCl і кип'ячать із зворотним холодильником на водяній бані протягом 1 часу. По закінченню вказаного часу місткість колби охолоджують і титрують 0,5 М розчином КОН в присутності фенолфталеїну. Аналізують дві проби і одночасно проводять холостий дослід. Із отриманих результатів розраховують середнє значення. Епоксидне число розраховують за формулою:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F \cdot 0,0285 \cdot 100}{g}$$

де – об'єм 0,5 М розчину КОН, витраченого на титрування холостого досліду

об'єм 0,5 М розчину КОН, витраченого на титрування холостого досліду
Поправка дотитру 0,5 М розчину КОН
0,0285 – кількість епоксидних груп, що відповідають 1 мл 0,5 М розчину
КОН, г.

g – наважка епоксиду, г

Протокол

Висновки

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ ПОКРИТТІВ НА ОСНОВІ ТЕРМОРЕАКТИВНИХ ТА ТЕРМОПЛАСТИЧНИХ ЛАКОФАРБОВИХ МАТЕРІАЛІВ

3.1 Питання для самостійної підготовки

1. Яким чином класифікують полімерні матеріали по відношенню до температури?
2. Які фізичні стани характерні для термопластичних полімерів?
3. Дати визначення терміну «температура склування»?
4. Вказати температурні інтервали існування склоподібного, високо еластичного та в'язкотекучого станів?
5. Який критерій пластифікації застосовують для визначення ефективності дії пластифікаторів?
6. Навести приклади та охарактеризувати механізми пластифікації полімерних та олігомерних речовин?
7. Надати визначення модуля Юнга, напруги при розриві, відносного подовження при розриві?
8. Які одиниці виміру модуля Юнга, напруги при розриві, відносного подовження при розриві?
9. Навести формули для розрахунків модуля Юнга, напруги при розриві, відносного подовження при розриві.
10. Які пластифікатори заборонено застосовувати за Європейськими стандартами?.

3.2 Хід виконання лабораторної роботи

Метою лабораторної роботи є дослідження механічних властивостей вільних плівок термопластичних та термореактивних полімерних матеріалів та вивчення впливу кількості пластифікатора на властивості полімерних композицій на основі термопластичних та термореактивних полімерів.

Задачею лабораторної роботи є вивчення можливостей та особливостей методу дослідження механічної міцності полімерів за результатами одноосного розтягування за допомогою розривної машини.

Об'єкти дослідження:

Термопластичні полімерні зразки з поліметилакрилату, поліпропілену, поліаміду.

Термореактивні полімерні зразки з меламіноформальдегіду, епоксидного олігомеру ЕД-20 та композицій на його основі з пластифікаторами.

3.2.1 Методика експерименту

1. Одержати вільні плівки досліджуваних матеріалів та композицій, нарізати їх на шматочки завдовжки 1.5 см, шириною 2-5 мм, товщиною 0,1-0.5 мм

2. Визначити геометричні розміри зразків та занести результати вимірювань до таблиці 3.1

Таблиця 3.1– Геометричні розміри зразків термопластичних та термореактивних полімерів

№п/п	Назва зразку та розміри	Фактичні значення
1.	Поліметиакрилат	
	довжина	$l_0=10$
	ширина	$b=1.9\text{мм}$
	товщина	$\delta_1 = 0.3\text{мм}$
2.	Поліпропілен	
	довжина	
	ширина	
	товщина	

3. Встановити зразки вільних плівок між зажимами розривної машини та визначити константу приладу і записати криві розриву для досліджуваних зразків.

4. Розрахувати модуль Юнга, відносне подовження зразків при розриві, напругу при розриві на основі використання прикладів розрахунків та занести одержані результати до таблиці 3.2.

Таблиця 3.2 - Результати досліджень механічних властивостей вільних плівок полімерних матеріалів

№п/п	Назва зразку та мех. власт.	Формула	Фактичні значення
1	2	3	4
1.	Константа приладу		$\text{const}=0.1$ Н/мм
2.	Швидкість ленти-діаграми		$v_{\text{диагр}}=120$ мм/мин
3.	Швидкість зажимів		$v_p=10$ мм/мин.

Продовження таблиці 3.2

4.	Напруга при розриві	$P_1(\sigma) = \frac{h_\sigma * const}{b * \delta} = \frac{166 * 0.1}{1.9 * 0.3} = 29.12$	$29,12 * 10^6$ Н/м ²
5.	Відносне подовження, % для E	$\rho = \frac{v_P * a_\sigma}{l_0 * v_L} * 100\% = \frac{10 * 5.5}{10 * 120} * 100\% = 4.58$	4,58%
6.	Відносне подовження, %	$\varepsilon = \frac{h_E * const * l_0 * v_L}{a_E * b * \delta * v_p} = \frac{237 * 0.1 * 10 * 120}{5 * 1.9 * 0.3 * 10} = 997.9$	997,9%
7.	Модуль Юнга	$E = P(\sigma) / \rho$	$6,35 * 10^6$ Н/м ²

Приклади розрахунків:

1 зразок

b=1.9мм, $\delta_1 = 0.3$ мм

$v_p = 10$ мм/хв

$v_{\text{диagr}} = 120$ мм/хв

$l_0 = 10$

const=0.1Н/мм

$$P_1(\sigma) = \frac{h_\sigma * const}{b * \delta} = \frac{166 * 0.1}{1.9 * 0.3} = 29.12$$

$$\rho = \frac{v_P * a_\sigma}{l_0 * v_L} * 100\% = \frac{10 * 5.5}{10 * 120} * 100\% = 4.58$$

$$\varepsilon = \frac{h_E * const * l_0 * v_L}{a_E * b * \delta * v_p} = \frac{237 * 0.1 * 10 * 120}{5 * 1.9 * 0.3 * 10} = 997.9$$

2 зразок

b=2.2мм, $\delta_2 = 0.3$ мм

$v_p = 10$ мм/хв

$v_{\text{диagr}} = 120$ мм/хв

const=0.1Н/мм

$l_0 = 10$

$$P_2(\sigma) = \frac{h_\sigma * const}{b * \delta} = \frac{190 * 0.1}{2.2 * 0.3} = 28.79$$

$$\rho = \frac{v_P * a_\sigma}{l_0 * v_L} * 100\% = \frac{10 * 8}{10 * 120} * 100\% = 6.67$$

$$\varepsilon = \frac{h_E * const * l_0 * v_L}{a_E * b * \delta * v_p} = \frac{241 * 0.1 * 10 * 120}{7 * 2.2 * 0.3 * 10} = 625.97$$

3 зразок

b=2мм, $\delta_3 = 0.3$ мм

$v_p=10$ мм/хв

$v_{\text{диагр}}=120$ мм/хв

const=0.1Н/мм

$$P_3(\sigma) = \frac{h_\sigma * const}{b * \delta} = \frac{178 * 0.1}{2 * 0.3} = 29.67$$

$$\rho = \frac{v_p * a_\sigma}{l_0 * v_L} * 100\% = \frac{10 * 7}{10 * 120} * 100\% = 5.83$$

$$\varepsilon = \frac{h_E * const * l_0 * v_L}{a_E * b * \delta * v_p} = \frac{236 * 0.1 * 10 * 120}{6 * 2 * 0.3 * 10} = 786.67$$

$$P(\sigma)_{\text{ср}} = 29.19$$

$$\rho_{\text{ср}} = 5.69$$

$$\varepsilon_{\text{ср}} = 797.5$$

b=5мм, $\delta_3 = 0.1$ мм

$v_p=0.5$ мм/хв

$v_{\text{диагр}}=90$ мм/хв

const=0.1Н/мм

Таблиця 1

№ випробування	$h_\sigma, \text{мм}$	$a_\sigma, \text{мм}$	$h_E, \text{мм}$	$a_E, \text{мм}$
1	185.0	162.0	225.0	52.0
2	194.0	171.0	220.0	51.0
3	191.0	165.0	221.0	53.0
4	181.0	160.0	230.0	58.0
5	176.0	155.0	229.0	55.0

Таблиця 2

№	σ	ε	E
1	37	8.991	1558.8
2	38.8	9.49	1551.6
3	38.2	9.1575	1501.2
4	36.2	8.88	1429.2
5	35.2	8.6	1497.6
Середнє	37.08	9.02	1507.6

Таблиця 3

Матеріал	σ	ε	E
Поліметилакрилат	96	4.5	2900
ЭД-20	44.8	6.54	1856.58
ЭД-20 1%	37.08	9.02	1507.6
ЭД-20 3%	28.12	12.92	1211.04
Поліпропилен	29.19	5.69	797.5
Меламіно- формальдегід	60.84	1.6765	1799.79
Поліамид 6 (орієнтоване волокно)	942	18	3102

По закінченні роботи слід зробити висновки про залежність механічних властивостей від фізичного стану полімерів, впливу пластифікаторів на модуль Юнга, напругу при розриві та відносне подовження при розриві.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 4

ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ КІНЕТИКИ ТВЕРДНЕННЯ ПОКРИТТІВ

4.1 Питання для самостійної підготовки

1. Охарактеризувати механізми тверднення лакофарбових матеріалів.
2. Які речовини можна застосовувати для зменшення часу тверднення алкідних олігомерів?
3. Який механізм оксиполімеризаційних процесів тверднення олігомерів?
4. Який механізм дії сикативів при твердненні алкідних олігомерів?
5. Які чинники впливають на час тверднення лакофарбових покриттів за механізмами фізичного випаровування розчинників та термореактивних перетворень плівкотвірних олігомерів?
6. На чому ґрунтується вибір сикативу для різних типів алкідних плівкотвірних?
7. Чому при дослідженні кінетики тверднення лакофарбових покриттів за зміною умовної твердості покриттів слід визначати ступінь тверднення?
8. Чи відрізняються результати кінетичних досліджень тверднення лакофарбових покриттів, які одержані з використанням маятників Персоза та Кеніґа?

4.2 Визначення тривалості і ступеня тверднення лакофарбових матеріалів

4.2.1 Загальні відомості

Метод базується на здатності лакофарбових покриттів в залежності від ступеню тверднення утримувати на своїй поверхні скляні шарики або папір при заданому навантаженні і полягає у визначенні часу, протягом якого рідкий лакофарбовий шар перетвориться у плівку з необхідним ступенем тверднення.

Оцінка ступеня тверднення визначається за семібальною шкалою, характеристика якої наведена у таблиці.

Таблиця 4.1- Характеристики ступеней тверднення

Ступень тверднення	Характеристика поверхні покриття після випробувань
1	Скляні шарики вільно насипані на поверхню покриття повністю видаляються з неї м'якою волосяною тканиною, при цьому поверхня покриття не пошкоджується
2	Папір не прилипає до покриття і не залишає сліду після зняття навантаження 0,2 Н
3	Папір не прилипає до покриття і не залишає сліду після зняття навантаження 2,0 Н
4	Папір не прилипає до покриття після зняття навантаження 20 Н, при цьому на покритті видно слід після навантаження
5	Папір не прилипає до покриття не залишає сліду після зняття навантаження 20 Н
6	Папір не прилипає до покриття но залишає слід від навантаження 200 Н після її зняття
7	Папір не прилипає до поверхні і не залишає слід після зняття навантаження 200 Н

4.2.2 Матеріали, прилади й устаткування

Емаль ПФ-1126

Сикатив НФ

Сольвент

Папір типографський

Гумова пластина

4.2.3 Підготовка до випробувань

Скляні пластини розмірами 120×90×1,2 мм протирають тканиною, яка змочена ацетоном і сухою чистою тканиною. До емалі вводять сикатив НФ в

співвідношенні (по вазі) : на 100 частин – 4 частини сиккативу, перемішують і додають сольвентдо робочої в'язкості емалі 15 – 26 с за віскозиметром ВЗ 246 (у кількості не більш ніж 30 – 40 % від ваги емалі). Потімемаль фільтрують через сито зі сіткою №0125. Підготовлену емаль наносять на скляні пластини в один шар.

Нарізають папір діаметром 26 мм, а диски гуми 22 мм.

4.2.4 Хід визначення тривалості висихання до ступеню 2 – 7.

На ділянку покриття, віддалену на 1 – 2 см від краю пластини, накладають паперовий, а на нього гумовий диск. На середину останнього встановлюють гирю вагою 20 г і витримують протягом 60 ± 2 с. Потім знімають гирю і гумовий диск, а пластину вільно кидають ребром на дерев'яну дошку з висоти 2 – 3 см. Якщо при цьому паперовий диск відпадає, покриття досягло ступеню висихання 2, і можна приступати до визначення третього ступеню висихання, який встановлюють аналогічним чином, але із застосуванням гирі вагою 200 г. При досягненні ступеня висихання 3 після видалення паперового диска на покритті не повинно бути сліду.

При визначенні ступеню висихання 4 – 7 слід використовувати ричажне приладдя.

Після досягнення покриттям відповідного ступеню тверднення фіксують час, протягом якого покриття досягло того чи іншого ступеню висихання.

4.2.5 Розрахунок та визначення тривалості і ступеня висихання лакофарбових матеріалів

За результат випробувань приймають середнє арифметичне значення результатів вимірювань на трьох паралельних пластинках. Ступень тверднення вважається досягнутою, якщо з трьох паралельних визначень два відповідають характеристиці даного ступеню тверднення.

Результати іспитів записують до робочого журналу у вигляді таблиці 4.2.

Таблиця 4.2 - Визначення тривалості і ступеня висихання лакофарбових матеріалів

№	Покриття	Метод нанесення	Товщина покриття, мкм	Режим формування плівки		Ступінь висихання	Середня ступень висихання (з трьох паралельних іспитів)
				Температура, °С	Тривалість, хв.		

4.3 Визначення тривалості і ступеня висихання лакофарбових матеріалів

4.3.1 Підготовка до іспитів

Три скляні пластини готують і наносять емаль як вказано у п.4.2.3. Після нанесення першого шару зразок витримують при комнатній температурі 5 – 7 хв., а потім наносять другий шар емалі. Потім пластини з двошаровим лакофарбовим покриттям у горизонтальному положенні розміщують у термошафі і витримують при 80 °С протягом 1 години. Після цього зразок виймають із термошафи та охолоджують при кімнатній температурі впродовж 1 – 2 години.

4.4 Визначення відносної твердості покриття за методами маятника Кеніґа та Персоза при висиханні

4.4.1 Загальні відомості

Метод базується на зростанні швидкості затухання амплітуди кочення маятника зі зменшенням ступення отвердження покриттів.

4.4.2 Матеріали, прилади й устаткування

Емаль МЛ-1196

Сольвент

Ацетон

Маятниковий прилад

4.4.3 Підготовка та дослідження кінетики тверднення покриттів за маятником Кеніґа

Емаль розводять сольвентом до робочої в'язкості 18 – 22 с за допомогою ВЗ – 246 (сопло 4 мм), фільтрують через сито із сіткою № 02 та наносять на три скляні пластини розміром 120×90×1 мм. Скляні пластики попередньо протерти тканиною, змоченою ацетоном і насухо протерти чистою та сухою тканиною. Тверднення плівки проводять у термошафі при 100 °С протягом 30 хвилин. Товщина плівки повинна бути 30 - 35 мкм.

Визначають «скляне число».

Потім визначають число коливань на досліджуваній пластині.

Випробування повторюють 3 рази. Розраховують середнє значення числа коливань.

Відносну твердість покриття H розраховують за формулою:

$$H = \frac{\tau_1 - T}{\tau} \cdot n_1 / T \cdot n = \frac{n_1}{n}$$

де τ – тривалість затухання маятника на контрольних пластинах

τ_1 - тривалість затухання маятника на досліджуваних пластинах;

T- період затухання маятника;

n – число коливань маятника на контрольній скляній пластині;

n₁ число коливань маятника на досліджуваній пластині.

Іспити повторюють після додаткового часу витримки у термошафі протягом через кожні 20 хв. та будують криву залежності відносної твердості покриття від часу тверднення. Результати кінетичних досліджень заносять до таблиці 4.3.

Таблиця 4.3- Результати дослідження кінетики тверднення покриттів за маятником Кеніга

№п/п	Час затухання коливань маятника Персоза, с	Скляне число, с	Відносна твердість, Н, ум.од.

4.4.4 Підготовка та визначення кінетики твердіння покриттів визначення за методом Персоза

Підготовка пластин, емалі і отримання покриття здійснюється за методикою, що описана у визначенні відносної твердості за маятником Кеніга що зазначено у п. 4.4.3.

Визначення «скляного числа» – тривалість коливань маятника Персоза, що визначають за методикою, аналогічною для маятника Кеніга - п. 4.4.3.

Відносну твердість визначають за формулою яка наведена п. 4.4.3.

Дослідження повторюють після додаткового часу витримки у термошафі протягом кожних наступних 20 хв. Отримані результати записують до таблиці 4.4.

Таблиця 4.3- Результати дослідження кінетики тверднення покриттів за маятником Персоза

№п/п	Час затухання коливань маятника Персоза, с	Скляне число, с	Відносна твердість, Н, ум.од.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 5

ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ ВИНИКНЕННЯ ВНУТРІШНІХ НАПРУГ ПРИ ТВЕРДНЕННІ ПОКРИТТІВ

5.1 Питання для самостійної підготовки

1. У чому причина виникнення внутрішніх напруг при формуванні лакофарбових покриттів ?
2. В чому причина виникнення внутрішніх напруг при формуванні покриттів лакофарбового матеріалу наступного складу: нітроцелюлоза – 10%, дибутилфталат –5%, алкідний олігомери – 20%, пігмент залізний сурік - 25%, розчинник – 40%?
3. Яким чином пов'язані захисні властивості лакофарбових покриттів з виникненням внутрішніх напруг при твердненні покриттів?
4. Як впливає виникнення внутрішніх напруг при формуванні покриттів на комплекс експлуатаційних властивостей лакофарбових покриттів?
5. Охарактеризувати вплив ступеня наповнення композиційного полімерного матеріалу на внутрішні напруги при формуванні покриттів.

5.2 Загальні відомості

Метод базується на вимірюванні відхилення від початкового положення вільного кінця консольно-закріпленої пружної металевої пластини з лакофарбовим покриттям під впливом внутрішніх напруг, що виникають у покритті.

5.2.1 Матеріали, прилади й устаткування

Емаль ПФ-115
Сольвент
Уайт-спірит
Сикатив СО-1,2,5
Вискозиметр ВЗ-246

Зразок консоль складається з пластини – підложки 1, на яку нанесено лакофарбове покриття 2 підстави пластини.

5.2.2 Підготовка до виконання лабораторної роботи

Перед нанесенням емалі пластину 1 (підложку) шліфують абразивною шкуркою і обезжирюють уайт-спіритом. Потім вимірюють товщину підложки мікрометром у трьох місцях по довжині пластини. Паралельно готують 6 підложок.

Емаль ПФ 115 розводять сольвентом до в'язкості 30 с по ВЗ-246 (сопло 4 мм). Студент одержує індивідуальне завдання у викладача по кількості сикативу для тверднення покриттів.

Емаль ПФ-115 наносять на пластини підложки м'яким хорьковим пензлем.

5.2.3 Хід визначення

Пластинку – консоль, яка зафарбована емаллю ПФ-115, розміщують на підставку і усі шість зразків закріплюють на втулці гвинтами. Внутрішню напругу, що виникає у покритті та викликає прогин підложки, розраховують за зміненням відхилення консолі Δh , що фіксується оптичним мікроскопом. В процесі тверднення вимірювання проводять через 2, 6, 8, 24 і 120 годин. Після цього вимірюють довжину плівки l підсумкову товщину підложки та плівки $(l + \Delta l)$ у тих же трьох точках по довжині зразка підложки до нанесення емалі і розраховують товщину плівки Δl як середнє арифметичне з трьох вимірювань уздовж довжини підложки. Визначення Δh паралельно проводять на шести консолях.

5.2.4 Розрахунок внутрішніх напруг при твердінні покриттів

Внутрішні напруги $\sigma_{вн}$ (МПа) розраховують за формулою

$$\sigma_{вн} = \frac{\Delta h E^3}{3l^2(1 + \Delta l)\Delta t}$$

де Δh – відхилення пластини від початкового положення,

E – модуль пружності підложки, МПа (для сталі складає $1,96 \cdot 10^5$ МПа)

За величину внутрішніх напруг приймають $\sigma_{вн}$, яке розраховали за величиною Δh , що вимірювали після витримки зразка при кімнатній температурі протягом 120 годин.

Отримані результати оформлюють у вигляді графіку, де по осі абсцис - тривалість висихання плівки τ (год), а по осі ординат – величина внутрішніх напруг $\sigma_{вн}$ (Па).

По закінченні виконання роботи слід зробити висновки про вплив різних чинників на значення внутрішніх напруг при твердненні лакофарбових покриттів

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 6

МЕТОД ІЧ- СПЕКТРОСКОПІ ПРИ ДОСЛІДЖЕННЯХ КОМПОЗИЦІЙ- НИХ МАТЕРІАЛІВ

6.1 Питання для самостійної підготовки

1. Як отримують інфрачервоні спектри поглинання?
2. Що використовують як джерела і приймальний пристрій ІЧ-випромінювання у спектрофотометрі?
3. Від яких чинників залежить оптична щільність D?
4. Який принцип дії інфрачервоного спектрофотометра?
5. Які методи приготування зразків для ІЧ-аналізу використовують?
6. Як проводиться реєстрація спектрів поглинання?

Мета роботи: знайомство з методом інфрачервоної спектроскопії, отримання спектрів пропускання за допомогою інфрачервоного спектрометра SPECORD 75IR.

Завдання:

1. Вивчити будову і принцип дії ІЧ-спектрофотометра SPECORD 75 IR.
2. Освоїти порядок роботи на SPECORD 75 IR при знятті спектру.
3. Приготувати зразки для аналізу.
4. Зняти ІЧ-спектр дослідних зразків.
5. Використовуючи отримані спектри і табличні дані, ідентифікувати наявні в спектрі смуги поглинання.
6. Сформулювати висновки.

Прилади й матеріали:

спектрофотометр SPECORD 75IR,
скельця KBr,

ступка,

ніж,

мікрометр,

прес,

таблиця ліній поглинання в інфрачервоній області спектра,
зразки для отримання спектрів - 0,5-3 мг дослідної речовини.

6.2 Теоретичні відомості

Інфрачервона спектроскопія (ІЧС), розділ оптичної спектроскопії, що включає отримання, дослідження та застосування спектрів пропускання, поглинання і відбивання в інфрачервоній (ІЧ) області спектра. Інфрачервону область спектра, зазвичай, умовно поділяють на ближню (0,74 - 2,5 мкм), середню (2,5 - 50 мкм) і дальню (50 - 2000 мкм). При проходженні ІЧ-випромінювання через речовину відбувається його поглинання на частотах, що збігаються з деякими

коливальними і обертальними частотами молекул, або з частотами коливань кристалічної решітки. В результаті інтенсивність ІЧ-випромінювання на цих частотах падає - утворюються смуги поглинання. Це поглинання носить селективний характер і відбувається на тих частотах, які збігаються з деякими власними частотами коливань атомів в молекулах речовини і з частотами обертання молекули в цілому, а в разі кристалічної речовини - з частотами коливань кристалічної решітки.

Кількісний зв'язок між інтенсивністю випромінювання, що пройшло через речовину, інтенсивністю падаючого випромінювання і величиною, що характеризує поглинаючу речовину, дає закон Бугера – Ламберта – Бера, який визначає поступове ослаблення паралельного монохроматичного пучка світла при поширенні його в дослідній речовині.

Основні характеристики спектра ІЧ-поглинання - число смуг поглинання в спектрі, їх положення, яке визначається частотою ν (або довжиною хвилі λ), ширина і форма смуг, величина поглинання - визначаються природою (структурою і хімічним складом) дослідної речовини, а також залежать від агрегатного стану речовини, температури, тиску та ін.

Метод ІЧС, включає в себе отримання, дослідження та застосування спектрів пропускання, поглинання і відбивання в інфрачервоній області спектра. Але найбільш широке поширення набуло дослідження інфрачервоних спектрів поглинання, які виникають в результаті поглинання інфрачервоного випромінювання при проходженні його через речовину. Інфрачервоний спектр поглинання - унікальна в своєму роді фізична властивість речовини. Не існує двох сполук, з відмінними структурами, але однаковими інфрачервоними (ІЧ) спектрами. У деяких випадках відмінності в спектрах можуть бути практично непомітні, але вони завжди є. У більшості випадків ІЧ-спектр є "відбитком пальців" молекули, який легко відрізнити від спектрів інших молекул. Відомо, що положення піків поглинання характерне для окремих груп атомів, а його інтенсивність прямопропорційна їх концентрації в речовині. Звідси випливає, що вимірювання інтенсивності поглинання може дати інформацію про кількість даного компонента в складі зразка. За своїми можливостями метод майже універсальний. Зразки можуть бути рідкими, твердими або газоподібними. Вони можуть бути органічними або неорганічними, хоча неорганічні речовини іноді не дають добре виражених спектрів.

У звичайних умовах для ІЧ-випромінювання прозорі лише одноатомні гази і неполярні молекули (Ne, He, H_2). Крім цього ІЧС має ряд переваг перед спектроскопією у видимій і ультрафіолетовій областях, бо дозволяє простежити зміну всіх основних типів зв'язків в молекулах досліджуваних речовин. Інфрачервоний спектр дозволяє визначати структуру молекул, їх хімічний склад, моменти інерції молекул, величини сил, що діють між атомами в молекулі, відстань між молекулами, виявляти наявність сторонніх домішок (наприклад: аніонів електроліту). При використанні ІЧ-спектроскопії для визначення якісного та кількісного складу природних сумішей не відбувається руйнування речовин, що дозволяє застосовувати їх для наступних досліджень. Інфрачервоні спектри можуть бути отримані за допомогою спеціальних приладів - спектрофотомет-

рів. Метод ІЧ-спектроскопії зазвичай не дуже чутливий до домішок, якщо вони не перевищують 1%.

Позитивною особливістю методу інфрачервоної спектроскопії є те, що смуги поглинання одного і того ж виду коливань атомної групи різних речовин розташовуються в певному діапазоні ІЧ-спектра: наприклад, $3720-3550\text{ см}^{-1}$ діпазон валентних коливань груп $-OH$; $3050-2850\text{ см}^{-1}$ - груп $-CH, -CH_2, -CH_3$ органічних речовин. Число характеристичних смуг поглинання атомних груп, їх інтенсивність і положення максимумів, які спостерігаються на ІЧ-спектрах, дають уявлення про будову окремого з'єднання або про компонентний склад складних речовин. Інтенсивність смуг поглинання визначається величиною, що чисельно дорівнює енергії, яку поглинають атомні або функціональні групи зразка при проходженні через них інфрачервоних променів. Важливим діагностичним показником смуг поглинання є величина пропускання. Даний показник і концентрація речовини в досліджуваному об'єкті пов'язані оберненопропорційною залежністю, що використовується для кількісних визначень вмісту окремих компонентів.

Спектрофотометр SPECORD 75 IR автоматично реєструє інфрачервоні спектри пропускання досліджуваних проб в діапазоні хвильових чисел $4000 \div 400\text{ см}^{-1}$.

Завданням лабораторної роботи є аналіз органомодифікованого монтморилоніта методом інфрачервоної спектроскопії.

Характер взаємодії неорганічної матриці монтморилоніта $(Na,Ca)_{0,33}(Al,Mg,Fe)_2(Si_4O_{10})(OH)_2 \cdot nH_2O$ молекулами ЧАС алкілдиметилбензиламонію хлориду, де алкіл-суміш нормальних алкільних радикалів $C_{10}-C_{18}$ або $C_{12}-C_{14}$. . Формула: $[R(CH_3)_2(CH_2C_6H_5)N]^+Cl^-$, де $R = C_{10}H_{21}-C_{18}H_{37}; C_{12}H_{25}-C_{14}H_{29}$ можна вивчати методом інфрачервоної спектроскопії (спектрофотометр «Specord IR-75»).

Спектри поглинання в інфрачервоній області спектру для вихідних монтморилоніту, молекул інтеркалянтів та інтеркаляційних сполук

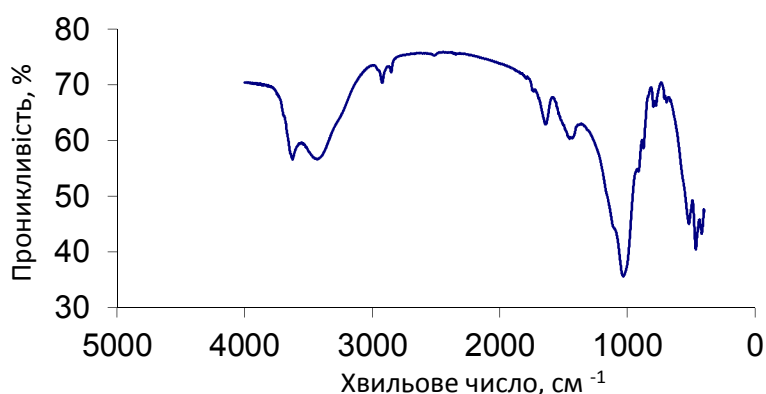


Рисунок 1 - ІЧ-спектр природного бентоніту Григорівського родовища.

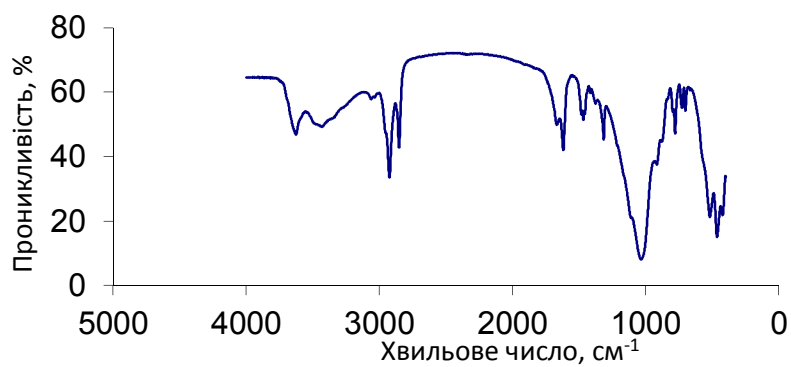


Рисунок 2 - ІЧ-спектр органіомодифікованого бентоніту катаміном АБ $([R(CH_3)_2(CH_2C_6H_5)N]^+Cl^-)$

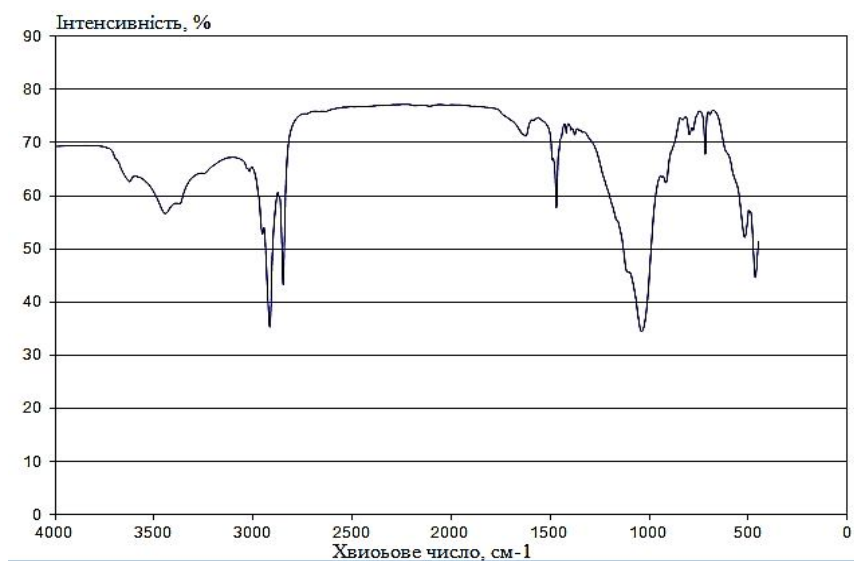


Рисунок 3 - ІЧ-спектр органіомодифікованого бентоніту кат аміном АБ $([R(CH_3)_2(CH_2C_6H_5)N]^+Cl^-)$ та малахітовим зеленим, H_3PO_3

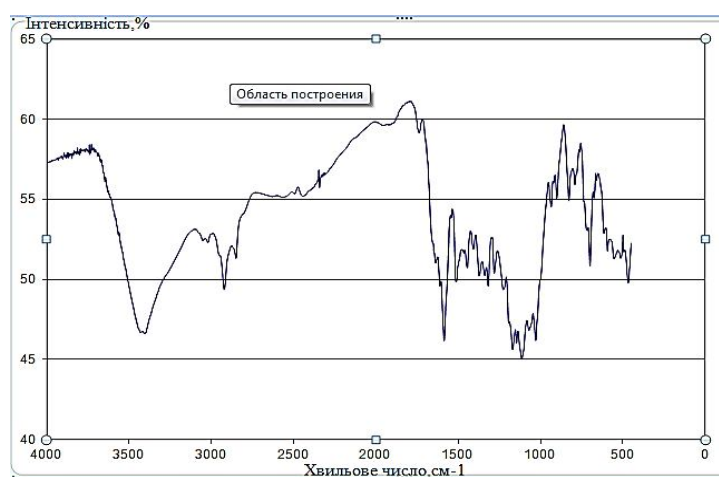


Рисунок 4 - ІЧ-спектр малахітового зеленого

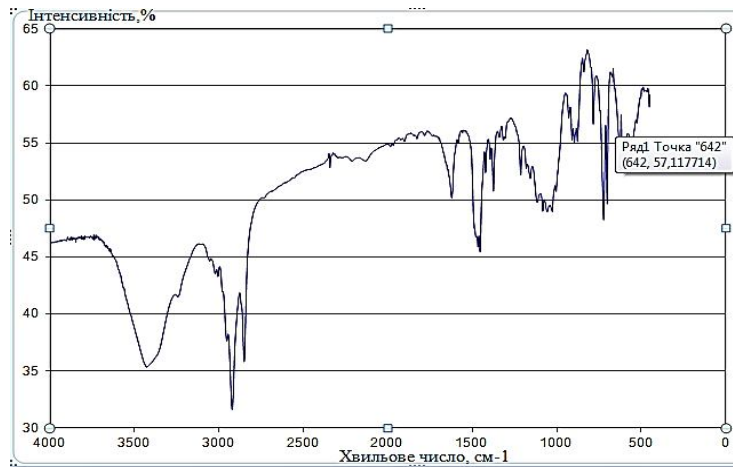


Рисунок 5 - ІЧ-спектр алкілбензилдиметиламоній хлориду

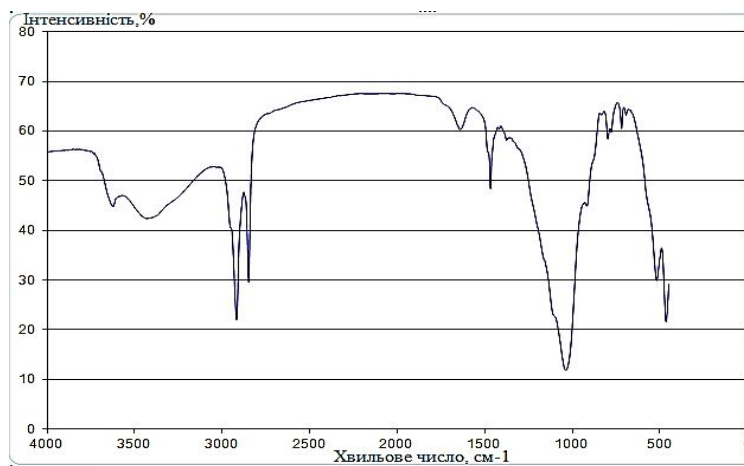


Рисунок 6- ІЧ-спектр вибіленого бентоніту, модифікованого диметилди-н-октадециламоній хлоридом

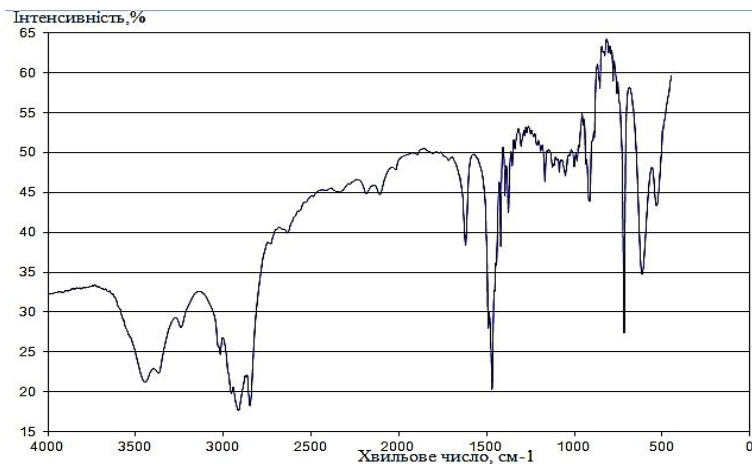


Рисунок 7- ІЧ-спектр диметилди-н-октадециламоній хлориду

При аналізі ІЧ-спектрів природних і модифікованих бентонітів виділяють дві основні області. У першій області $4000\text{-}3000\text{ см}^{-1}$ знаходяться смуги валентних коливань ОН-груп, пов'язаних з октаедричними катіонами, а також молекул води, асоційованих за допомогою водневих зв'язків. У другій області $1400\text{-}400\text{ см}^{-1}$ зосереджені смуги силікатної структури.

Аналіз спектрів досліджених систем в інфрачервоній області необхідно провести для:

1. Визначення змін в положеннях смуг поглинання функціональних груп неорганічної матриці та молекул інтеркалянтів різної хімічної будови.
2. Встановити, чи характерні виявлені зміни у ІЧ-спектрах для донорно-акцепторної взаємодії компонентів інтеркаляційних систем.
3. Зробити висновки про можливість утворення інтеркаляційних сполук у досліджених системах.

Звіт з виконання лабораторної роботи повинен містити таблиці (табл. 6.1) з занесеними значеннями положення максимумів полос поглинання у см^{-1} для наступних систем:

1. Бентоніт (рис.1), органомодифікований катаміном АБ бентоніт (2)
2. Бентоніт (рис.1), органомодифікований катаміном АБ бентоніт (2), органомодифікований бентоніт (3), малахітовий зелений (рис.4)
3. Бентоніт (рис.1), органомодифікований катаміном АБ бентоніт (рис. 2), алкілбензилдиметиламоній хлорид (рис.5).
4. Бентоніт (рис.1), вибілений бентоніт, модифікований диметилди-н-октадециламоній хлоридом (рис.6), диметилди-н-октадециламоній хлориду (рис.7)
5. Органомодифікований катаміном АБ бентоніт (рис.2), алкілбензилдиметиламоній хлорид (рис.5).

Таблиця 6.1 – Положення полос поглинання у ІЧ-спектрах досліджуваної системи

номер	Положення полоси поглинання, см^{-1}

У звіті необхідно проаналізувати зміни у ІЧ-спектрах досліджених систем та зробити віднесення полос поглинання до певних видів коливань функціональних груп відповідно до даних кореляційних таблиць. Результати роботи занести до табл. 6.2.

Таблиця 6.2 – Положення полос поглинання та у ІЧ-спектрах досліджуваної системи їх віднесення

номер	Положення полоси поглинання, см^{-1}	Віднесення полос поглинання

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 7

РЕНТГЕНОФАЗОВИЙ АНАЛІЗ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ ТА СИРОВИННИХ КОМПОНЕНТІВ. ВИЗНАЧЕННЯ ЗМІНЕННЯ ПАРАМЕТРУ КРИСТАЛІЧНИХ РЕШТОК ЗА ЗАКОНОМ ВУЛЬФА-БРЕГА

7.1 Питання для самостійної підготовки

1. У чому суть методу рентгенофазового аналізу?
2. Сформулюйте закон Вульфа-Брега
3. Про що свідчить наявність мало кутового галло на рентгенограмах інтеркаляційних сполук?
4. Яким чином пов'язані кути дифракції з міжшаровою відстанню?
5. Назвати одиниці виміру параметра c - міжшарової відстані.
6. Яким чином слід аналізувати рентгенограму для рентгенофазового аналізу?
7. Які значення λ використовують у розрахунках та з чим це пов'язано?

7.2 Загальні відомості

Рентгеноструктурний аналіз використовується, насамперед, для якісної й кількісної ідентифікації добавок, які присутні в більшості полімерних композицій, визначення присутності забруднень, а також оцінки залишкових кількостей різних елементів у полімерах і мономерах.

Для здійснення рентгенівського аналізу використовують інструменти двох типів - спектроскопію випромінювання по довжині хвиль і по їхній енергії.

РСА є найбільш широко використовуваним методом для вивчення нанокompatитних структур завдяки простоті використання, точності та доступності. Контролюючи стан, форму та інтенсивність основних відображень від дисперсних силікатних шарів в матриці, можна визначити структуру нанокompatиту (а саме, інтеркалірованих або екфаліірованну).

У інтеркалірованих нанокompatит, що повторюється багатошарова структура добре зберігається, що дозволяє визначити відстань між шарами. Інтеркаляція полімерних ланцюгів в силікатних шарах зазвичай збільшує відстань між шарами, що призводить до зміщення дифракційного піку в бік менших кутів дифракції (2θ).

У екфаліірованих нанокompatитах, дифракційні піки не спостерігаються. Це відбувається в основному через дуже велику відстань між шарами (тобто більше 8 нм), або відсутності впорядкованої структури глини. РСА є зручним методом для визначення відстані між шарами з силікатних шарів у вихідній шаруваті силікати і в інтеркалірованих нанокompatитів з точністю до 1-4 нм.

РСА є хорошим способом для оцінки відстані між шарами глини шаруватих силікатів і їх відносного порядку упаковки (рис. 7.1).

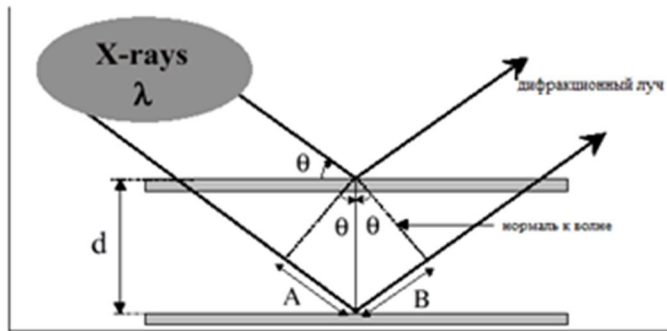


Рисунок 7.1. Схема дифракції рентгенівських променів

Мета роботи: визначення ступенів модифікації и d-відстані (відстані між кулями) монтмориллонита (мтт) нано-глини рентгеноструктурним аналізом.

Органофільная модифікація шаруватих силікатів зазвичай збільшує міжплоскостне відстань глини, що приводить до зміщення дифракційного піку в бік менших кутів дифракції.

Кут дифракції та значення відстані між шарами зв'язані за допомогою закону Брегга, вираженого в рівнянні:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta,$$

де λ відповідає довжині хвилі рентгенівського випромінювання,

d- відстань між поверхнями дифракційної решітки (міжплоскостне відстань),

θ -кут дифракції або кут ковзання, n- ціле число (порядок дифракції).

Щоб визначити ступінь дисперсії глини в полімерній матриці, дифракції рентгенівських променів повинні бути зроблені при малих кутах. Шляхом вимірювання міжплоскостним відстані шаруватого силікату глини (d001 пік відображення монтмориллонита), стає можливим визначити структуру нанокомпозиту.

Рентгеноструктурний аналіз вимірює значення відстані проміжного шару або d-відстань між NaММТ і ОргММТ, які отримують з положення піку d001 відображення в дифракційних картинах (рис. 7.2).

У порівнянні з NaММТ глиною, для ОргММТ спостерігається зменшення кута дифракції та збільшення відстані між шарами глини, це означає, що Інтеркаляція модифікуючого агента (солі амонію) в шари ММТ глини шляхом іонообмінної реакції пройшла успішно.

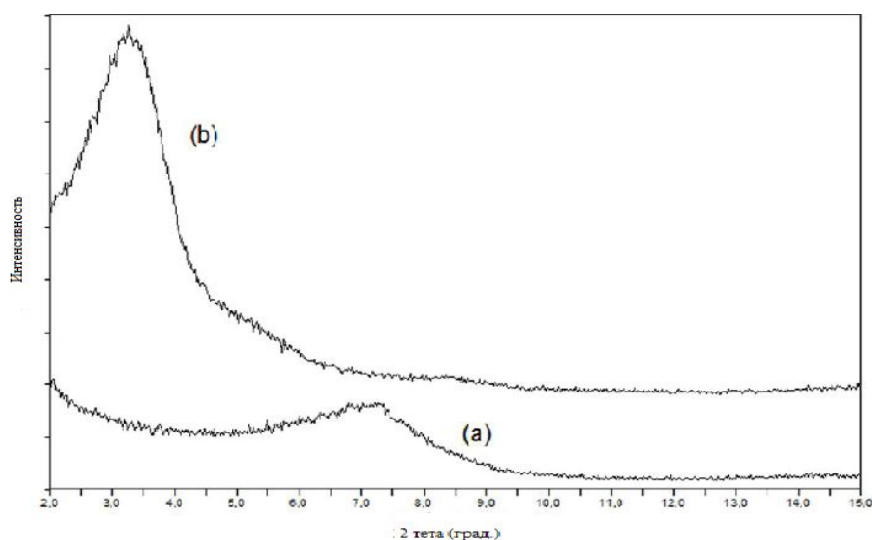


Рисунок 3. Рентгенівські дифрактограми (а) NaMMT і (б) ОргММТ глини

7.3 Хід визначення

Матеріали:

1. Монтморилоніт натрію (NaMMT)
2. Органофільний ММТ (ОргММТ)

7.3.1 Методика визначення

Структурна характеристика за допомогою РСА проводиться для порошкоподібних або зразків у вигляді тонких плівок. Для вимірювання міжплоскостним відстані (d_{001} відображення) NaMMT і ОргММТ, метод РСА проводиться на дифрактометрі працюючим при 40 кВ і 40 мА зі швидкістю сканування 2 0мін-1 з використанням $\text{CuK}\alpha$ -випромінюванням ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$).

Дифракційні картини записуються в режимі відображення більш 2θ діапазоні від 1,5 до 150 зі швидкістю 20хв-1. Вимірювання проводяться з кроком рівним 0,020. Відстані між шарами (d_{001}) обчислюється на основі рівняння Брегга: $n\lambda = 2d\sin\theta$, де λ -довжина хвилі і θ є кутом Брегга, n - порядок дифракції.

7.3.2 Результати

Порівняти величину d для ОргММТ глини з NaMMT глиною

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 8

МЕТОД ДИФЕРЕНЦІЙНОГО ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ ПОЛІМЕРНИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

8.1 Питання для самостійної підготовки

1. В чому відмінність методу диференційного термічного аналізу та скануючої калориметрії?
2. Скільки кривих на термограмах приладу «Paulik-.Paulik-Erdey» та яку інформацію про полімерні композиційні матеріали можна отримати в результаті їх аналізу?
3. Як впливають умови експерименту в методі ДТА на результати аналізу?
4. Яким чином можна кількісно визначити значення теплових ефектів за методом ДТА та в чому полягає причина більшої достовірності результатів ДСК?
5. Як визначити тип теплового ефекту за кривою ДТА?
6. Як може змінитися положення максимуму швидкості втрати маси зразком при зменшенні швидкості підйому температури?
7. Для чого при аналізі полімерних композиційних матеріалів методом ДТА використовують азот, аргон?

8.2 Загальні відомості

Метод термогравіметричного аналізу полягає у вимірі втрат ваги зразком у міру його безперервного нагрівання. Використовувана для реалізації цього методу техніка досить проста. Типова апаратура складається з аналітичних ваг, програмувальної печі, що нагрівається від електрики, і записуюче обладнання. Цей метод дуже корисний для дослідження полімерів з різними добавками й наповнювачами, зміст яких визначається по вазі. Так, наприклад, зміст скловолокон і мінеральних наповнювачів у полімері може бути визначене шляхом повного спалювання полімеру в інертній атмосфері. Незгорілий залишок містить тільки скло й інертні наповнювачі.

Метод термогравіметричного аналізу також використовується для ідентифікації інгредієнтів у сумішах, які різняться по відносній стабільності індивідуальних компонентів.

Теплові характеристики зазвичай визначаються як методи, в яких властивості зразка безперервно вимірюються за допомогою заздалегідь визначеного температурного профілю. Основні термічні методи – дифференціально-скануюча калориметрія (ДСК), термогравіметричний аналіз (ТГА), динамо механічний аналіз (ДМА), температура теплової деформації, і кінчна калориметрія. Термічний аналіз заснований на визначеній зміні теплосодержання (ентальпії), або питомої теплоємності зразка під дією температури.

Термогравіметричний аналіз (ТГА) включає безперервне зважування невеликого зразка (близько 10 мг) в контрольованій атмосфері (наприклад, повітря або азоту). На малюнку 3 показана ТГА втрата ваги і похідні термограмм (ПТГ) отриманих в атмосфері азоту для глини і органічно модифікованої глини.

Термічна стабільність матеріалів зазвичай оцінюється за допомогою ТГА, при цьому втрати маси зразка за рахунок випаровування продуктів розкладання досліджується як функція зміни температури. Коли нагрів здійснюється в атмосфері інертних газів, таких як азот або гелій відбувається неокислювальне розкладання, використання повітря або кисню дозволяє здійснювати окиснювальну деструкцію зразка.

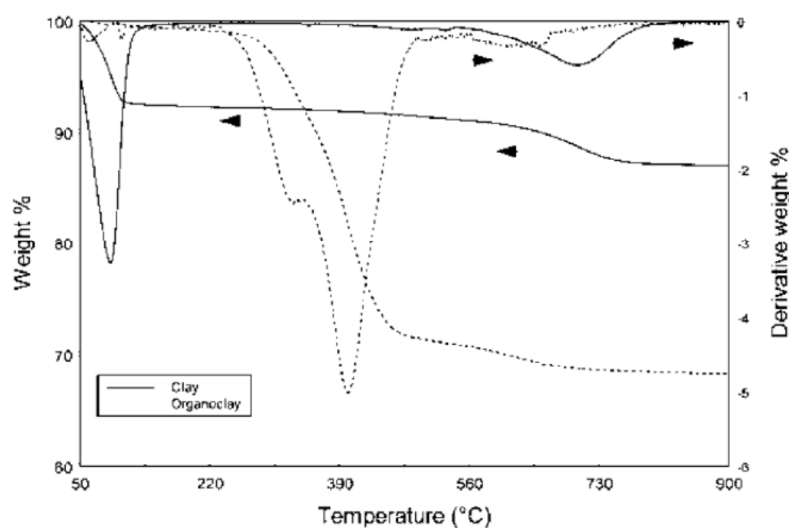


Рисунок 8.1 – ТГА та ПТГ глини і органоглини в атмосфері азоту.

Наявність органічної складової в структурі ММТ після модифікації при іонообмінній реакції також може бути підтверджено за допомогою ТГА, в якості додаткового методу до РСА. Відмінності у втраті ваги гідрофільних ММТ і органофільних ММТ дають уявлення про кількість органічних компонент, приєднаних до глини.

На рис. 8.2 порівнюються температури початку розкладання і значення втрати ваги ТГА NaММТ і ОргММТ глини. В порівнянні з чистим NaММТ, ОргММТ глина зазвичай має відносно низьку температуру розкладання і більш високі значення втрати ваги в результаті деструкції інтеркальованих і поверхнево приєднаної солі аміну, що вказує на успішну модифікацію ММТ глини.

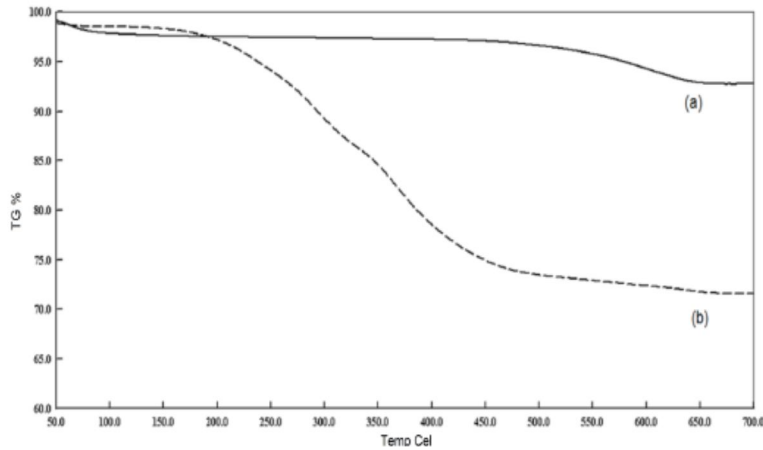


Рис. 8.2 – Термограмми (а) NaMMT і (б) ОргММТ глини

8.3 Термогравіметричний метод вивчення деструкції полімерних діелектриків

Мета роботи: вивчення можливостей і особливостей методу диференціального термічного аналізу для дослідження термодеструкції полімерних діелектриків.

Об'єкти досліджень:

ЕФУ + ланолінова кислота (каталізатор Zn),
фурфурілгліцидного ефір

8.4 Методика обробки термограмм

Для визначення температури, при якій визначається в% втрата маси, аналізуємо криві T і TG.

$$T_d = 95\%$$

$$T = 380^\circ\text{C}$$

Складаємо таблицю експериментальних даних для досліджуваного зразка ПФ зі зміни маси в результаті підвищення температури від 50 до 470 °С.

№	T, °C	$[(m_0-m)/ m_0]*100, \%$	№		$[(m_0-m)/ m_0]*100, \%$
1.	260	5	6.	380	30
2.	280	10	7.	410	35
3.	320	15	8.	440	40
4.	350	20	9.	450	45
5.	370	25	10.	470	50

Початок термодеструкції полімерного матеріала при 5% -ій втраті маси відповідає температурі 260°C, максимальна втрата маси, що встановлюється за даними кривої швидкості втрати маси зразком, спостерігається при температурі 120°C і 440°C.

Процеси тверднення ПФ зразка супроводжуються екзоефектом, тобто перебігають з виділенням теплоти.

Порівняльний аналіз досліджуваних зразків дозволяє зробити висновок, що температура, при якій втрачається 5% маси зразка залежить від хімічної будови полімерного діелектрика.

ОЭА + ЭФУ	340°C
ЛК + ЭФУ	380°C
ПФ + ЭФУ	250°C
ПФ	260°C

Зразок № 2 характеризується найбільшим ступенем зшивання, а отже більшим числом вузлів зшивання макромолекул у структурі тривимірного сітчастого полімеру. Введення ПФ олигомера в ЕФУ призводить до незначної втрати термостійкості. Експеримент проводився при швидкості нагріву зразків 10 °С / хв.

Висновок: метод ДТА при дослідженні термодеструкції полімерних композиційних матеріалів дозволяє визначити температуру початку деструкції, температури фазових перетворювань, температури максимальної швидкості втрати маси зразком, а також характеризувати теплові ефекти: екзо і ендо-, які супроводжують процес деструкції.

Виробничо-практичне видання

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до виконання лабораторних робіт з дисципліни

**«СПЕЦІАЛЬНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ СТРУКТУРИ ТА
ВЛАСТИВОСТЕЙ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ»**

*(для студентів I курсу денної форми навчання
освітнього рівня «магістр» за спеціальністю
161 – Хімічні технології та інженерія)*

Укладачі: **ГУРІНА** Галина Іванівна,
БРАЖНИК Діна Анатоліївна

Відповідальний за випуск *І. С. Зайцева*

За авторською редакцією

Комп'ютерне верстання *Є. Г. Панова*

План 2020, поз. 95М

Підп. до друку 13.05.2020. Формат 60 × 84/16.
Друк на ризографі. Ум. друк. арк. 2,7.
Тираж 50 пр. Зам. №

Видавець і виготовлювач:
Харківський національний університет
міського господарства імені О. М. Бекетова,
вул. Маршала Бажанова, 17, Харків, 61002.
Електронна адреса: rectorat@kname.edu.ua
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи:
ДК № 5328 від 11.04.2017.