

Издание учебное

Буканов Александр Михайлович
Кузин Владимир Сергеевич
Овсянников Николай Яковлевич
Наумова Юлия Анатольевна
Под ред. проф. Люсовой Людмилы Ромуальдовны

К лабораторному практикуму:

Основы технологии переработки эластомеров

Учебно-методическое пособие

Подписано в печать _____. Формат 60x84 1/16. Бумага писчая.
Отпечатано на ризографе. Уч.-изд. л. 1,2. Тираж 100 экз.
Заказ №

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования «Московский
государственный университет тонких химических технологий имени
М.В.Ломоносова»

ИПЦ МИТХТ им. М.В.Ломоносова

119571, Москва пр. Вернадского , 86.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования «Московский государственный
университет тонких химических технологий имени М.В.Ломоносова»

кафедра Химии и технологии переработки
эластомеров им. Ф.Ф.Кошелева

Л.Р. Люсова, А.М. Буканов, В.С. Кузин,
Н.Я. Овсянников, Ю.А. Наумова

Учебно-методическое пособие

к лабораторному практикуму:

ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ ЭЛАСТОМЕРОВ



МОСКВА 2011

УДК 678.063:678.074(075.8)

ББК 22.18

Рецензент: д.т.н., проф. Власов С. В., профессор кафедры Химии и технологии переработки полимеров и полимерных композитов

Рекомендовано к изданию кафедрой *Химии и технологии переработки эластомеров им. Ф.Ф. Кошелева* МИТХТ им. М.В.Ломоносова (протокол №1 от 30.08.2011)

Позиция № 226

Под ред. Люсовой Л. Р. К лабораторному практикуму: **Основы технологии переработки эластомеров** // Учебно-методическое пособие. М.: ИПЦ МИТХТ им. М. В. Ломоносова, 2011, стр. 52; рис. 7; табл. 5., 22 ист.лит.

Учебно-методическое пособие предназначено для студентов IV курса бакалавриата по направлению 240100.62 «Химическая технология», специалитета 240502.65 «Технология переработки пластических масс и эластомеров» по курсу: «Принципы технологии переработки полимеров» подготовлены к изданию преподавателями кафедры химии и технологии переработки эластомеров: проф. Букановым А.М., доц. Кузиным В. С., доц. Овсянниковым Н.Я., доц. Наумовой Ю.А. под общей редакцией заведующего кафедрой д.т.н., проф. Люсовой Л. Р.

©МИТХТ им. М.В. Ломоносова, 2011

СОДЕРЖАНИЕ

1. Содержание и организация лабораторного практикума	3
1.1. Введение	3
1.2. Задачи практикума	3
1.3. Организация лабораторного практикума	4
2. Методы испытаний, применяемые в лабораторных работах	8
3. Методические указания к проведению исследовательской части практикума.	13
3.1. Виды и содержание заданий.	13
3.2. Приготовление рабочих навесок резиновых смесей	15
3.3. Проведение испытаний для оценки технологических свойств резиновых смесей	18
3.4. Подготовка образцов для определения оптимального времени вулканизации	19
3.5. Определение оптимального времени вулканизации резин	21
3.6. Испытание образцов, вулканизованных с оптимальной продолжительностью	22
4. Обработка экспериментальных данных	23
4.1. Кинетические кривые изменения механических свойств резин в процессе вулканизации	23
4.2. Особенности кинетических кривых вулканизации для резин на основе различных каучуков	25
4.3. Принципы определения оптимального времени вулканизации	27
5. Лабораторный журнал и отчет по практикуму	33
6. Содержание коллоквиумов	35
7. Библиографический список	37
Приложение 1. Календарный план лабораторных занятий.	39
Приложение 2. Образец индивидуального задания	40
Приложение 3. Таблица плотностей	42
Приложение 4. Образец рецептурного листа	47
Приложение 5. Инструкция по определению усадки	48
Приложение 6. Перевод единиц измерения в международную систему (СИ)	49
Приложение 7. Протокол испытаний упруго-прочностных свойств резин	50

Приложение 7. Протокол испытаний упруго-прочностных свойств резин.

№	Толщина образца, мм	Площадь поперечного сечения, см ²	Напряжение при заданных удлинениях						Условная прочность при растяжении		Относительное удлинение, %	Остаточное удлинение, %	Примечание
			200%		300%		500%		Полная, кг	Удельная, кг/см ²			
			Полная, кг	Удельная, кг/см ²	Полная, кг	Удельная, кг/см ²	Полная, кг	Удельная, кг/см ²					
1													
2													
3													
4													
5													
	Среднее, кг/см ²												
	Среднее, МПа												

СОПРОТИВЛЕНИЕ РАЗДИРУ

№	Толщина образца, мм	Разрывная нагрузка		Примечание
		Полная, кг	Удельная, кН/м	
		Н		
1.				
2.				
3.				
	Средняя, кН/м			

1. СОДЕРЖАНИЕ И ОРГАНИЗАЦИЯ ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМА

1.1. Введение

Современная технология переработки эластомеров является отраслью техники, в которой тесно переплетаются такие науки, как химия и физика полимеров, органическая и неорганическая химия, механика полимеров, моделирование химико-технологических процессов, общая химическая технология, процессы и аппараты химического производства. Успешная работа по специальности требует от будущих магистров и бакалавров глубоких теоретических знаний и хороших практических навыков.

Предполагаемая разработка является руководством к организации и проведению лабораторного практикума по курсу «Принципы технологии переработки эластомеров» МИТХТ и является дополнительным методическим и справочным материалом к соответствующему курсу лекций, учебным пособиям и другой рекомендованной литературе.

Разработка составлена с учетом того, что студенты уже изучили курсы «Химия и физика высокомолекулярных соединений» и имеют определенные теоретические знания по получению полимерных материалов, структурированию, старению и стабилизации полимеров, основным физическим и химическим свойствам каучуков и т. д.

1.2. Задачи практикума

Задачей лабораторного практикума является практическое усвоение теоретических основ курса: «Принципы технологии переработки полимеров» и основных технологических процессов, в частности, изучение:

а) основных технологических свойств эластомерных материалов, а также физико-механических свойств резин и методов их испытаний (согласно ГОСТ);

б) рецептуростроения, процесса изготовления резиновых смесей и методов их переработки;

в) процесса вулканизации резиновых смесей;

г) влияния основных компонентов резиновых смесей на их технологические свойства и свойства резин.

Кроме того, предусматривается разработка и исследование резин с заданными свойствами.

Помимо указанного, целью лабораторного практикума является практическое знакомство студентов с материалами резиновой промышленности (каучуками и ингредиентами), методами приготовления резиновых смесей и вулканизации резиновых образцов на лабораторном технологическом оборудовании (смесительные вальцы, вулканизационные прессы), ознакомление с особенностями этого оборудования, детальное знакомство с конструкцией приборов для исследования свойств каучуков, невулканизованных резиновых смесей и вулканизатов, изучение приемов работы на них, выяснение принципов действия таких приборов и физического смысла получаемых при испытаниях показателей, развитие навыков комплексной обработки экспериментальных результатов, в том числе с использованием персональных компьютеров.

В процессе практикума студент получает навыки самостоятельного выполнения небольшого экспериментального исследования, анализирует и обобщает полученные результаты, готовит реферативные работы. Результаты исследования могут стать основой для выполнения квалификационной работы на степень бакалавра.

1.3. Организация лабораторного практикума

Выполнение лабораторного практикума делится на два самостоятельных этапа:

1. Изучение приборов и методов оценки свойств каучуков, резиновых смесей и вулканизатов (работа ведется с модельными материалами).

2. Исследование свойств каучуков, резиновых смесей и вулканизатов по индивидуальным заданиям.

Приложение 6.

Перевод некоторых единиц измерения в Международную систему (СИ).

Длина

$$1 \text{ \AA} = 1 \cdot 10^{-10} \text{ м} = 0,1 \text{ нм}$$

Плотность

$$1 \text{ г/см}^3 = 10^{-3} \text{ кг/м}^3$$

Давление, механическое напряжения, условная прочность при растяжении и др.

$$1 \text{ кгс/см}^2 = 9,8067 \cdot 10^4 \text{ Па} =$$

$$10^5 \text{ Па} = 0,1 \text{ МПа}$$

$$1 \text{ мм рт.ст.} = 1,33 \cdot 10^2 \text{ Па} =$$

$$= 133 \text{ Па}; 1 \text{ дин/см}^2 = 0,1 \text{ Па}$$

Поверхностное натяжение:

$$1 \text{ дин/см} = 10^{-3} \text{ Н/м} = 1 \text{ мН/м};$$

$$1 \text{ кгс/м} = 10 \text{ Н/м}$$

Мощность

$$1 \text{ кгс/с} = 9,8067 \text{ Вт} = 10 \text{ Вт}$$

$$\text{Теплопроводность: } 1 \text{ ккал/}^\circ\text{С} =$$

$$1,2 \text{ Вт/м}^\circ\text{К}; 1 \text{ ккал/с}^\circ\text{С} =$$

$$= 0,42 \text{ кВт/м}^\circ\text{К}$$

Истираемость $1 \text{ см}^3/\text{кВт}^\circ\text{ч} =$

$$0,3 \text{ пм}^3/\text{Дж} = 0,3 \text{ м}^3/\text{ГДж};$$

$$1 \text{ мг/кВт}^\circ\text{ч} = 0,3 \text{ пкг/Дж}$$

Динамическая вязкость

$$1 \text{ кгс}^\circ\text{С/м}^2 = 9,81 \text{ Па}^\circ\text{С} = 10 \text{ Па}^\circ\text{С}$$

$$1 \text{ Пуаз} = 0,1 \text{ Па}^\circ\text{С};$$

$$1 \text{ сПуаз} = 1 \text{ мПа}^\circ\text{С}$$

Кинематическая вязкость

$$1 \text{ Ст} = 1 \text{ см}^2/\text{с} = 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$$

Количество теплоты,

$$\text{внутренняя энергия } 1 \text{ кал} =$$

$$4,1868 \text{ Дж} = 4,2 \text{ Дж};$$

$$1 \text{ ккал} = 4,2 \text{ кДж}$$

Объем

$$1 \text{ л} = 10^{-3} \text{ м}^3$$

Сила

$$1 \text{ кгс} = 9,8067 \text{ Н} = 10 \text{ Н}$$

$$1 \text{ дин} = 10^{-5} \text{ Н} = 0,01 \text{ мН}$$

Сопротивление раздиру, клейкость по Беру

$$1 \text{ кгс/см} = 10^{-3} \text{ Н/м} = 1 \text{ кН/м}$$

Удельная теплоемкость

$$1 \text{ ккал/кг}^\circ\text{С} = 4,2 \text{ кДж/кг}^\circ\text{К}$$

Газопроницаемость

$$1 \text{ г/с}^\circ\text{С} \cdot \text{кгс/см}^2 = 10^{-6} \text{ кг/с}^\circ\text{С} \cdot \text{м}^\circ\text{Па}$$

Работа, энергия

$$1 \text{ кВтч} = 3,610 \text{ Дж} = 3,6 \text{ МДж};$$

$$1 \text{ кгс/с} = 9,8067 \text{ Н/с} = 10 \text{ Н} = 10 \text{ Дж}$$

Коэффициент диффузии

$$1 \text{ см}^2/\text{с} = 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$$

Коэффициент растворимости

$$1 \text{ см}^3/\text{см}^3 \cdot \text{кгс/см}^2 = 10^{-5} \text{ м}^3/\text{м}^3 \cdot \text{Па}$$

Доза излучения

$$1 \text{ рад} = 0,01 \text{ Дж/кг}$$

Газопроницаемость

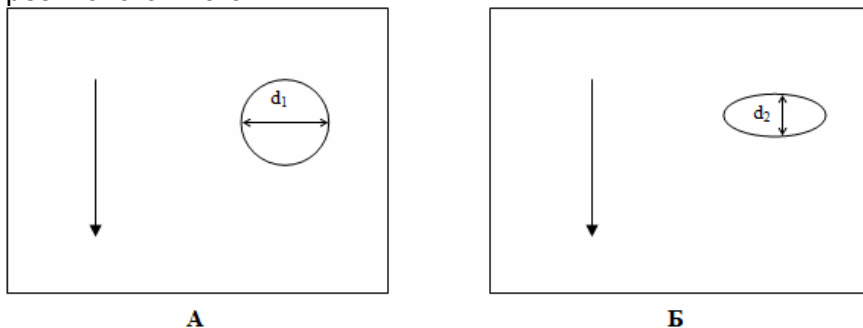
$$\text{объемная } 10 \text{ см}^2/\text{с} \cdot \text{кгс/см}^2 =$$

$$= 10^{-9} \text{ м}^2 \cdot \text{с}^\circ\text{Па} = 1 \text{ нм}^2/\text{с}^\circ\text{Па}$$

Приложение 5.

Инструкция по определению усадки резиновых смесей

Резиновую смесь разогревают на вальцах в течение 5-6 минут, срезают в виде листа толщиной 1-2 мм. В момент снятия резинового листа на его поверхность, с нижней стороны зазора вальцов, наносится шаблоном окружность диаметром 50 мм. В результате усадки резиновой смеси окружность (рис. А) обращается в эллипс (рис. Б) с малой осью d_2 . Усадка резиновых смесей происходит во времени и практически завершается через 2 часа после снятия резинового листа



Усадка резиновых смесей рассчитывается по формуле:

$$X = (d_1 - d_2) / d_1 * 100\%$$

где d_1 – диаметр шаблона; d_2 – малая ось эллипса. Величину замеряют не ранее, чем через 2 часа после снятия резинового листа с вальцов.

Общепринятый характер исследования резиновых смесей и вулканизатов обязывает занимающихся в практикуме изучить и освоить следующее:

- а) применяемые в исследованиях методы и приборы;
- б) технику составления и приготовления резиновой смеси;
- в) оценку технологических свойств резиновой смеси (пластичности, вязкости, усадки, склонности к подвулканизации и др.);
- г) технику и практику проведения вулканизации резиновых смесей;
- д) определение длительности вулканизации для достижения оптимальных свойств резин (по комплексу физико-механических свойств);
- е) технику и практику изготовления образцов и исследование специальных свойств резин, вулканизованных в оптимуме;
- ж) характеристики и принципы действия машин и аппаратов для производства резиновых смесей и вулканизатов.



Лабораторные занятия начинаются с вводной беседы, на которой студентов знакомят с порядком прохождения лабораторного практикума, его организацией, расположением лабораторий, основными правилами техники безопасности во время пребывания и работы в лабораториях кафедры химии и технологии переработки эластомеров.

Работа с приборами начинается с детального ознакомления с их конструкцией и специальными инструкциями по технике безопасности работы на них. Каждый прибор и аппарат должен иметь такую инструкцию.

При изучении методов испытаний и конструкций приборов студенты пользуются соответствующими ГОСТами и инструкциями. Использование только ГОСТов является недостаточным, поскольку в них излагается лишь принцип испытания, конструкция прибора, порядок определения и выражения (расчета) исследуемых показателей, но ничего не говорится о принципе действия прибора и физическом

смысле получаемых результатов. Эти сведения студенты находят в специально рекомендованной литературе. В отдельных исследованиях могут применяться методики или прописи, разработанные в научно-исследовательских институтах и лабораториях.

Исследовательское задание, выданное студенту для исследования на втором этапа практикума, предусматривает работу с тремя-четырьмя (в зависимости от сложности рецептов) резиновыми смесями. Рецепты смесей составляются с таким расчетом, чтобы они позволяли выяснить влияние состава на свойства смесей и вулканизатов.

Могут быть предложены различные варианты заданий, включающие, помимо исследования влияния состава, исследования влияния технологического процесса изготовления на свойства смесей и резин. Обработка экспериментальных данных осуществляется на персональных компьютерах с использованием программы MatLab (методические указания Агаянц И.М. «Обработка экспериментальных данных» МИТХТ 2006 г.).

Студент получает индивидуальное задание, составленное по специальной форме, куда входит тема задания, рецепты резиновых смесей в расчете на 100 мас. ч. каучука, режим изготовления смесей и вулканизации образцов для определения оптимума вулканизации (температуры и продолжительности процесса), перечень общих и специальных испытаний.

Студент знакомится с содержанием задания, после чего записывает в рецептурный лист состав первой смеси, увеличив массу всех компонентов в 3-4 раза (с учетом необходимого количества смеси для всех испытаний). Далее студент выполняет следующие операции:

а) взвешивает компоненты первой смеси в соответствии с рецептом;

б) наблюдает и записывает режим изготовления резиновой смеси (отмечая порядок введения ингредиентов, температурный и временной режим смешения). Смесь изготавливает учебный мастер-вальцовщик;

Приложение 4

Образец рецептурного листа

Лаборатория кафедры Химии и технологии переработки эластомеров

РЕЦЕПТУРНЫЙ ЛИСТ

Фамилия руководителя _____

Фамилия студента _____

Группа _____ номер ящика _____ дата первой навески _____

№	Наименование ингредиентов	Шифры смесей / массовых частей			Режим смешения мин
		8Л-1	8Л-2	8Л-3	
1	Каучук СКМС-30АРК	500	500	500	
2	Сера	10	10	10	
3	Стеариновая кислота	10	10	10	
4	Альтакс	3	3	3	
5	Дифенилгуанидин	3,7	3,7	3,7	
6	Оксид цинка	25	25	25	
7	Масло ПН-6	35	35	35	
8	Технический углерод К354 (ДГ-100)	100	200	300	

на тонкую -
Итого :

Выпустить с вальцов:

1. Заготовку для определения пластичности
2. Заготовку для вулканизации пластин толщиной 2 мм
3. Нанести штамп для определения усадки

Шифр смеси	Продолжительность вулканизации, мин.				
	20	40	50	60	80
8Л-1	20	40	50	60	80
8Л-2	20	40	50	60	100
8Л-3	20	40	50	60	100

Подпись руководителя _____

Работал вальцовщик _____ Дата _____

Продолжение таблицы

1	2	3
Стеариновая кислота	970	1,03
Сурьма пятисернистая	2900	0,34
Хинол ЭД (6-этокси-1,2-дигидрохинолин)	1030-1040	0,96-0,97
Сульфенамид БТ	1160-1170	0,85-0,86
Сульфенамид М	1340-1400	0,71-0,75
Сульфенамид Ц	1270-1300	0,77-0,79
Тальк	2700	0,37
Титановые белила	3900-4300	0,23-0,26
Тиурам Д	1290	0,87
Тиурам Е	1170-1250	0,80-0,85
Триэтаноламин	1060-1100	0,91-0,94
Ультрамарин	2350	0,42
Фактис светлый	1030	0,92
Фактис темный	1050	0,95
Фталевый ангидрид	1530	0,66
Эфир ЛЗ-7	970-980	1,03
Эпоксидная смола	1180-1200	0,84-0,85

в) измеряет усадку резиновой смеси, вырезает заготовки из резиновой смеси для вулканизации и шифрует их;

г) наблюдает порядок работы оператора при вулканизации части образцов (3-5 штук) на вулканизационных прессах. Вулканизацию резиновых образцов проводит учебный мастер-прессовщик;

д) проводит испытания каучуков, невулканизованных смесей и резиновых образцов в соответствии с заданием.

Все записи по работе и результаты испытаний заносятся в лабораторных журнал, который периодически просматривается преподавателем. Как правило, студент ведет одновременно испытания только одной резиновой смеси и переходит к следующей лишь после того, как у предыдущей смеси определен оптимум вулканизации. Разрешение на изготовление каждой последующей смеси студент получает от преподавателя.

В ходе лабораторного практикума студент должен выполнить все практические задания, обработать экспериментальные результаты, сдать 4 коллоквиума (см. календарный план-приложение 1), написать необходимые рефераты, составить отчет с выводами и получить зачет (необходимую кумулятивную оценку).

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТАХ ПО ТЕХНОЛОГИИ РЕЗИНЫ

Широкое распространение резины объясняется присущим ей специфическим комплексом физико-механических и технологических свойств. Легкая и большая относительная деформируемость, высокая эластичность, амортизационная способность, специфическая стойкость к воздействию как различных химических агентов, так и физических факторов определяют использование ее в современной технике.

Во всех отраслях промышленности, производящей и перерабатывающей каучуки, физико-механические испытания полимеров, резиновых смесей и вулканизатов являются инструментом большинства исследовательских работ, направленных на создание резин с оптимальными эксплуатационными свойствами применительно к разнообразным условиям работы различных изделий.

Поскольку процесс изготовления резиновых изделий должен учитывать многие факторы, влияющие на их качество (характер и состояние сырья, колебания температуры и давления при смешении, вулканизации и др.), физико-механические испытания являются основным средством производственного контроля, включающего оценку качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий, режимов изготовления.

Для полимерных материалов, в частности, для каучуков и резин, характерной особенностью деформации является существенная зависимость напряжения от продолжительности действия силы, а отсюда и от скорости деформации (так называемая релаксация напряжения), а также резкая зависимость всего комплекса механических свойств от температуры. Благодаря этим свойствам большинство механических характеристик резины представляют собой условные показатели, сопоставление которых возможно лишь при строгой унификации испытательной аппаратуры и методов испытаний. Поэтому на все виды механических испытаний, принятых в промышленности, имеются

Продолжение таблицы

1	2	3
Регенераты		
РШ	1180	0,85
РКЕ	1160	0,86
РП	1200	0,83
Резотропин	1270-1340	0,74
Редоксайд	4950	0,20
Рубракс (АСМГ)	1040	0,96
Ренацит IV	2330	0,43
Ренацит V	1700	0,59
Синтетические жирные кислоты (СЖК)	920	1,09
Стабилол 18	890-900	1,12
Стабилпласт 62	860-870	1,16
Технический углерод и другие наполнители		
К354 (ДГ-100)	1800	0,55
К345 (ДМГ-80)	1760	0,57
П234 (ПМ-100)	1860	0,54
П324 (ПМ-75)	1860	0,54
П514 (ПМ-50)	1870	0,53
П705 (ПМ-30)	1820	0,55
П803 (ПМ-15)	1820	0,55
Т900 (ТГ-10)	1900	0,53
А228Э	1800	0,55
П367Э	1830	0,55
УМ76	1830	0,55
Белая сажа (БС-50, БС-100, БС-120)	2040-2150	0,48-0,53
Сера техническая	2020	0,49
Сера осажденная	1920	0,52
Сера полухлористая	1700	0,59
СИМ	1530	0,65
Слюда молотая	3000	0,33
Смола сосновая	1050	0,95
Смола кумароновая	1250	0,80
Стеарин технический	850	1,17

Продолжение таблицы

1	2	3
Винилпиридиновые (СКМВП-15)	964	1,04
Карбоксилсодержащий (СКС-30-1)	920	1,09
Хлорсульфированный полиэтилен	1100	0,91
Киноварь	7700	0,13
Литопон	4220	0,24
Магnezия жженая (оксид магния)	3100	0,32
Магnezия углекислая (углекислый магний)	2230	0,45
Мазут	900	1,11
Масло вазелиновое	860	1,16
Мягчитель нефтяной	850	1,18
Модификатор РУ	1310	0,76
Масло индустриальное (И8А)	900	1,11
Масло ПН-6Ш	950-980	1,03-1,05
Мел	2600	0,38
Меркаптобензтиазол	1420	0,70
Нафталин	1220	0,82
Нафтам 2 (неозон Д)	1190	0,84
N – нитрозодифениламин	1270	0,79
Озокерит	950	1,05
Оксид кальция	3400	0,29
Оксид свинца	9400	0,10-0,60
Оксид хрома	5040-5200	0,19-0,20
Оксид цинка	5420	0,18
Олеиновая кислота	1000	1,00
Параоксинеозон	1200-1230	0,80-0,85
Парафин	900	1,11
Парахинондиоксим	1830	0,54
Перекись дикумила	1530	0,65
Полиизобутилен (ПИБ)	910-930	1,07-1,10
Пыль эбонитовая	1130-2000	0,85-0,89

общегосударственные стандарты – ГОСТы, ведомственные нормативы или технические условия.

Механические испытания проводятся как на образцах и специально изготовленных модельных конструкциях, формы, размеры и способ изготовления которых отражены в стандартах, так и на готовых изделиях.

При изготовлении резиновых образцов для испытания, помимо соблюдения обязательных требований к стандартности сырья, рецептуры резины и технологии процесса, следует обратить внимание на предысторию образцов (механическая и тепловая обработка, продолжительность и условия «отдыха» после изготовления смеси, вулканизата или перед вырубкой образца и т.п.), от которых могут существенно зависеть результаты испытаний.

При рассмотрении условий испытаний необходимо обратить внимание на состояние окружающей среды, температуру, величину и характер деформации, скорость или частоту деформации или нагрузки, допускаемые пределы измерения, конструкцию, форму или размеры образца с допусками, устройство испытательной аппаратуры и т.п.

Физико-механические свойства резины, приготовленной по одному рецепту, могут изменяться в зависимости от возможных колебаний технологического процесса (недостаточное распределение ингредиентов при смешении, неравномерная температура при вулканизации и т.п.), а также от способа заготовки образцов для испытания, их размеров и наличия в них дефектов.

Для получения достоверных результатов необходимо провести большое число по возможности одинаковых испытаний и обработать полученные результаты методами математической статистики. Количество испытаний не должно быть меньше, а отклонения от средних значений больше, чем указано в ГОСТ 269-66.

В лабораторном практикуме на кафедре ХИТПЭ студенты знакомятся с основными методами физико-механических испытаний на занятиях первого этапа, который завершается сдачей коллоквиума по механическим

испытаниям каучука и резины.

Большинство методов испытаний студенты осваивают путем индивидуальной работы на соответствующем приборе или аппарате.

В ряде случаев во время практикума проводятся групповые показы некоторых методов испытаний.

Перед началом работы на очередном приборе студент знакомится с описанием данного метода испытаний в соответствующем ГОСТе или в учебном пособии и кратко заносит в лабораторный журнал основы осваиваемого метода (основной принцип, заложенный в данный метод испытания, характеристики и размеры испытываемых образцов, способ выражения результата испытания, параметры, стандартизирующие испытание).

Общие требования к проведению физико-механических испытаний резины, эбонита и прорезиненных тканей изложены в ГОСТ 269-66.

Ниже приводится перечень основных испытаний каучуков, резиновых смесей и вулканизатов, возможных к применению в лаборатории кафедры ХИТФЭ и дается указание на соответствующие номера ГОСТов, в которых приводится описание указанных методов и приборов.

Перечень методов испытаний.

№	Название	ГОСТ
<i>А. Методы испытаний каучуков и резиновых смесей</i>		
1	Каучуки и резиновые смеси. Метод определения пластозластических свойств на пластомере.	415-75
2	Каучуки и резиновые смеси. Метод определения жесткости и эластического восстановления по Дефо.	10201-75
3	Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации.	10722-76
4	Смеси резиновые. Метод определения кольцевого модуля.	412-76
5	Резина. Методы определения вулканизационных характеристик резиновых смесей с помощью вибрационных сдвиговых реометров.	12535-84, ASTM D 2084, ISO 3417.1991

Продолжение таблицы

1	2	3
Известь гашеная	2040	4,09
Ионол (алкофен БП)	900-1040	0,97-1,11
Инденкумароновая смола (ИКС)	1200	0,83
Кальций хлористый технический	1650-1690	0,60-0,95
Канифоль	1070	0,93
Каптакс (2-меркаптобензтиазол)	1500	0,67
Каолин	2600-2670	0,37-0,38
Карбамат МЦ (цимат)	1670-1750	0,58
Кислота бензойная	1160	0,86
Каучуки		
Натуральный (НК)		
	920	1,09
СКБ (натрий-бутадиеновый)	900-920	1,09-1,11
Бутадиен(метил)-стирольные		
СКС-10	900	1,09
СКС-30(А,АРК,РП)	940	1,06
СКМС-30АРКМ-15	940	1,06
СКМС-30АРКМ-27	940	1,06
СКС-50	970	1,03
СКС-85	1030	
Бутадиен-нитрильные (сульфонатные и парафинатные)		
СКН-18 (БНКС – 18 АМН)	940	1,06
СКН-26 (БНКС – 28 АМН)	960	1,04
СКН-40 (БНКС – 40 АМН)	990	1,01
Бутилкаучук (БК 1645)	920	1,09
Изопреновые (СКИ-3)	925	1,08
Дивиниловые (СКД)	917	1,09
Хлоропреновые	1210-1250	0,80-0,87
Силоксановые	1700-2200	0,45-0,59
СКТ	2130	0,47
Фторкаучуки	1690-1900	0,62-0,63
СКФ-26	1820	0,55
СКФ-32	1830	0,60
Этиленпропиленовые (СКЭП,СКЭПТ)	850-870	1,15-1,18

Приложение 3. Таблица плотности и удельных объемов материалов, применяемых в резиновой промышленности.

Наименование материала	Плотность , кг/м ³	Удельный объем, см ³ /г
1	2	3
Автол 18	800	1,25
Альнафт (альдоль - α -нафтиламин)	1160	0,86
Альтакс (дибензтиазолилдисульфид)	1450-1500	0,68-0,69
Аммоний углекислый	1590	0,63
Анилин технический	1020	0,98
Антрацен	1250	0,80
Асбест	234-260	0,42-0,88
Аэросил А-300	2400	
Барит	4300	0,23
Нефрас (бензин-растворитель БР-1, БР-2)	730	1,37
Бензол	870-880	1,11
Бисалкофен БП (продукт 2246)	1080	0,93
Вазелин технический	850	1,12
Воск ЗВ-1	906	1,10
Воск ЗВ-2	855	1,17
Гипс	2320	0,43
Глицерин	1260	0,79
Графит	2400	0,42
Гудрон масляный	830-940	1,07
Гудрон кислый	900	1,11
Гуттаперча	990	1,01
Дибутилфталат (ДБФ)	1050	0,95
Дифенилгуанидин (ДФГ)	1130-1190	0,85
Диафен ФФ	1210-1260	0,79-0,82
Диафен НН	1200	0,83
Диафен ФП	1140	0,87
Дихлорэтан	1250	0,80
Дибутилсебацат (ДБС)	933	1,07

6	Определение усадки резиновых смесей.	Прилож.
<i>Б. Методы испытаний вулканизатов.</i>		
7	Резина. Метод определения упругопрочностных свойств при растяжении.	270-75
8	Резина. Определение сопротивления раздиру (раздвоенные, угловые и серповидные образцы).	262-93
9	Резина. Метод определения относительного гистерезиса и полезной упругости при растяжении.	252-75
10	Резина. Метод определения эластичности.	6950-73
11	Резина. Метод определения твердости по Шору А.	263-75
12	Резина. Метод определения твердости в международных единицах (от 30 до 100 IRHD).	20403-75
13	Резина. Метод определения плотности.	267-73
14	Резина. Метод определения усталостной выносливости при многократном растяжении.	261-79
15	Резина. Методы испытаний на многократный продольный изгиб образцов с прямой канавкой.	9983-74
16	Резина. Метод определения теплообразования, остаточной деформации и усталостной выносливости при многократном сжатии.	20418-75
17	Резина. Метод испытания на кратковременное статическое сжатие.	265-77
18	Резина. Метод определения динамического модуля и модуля внутреннего трения при знакопеременном изгибе с вращением.	21. 10828-75
19	Резина. Метод определения работы разрушения при растяжении.	23020-78
20	Резина. Метод определения сопротивления раздиру на образцах - полосках.	23016-78
21	Резина и клей. Методы определения прочности связи с металлом при отрыве.	209-75
22	Резина и прорезиненная ткань. Метод определения прочности связи между слоями при расслоении.	6768-75
23	Резина. Метод определения морозостойкости при растяжении.	408-78
24	Резина. Метод определения способности к кристаллизации при сжатии.	13270-85
25	Резина. Метод определения прочности связи резина-корд (Н-метод).	14863-69

26	Резина и клей. Методы определения прочности связи с металлом при отслаивании.	411-77
27	Резина. Метод определения сопротивления истиранию при скольжении	426-77
28	Резина. Метод определения сопротивления истиранию при качении с проскальзыванием.	12251-77
29	Резина. Метод определения условно-равновесного модуля.	11053-75
30	Резина. Методы определения релаксации напряжения при сжатии.	9982-76
31	Резина. Метод определения сопротивления истиранию при скольжении по возобновляемой поверхности.	23509-79
32	Единая система защиты от коррозии и старения. Резины. Метод испытаний на стойкость к термическому старению.	9.024-74
33	Единая система защиты от коррозии и старения. Резины. Метод ускоренного испытания на стойкость к озонному и термосветозонному старению.	9.026-74
34	Единая система защиты от коррозии и старения. Резины. Методы испытаний на стойкость к старению под действием статической деформации сжатия.	9.029-74
35	Единая система защиты от коррозии и старения. Резины. Методы испытаний на стойкость в ненапряженном состоянии к воздействию жидких агрессивных сред.	9.030-74
36	Единая система защиты от коррозии и старения. Резины. Метод прогнозирования изменения свойств при термическом старении.	9.713-86
37	Единая система защиты от коррозии и старения. Резины. Метод испытания на стойкость к старению при воздействии естественных климатических факторов.	9.066-76
38	Резина. Общие требования к проведению физико-механических испытаний.	269-66

Для студентов в начальный период лабораторного практикума обязательным является освоение методов (поз. 1-5, 7, 8, 10-16, 27, 38). В дальнейшем по указанию

- а) особенности смешения _____
 б) температура – 150 ° С; продолжительности вулканизации 20, 40, 60, 80 и 100 мин.
 в) _____
 г) _____

Определить:

- а) пластичность каучука и резиновых смесей;
 б) показатели смесей:
 расчетную плотность
 склонность к подвулканизации
 в) оптимальную продолжительность вулканизации по кинетике изменения следующих механических свойств вулканизатов:
 условной прочности при растяжении;
 относительного удлинения;
 напряжений при заданных удлинениях;
 сопротивлению раздиру;
 г) при оптимальном времени вулканизации определить:
 сопротивление истиранию;
 плотность;
 эластичность по упругому отскоку;
 полезную упругость;
 гистерезисные потери;
 теплообразование при многократном сжатии (при постоянстве нагрузки)

Дата выдачи задания “ ____ ” _____ 20 г.

Руководитель: _____

Приложение 2

Образец индивидуального задания к лабораторному практикуму

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Московский государственный университет тонких химических технологий имени М.В.Ломоносова»

кафедра Х и ТПЭ

Лабораторный практикум по дисциплине
Принципы технологии переработки полимеров

Задание № ____ студенту _____

Содержание задания: Найти для резин на основе каучука СКМС-30АРК оптимальное содержание технического углерода К354

Изучить влияние содержания технического углерода на свойства резиновых смесей и физико-механические свойства вулканизатов.

Составы смесей для исследования

Наименование ингредиентов	Номер смеси / мас. ч.		
	1	2	3
1. Каучук СКМС-30АРК	100	100	100
2. Сера	2,0	2,0	2,0
3. Стеариновая кислота	2,0	2,0	2,0
4. Альтакс	0,6	0,6	0,6
5. Дифенилгуанидин	0,75	0,75	0,75
6. Оксид цинка	5,0	5,0	5,0
7. Масло ПН-6	7,0	7,0	7,0
8. Технический углерод К354 (ДГ-100)	20,0	40,0	60,0

Специальные указания:

преподавателя студент осваивает другие методы испытаний и использует их в экспериментальной работе.

После знакомства с методами испытаний студенты сдают коллоквиум. При этом необходимо знать:

- 1) сущность метода испытания;
- 2) устройство машины или прибора для проведения испытаний и принцип ее действия;
- 3) порядок и условия проведения испытания (температура, скорость и т.д.) и способ заготовки образцов;
- 4) способы выражения результатов испытания;
- 5) физический смысл определяемых величин;
- 6) возможности применения данного испытания для контроля и исследования;
- 7) влияние факторов внешнего воздействия на изучаемое свойство.

3. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ ЧАСТИ ПРАКТИКУМА

3.1. Вид и содержание заданий

Задание по лабораторному практикуму выдается студенту руководителем на специальном бланке (приложение 2).

В задании формулируются содержание исследования, поручаемого студенту, составы резиновых смесей (в расчете на 100 мас. ч. каучука), подлежащих изучению, а также дается ряд разъяснений и специальных указаний. В задании четко указывается перечень обязательных определений свойств каучуков, резиновых смесей и вулканизатов с перечислением методов этих определений. Руководитель, в случае необходимости включает в задание указания об особенностях выполнения его отдельных разделов, например о способе пластикации каучуков, о порядке введения ингредиентов в смесь при ее изготовлении, о температуре смешения, длительности и способе вулканизации. Обычно же эта регламентация подготавливается студентом.

в) измеряет усадку резиновой смеси, вырезает заготовки из резиновой смеси для вулканизации и шифрует их;

г) наблюдает порядок работы оператора при вулканизации части образцов (3-5 штук) на вулканизационных прессах. Вулканизацию резиновых образцов проводит учебный мастер-прессовщик;

д) проводит испытания каучуков, невулканизованных смесей и резиновых образцов в соответствии с заданием.

Все записи по работе и результаты испытаний заносятся в лабораторных журнал, который периодически просматривается преподавателем. Как правило, студент ведет одновременно испытания только одной резиновой смеси и переходит к следующей лишь после того, как у предыдущей смеси определен оптимум вулканизации. Разрешение на изготовление каждой последующей смеси студент получает от преподавателя.

В ходе лабораторного практикума студент должен выполнить все практические задания, обработать экспериментальные результаты, сдать 4 коллоквиума (см. календарный план-приложение 1), написать необходимые рефераты, составить отчет с выводами и получить зачет (необходимую кумулятивную оценку).

Приложение 1

Календарный план лабораторных занятий студентов по курсу:

«Принципы технологии переработки полимеров».

Недели	Содержание занятий
1-3	Вступительная беседа о целях и задачах лабораторного практикума. Знакомство с приборами и методами испытания каучуков и резин
4	Первый коллоквиум. Выдача заданий на проведение самостоятельной работы. Навеска 1-ой резиновой смесей
5	Изучение свойств 1-ой резиновой смеси и резин на её основе, определение оптимального времени её вулканизации
6	Изучение свойств 1-ой резиновой смеси.
7	Второй коллоквиум. Навеска 2-ой резиновой смеси.
8	Изучение свойств 2-ой резиновой смеси и резин на её основе, определение оптимального времени ей вулканизации.
9	Изучение свойств 2-ой резиновой смеси.
10	Третий коллоквиум. Навеска 3-ей резиновой смеси.
11	Изучение свойств 3-ей резиновой смеси и резин на её основе, определение оптимального времени ее вулканизации.
12	Четвертый коллоквиум. Изучение свойств 3-ей резиновой смеси.
13-14	Оформление отчета и сдача зачета.

14. Догадкин Б.А., Шершнева В.А., Донцов А.А. Химия эластомеров. – М.: Химия, 1981. – 374 с.

15. Пиотровский К.Б., Тарасова З.Н. Старение и стабилизация синтетических каучуков и вулканизатов. – М.: Химия, 1980 – 264 с. с ил.

16. Буканов, А.М. Технический углерод/ А.М. Буканов, Н.Я. Овсянников. – М.: ИПЦ МИТХТ им. М.В. Ломоносова, 2009. – 68 с

К четвертому коллоквиуму.

17. Лекционные записи по курсу

18. /2, 3, 4/ Основные процессы резинового производства.

19. Вострокнутов Е.Г., Новиков М.И., Новиков В.И. Прозоровская Н.В. Переработка каучуков и резиновых смесей (реологические основы, технология, оборудование) – М. Химия, 1980. – 245 с. с ил.

20. Красовский В.Н., Воскресенский А.Н., Харчевников В.М. Примеры и задачи по технологии переработки эластомеров. – Л.: Химия, 1984. – 288 с.

21. Карпов В.Н. Оборудование предприятий резиновой промышленности. Учебник для техникумов. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1987. – 336 с.

22. Агаянц, И.М. Справочник статистических решений. Методические указания для выполнения магистерских диссертаций / И.М. Агаянц. – М.: МИТХТ им. М.В. Ломоносова, 2007. – 79 с.

выполнении, могут быть основой темы и содержания квалификационной работы бакалавра.

3.2. Приготовление рабочих навесок резиновых смесей

Получив задание, студент обязан в первую очередь произвести расчет потребного количества резиновых смесей. Для выполнения всего комплекса испытаний, указанных в задании, в условиях лаборатории необходимо взять навеску из расчета на 300-400 г каучука для наполненных смесей и на 500 г каучука для ненаполненных.

Указанное количество каучука, и соответственно, резиновой смеси, изготовленной на его основе, взято, исходя из количества образцов для того или иного испытания, видов испытаний, объема гнезда пресс-формы для каждого из испытаний, теоретической плотности резиновой смеси, а также с учетом припуска на выпрессовки. Количество образцов для испытаний регламентируется соответствующим ГОСТом или прописью на этот вид испытаний. Виды испытаний задаются студенту в задании, объем гнезда пресс-формы вычисляется после снятия его геометрических размеров.

Теоретическая плотность резиновой смеси вычисляется следующим образом: в лабораторный журнал выписывают заданный рецепт смеси в массовых частях на 100 мас. ч. каучука, затем, пользуясь справочными данными таблиц плотности ингредиентов (приложение 3), находят объемы, приходящиеся на долю каждого ингредиента и суммарный объем всей смеси.

Зная массу смеси и ее объем, определяют ее теоретическую плотность по формуле:

$$d = P / V ,$$

где: d – плотность смеси, кг/м³ (г/см³); P – масса смеси, кг (г); V – объем смеси, м³ (см³).

Пример расчета плотности резиновой смеси представлен ниже:

№	Наименование ингредиентов	Массовые части	Плотность, г/см ³	Объемные части
1	Каучук СКМС-30АРКМ-15	100	0,940	106,38
2	Сера	2,0	1,920	1,04
3	Оксид цинка	5,0	3,420	1,46
4	Стеарин технический	2,0	0,850	2,35
5	Рубракс	5,0	1,040	4,80
6	Альтакс	0,6	1,470	0,41
7	ДФГ	0,75	1,100	0,68
8	Технический углерод К354 (ДГ-100)	50,0	1,750	28,57
ИТОГО:		165,35	---	145,69

$$d = 165,35 / 145,69 = 1,135 \text{ г/см}^3 = 1135 \text{ кг/м}^3$$

Исходя из заданного количества каучука рассчитывается необходимое количество ингредиентов резиновой смеси. Эти данные записываются в рецептурный лист, который студент получает от преподавателя. Один рецептурный лист рассчитан на всю работу в лаборатории, поэтому необходимо заполнять его правильно и аккуратно.

Вначале заполняются графы рецептурного листа для приготовления только одной смеси, чтобы дать возможность всем студентам одновременно приступить к работе в лаборатории.

К приготовлению и выполнению второй и последующих смесей студент приступает с разрешения руководителя с таким расчетом, чтобы рационально использовать время работы лаборатории.

Каждый раз при подготовке рабочих навесок студент должен отмечать в рецептурном листе дату работы и ставить свою подпись. Такое оформление необходимо для

7. БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

К первому коллоквиуму.

1. Лекционные записи по курсу
2. Кошелев Ф.Ф., Корнев А.Е., Буканов А.М. Общая технология резины. – М.: Химия, 1978. – 528 с.
3. Корнев А.Е., Буканов А.М., Швердяев О.Н. Технология эластомерных материалов. Учебник для вузов. – Изд. 3-е перераб. и доп. М.: НППА «Истек», 2009. – 504 с.
4. Технология резины: Рецептуростроение и испытания. Под ред. Дика Дж. С; Перевод с англ. Под ред. Шершнева В.А. СПб.: «Научные основы и технологии». 2010. – 620 с.
5. Кулезнев В.Н., Шершнев В.А. Химия и физика полимеров. – 2-е изд. перераб. и доп. – М.: «КолосС». 2007. – 367 с.
6. Лабораторный практикум по технологии резины под ред. Захарова Н.Д. Учебное пособие для ВУЗов – М.: Химия, 1988. – 237 с.
7. Реологические и вулканизационные свойства эластомерных композиций / Под ред. И.А. Новакова. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2006. – 332 с.

Ко второму коллоквиуму.

8. Лекционные записи по курсу
9. /2, 3, 4/ Каучуки.
10. Аверко-Антонович Л.А., Аверко-Антонович Ю.О., Давлетбаева И.М., Кирпичников П.А. Химия и технологический синтез синтетического каучука. – М.: «Химия КолосС». 2008. – 357 с.
11. Корнев А.Е., Овсянников Н.Я. Учебно-методическое пособие. Бутадиен-нитрильные каучуки. М.: ИПЦ МИТХТ им. М.В. Ломоносова, 2007. – 36 с.

К третьему коллоквиуму.

12. Лекционные записи по курсу
13. /2, 3, 4/ Ингредиенты резиновых смесей.

каучуков и ингредиентов, пластикацией каучуков, приготовлением резиновых смесей, вулканизацией и др.

Четвертый коллоквиум сдается на 12 неделе и заключается в проверке знаний студентами технологических процессов резинового производства и их аппаратного оформления: подготовки каучуков и ингредиентов к смешению; пластикации каучука (пластикации на вальцах, в резиносмесителе и в червячных машинах); приготовления резиновых смесей; формования резиновых смесей (шприцевания, каландрования, прессования); вулканизации резиновых изделий.

Студентам необходимо знать влияние отдельных параметров технологического процесса (температуры, среды, давления, порядка загрузки компонентов и др.) на кинетику процесса и на качество получаемых изделий.

К зачету студент должен сдать четыре коллоквиума и подготовить отчет по практикуму. На зачете студент должен уметь предложить примерный состав резиновой смеси, предназначенной для изготовления изделий, работающих в определенных условиях.

установления очередности приготовления смесей в технологической лаборатории.

В приложении 4 приводится форма и пример заполнения рецептурного листа.

К навеске ингредиентов приступают после проверки руководителем практикума правильности заполнения рецептурного листа и режима смешения, принятого студентом, что и подтверждается подписью руководителя. Студент составляет режим изготовления смеси, исходя из типовых режимов смешения, принятых в ТУ и ГОСТ на каучуки. Указывается и продолжительность обработки каучука (его пластикации или роспуска на вальцах), порядок и время введения ингредиентов, общая продолжительность смешения, температура валков.

Приготовление рабочих навесок проводят на весах, взвешивая каучук и ингредиенты с необходимой точностью в том порядке, какой указан в рецепте. Взвешенные каучук и ингредиенты (кроме технического углерода) помещают на специальные противни. К каждому комплекту навесок, отвечающему самостоятельной резиновой смеси, обязательно прикладывают ее шифр, выписанный на листке бумаги размером 4 x 5 см. На одном противне помещается 2-3 комплекта навесок. Технический углерод взвешивается в специальной комнате. Навески технического углерода обозначаются соответствующими цифрами, написанными на таких же листках. Заготовленные таким образом навески передают вместе с рецептурным листом в технологическую лабораторию для приготовления смесей.

Следует учитывать, что отдельные партии каучука по свойствам могут значительно отличаться друг от друга. Поэтому во время всего практикума желательно пользоваться каучуками одной партии.

Приготовление смесей производится учебными мастерами (вальцовщиками) лаборатории на лабораторных вальцах.

Лабораторные вальцы, имеющиеся в МИТХТ, характеризуются следующими параметрами:

диаметр валков	160 мм
длина валков	320 мм
фрикция, т.е. отношение окружной скорости переднего валка к заднему	1:1,24
привод осуществляется от моторов мощностью	4,5-7 квт

Оптимальная загрузка вальцов, установленная практически, составляет до 1 кг смеси.

Студент обязан присутствовать при приготовлении смеси, контролировать режим и при необходимости, уточнив его по совету вальцовщика, занести в рабочий журнал и рецептурный лист.

Готовую резиновую смесь вальцовщик срезает с вальцов в виде листа, калибр которого определяется толщиной вулканизуемой пластины. Снятый с вальцов лист резиновой смеси поступает на рабочий стол, где происходит его охлаждение и усадка смеси.

Если по заданию требуется определить величину усадки смеси, то в момент снятия смеси с вальцов на нее наносят круглым штампом метку - окружность (см. приложение 5).

Если по заданию требуется определить пластичность резиновой смеси, то от листа отрезается кусок и из него вальцовщик изготавливает лепешку толщиной 14-18 мм для определения пластичности.

Хранить готовые резиновые смеси и вулканизованные образцы следует в отведенных каждому студенту специальных ящиках. Оставлять смеси или образцы на столах в лаборатории не разрешается, т.к. при этом возникает опасность случайной замены шифра одной смеси шифром другой или потери шифра. Восстановление шифра по внешним признакам не представляется возможным и категорически запрещается. Ответственность за последствия указанных нарушений ложится на студента и ведет к повторению работы.

3.3. Проведение испытаний для оценки технологических свойств резиновой смеси

Определение технологических свойств резиновых смесей проводят в соответствии с ГОСТ не ранее, чем через

6. СОДЕРЖАНИЕ КОЛЛОКВИУМОВ

В соответствии с календарным планом первый коллоквиум сдается на 4 неделе и заключается в проверке знаний студентами приборов и методов для оценки свойств каучуков; резиновых смесей и вулканизатов.

По ходу выполнения индивидуального задания каждый студент прорабатывает материалы по основным вопросам технологии резины и сдает еще три коллоквиума.

Второй коллоквиум сдается на 7 неделе работы студентов в лаборатории. К коллоквиуму студенты должны подготовить краткий реферат, в котором излагаются сведения о тех полимерах, которые используются ими для выполнения исследовательского задания.

Студенты должны знать общие зависимости технологических свойств эластомеров и вулканизатов на их основе от структуры, состава, молекулярной массы и молекулярно-массового распределения, а также свойства следующих эластомеров: натурального (НК), изопреновых, бутадиеновых, бутадиен-стирольных, бутадиен-нитрильных, хлоропеновых, этиленпропиленовых, бутилкаучуков, силоксановых и фторкаучуков.

Третий коллоквиум сдается на 10 неделе и заключается в проверке знаний студентами ингредиентов резиновых смесей (вулканизирующих веществ, ускорителей и активаторов вулканизации, наполнителей, пластификаторов, противостарителей и других) и их действия в резинах.

К коллоквиуму студенты должны подготовить краткий реферат, в котором излагаются сведения об ингредиентах, используемых для выполнения исследовательского задания. Студенты, готовясь к коллоквиуму, изучают классификацию и назначение ингредиентов в резиновых смесях, химическое строение ингредиентов, их физические свойства, действие их в резинах, общепринятое содержание в резиновых смесях.

В процессе экспериментальной работы в лаборатории студент постоянно сталкивается с основными технологическими процессами резинового производства – развеской

5. Данные (в виде таблиц и графиков) по исследованию невулканизованных смесей (пластичность, усадка, склонность к подвулканизации).

6. Данные исследования физико-механических свойств резин различной длительности вулканизации.

7. Графики кинетики вулканизации, обоснование выбора оптимальных режимов вулканизации.

8. Таблица результатов испытаний вулканизатов при оптимальном времени вулканизации и соответствующие графики, а также результаты математической обработки данных.

9. Вывод и обсуждение полученных результатов.

(Порядок выполнения лабораторных работ и табличные данные см. Приложения)

24 часа после их приготовления. Такой перерыв необходим для завершения процессов равновесного распределения ингредиентов вследствие диффузии, адсорбции и др. явлений, а также ориентационных процессов, связанных с усадкой, восстанавливаемостью, снятием каландрового эффекта.

Пластичность резиновых смесей определяют на образцах, вырубленных из заготовки размеров 80 x 80 x (14-18) мм. Иногда при вырубке образцов из жестких смесей и каучуков обнаруживается пористость материала. В таком случае материал подвергают предварительной горячей подпрессовке в прессе в специальном кольцеобразном шаблоне при температуре 105°C в течение 15 минут, после чего ведут испытание обычным порядком. Остатки смеси после вырубки образцов сохраняют для дальнейших испытаний.

3.4. Подготовка образцов для определения оптимальной продолжительности вулканизации.

При заготовке образцов, предназначенных для оценки механических свойств вулканизата и установления оптимальной продолжительности вулканизации, из листа резиновой смеси вырезают пластины в виде прямоугольников. При этом учитывают, что направление растяжения образцов при последующем их испытании должно соответствовать направлению выпуска листа с вальцов (рис.1).

Заготовки для вулканизации взвешивают на весах. Масса заготовки рассчитывается исходя из объема пресс-формы и плотности смеси.

Значения объема гнезда пресс-формы и плотности смеси подставляют в расчетную формулу: $P=(1,05-1,10) \times V \times d$ где P – масса сырой заготовки, г; V – объем пресс-формы, см³; d – теоретическая плотность смеси, г/см³.

Избыток смеси составляет 5-10% от массы смеси, необходимой для заготовки, с целью полного заполнения пресс-формы. Он обеспечивает нормальную выпрессовку при вулканизации, а также необходим из-за увеличения плотности (и, следовательно, уменьшения объема) резиновой смеси. Для жестких высоконаполненных смесей из синтетических

каучуков, отличающихся плохой текучестью и малой клейкостью необходим большой избыток резиновой смеси.

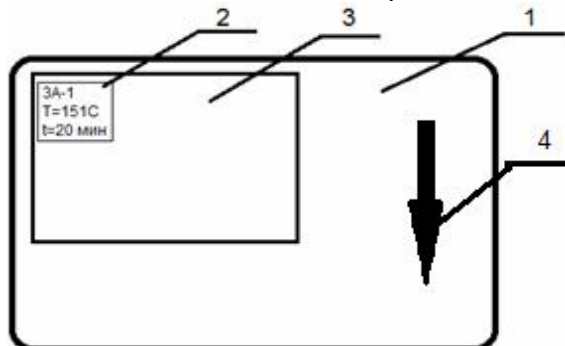


Рис. 1 Схема подготовки образцов для вулканизации.

1. Лист резиновой смеси. 2. Бумажная метка. 3. Заготовка для вулканизации. 4. Направление выпуска листа резиновой смеси с вальцов.

Каждая заготовка маркируется (шифр смеси, температура и продолжительность вулканизации). Положение метки на заготовке одновременно указывает направление вырубki лопаток из вулканизированной пластины (схема вырубki приведена на рис. 2).

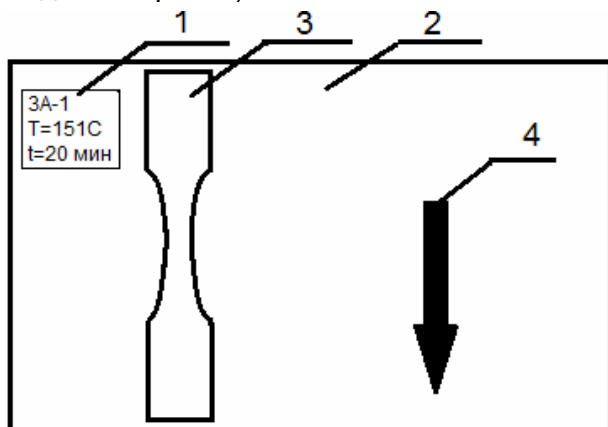


Рис. 2. Схема вырубki образцов для оценки механических свойств вулканизаторов.

1. Бумажная метка. 2. Вулканизированная пластина. 3. Образцы для испытаний. 4. Направление выпуска листа резиновой смеси с вальцов.

Также не обязательна и размерность показателей на ординатах: можно принять на 1 или за 100 значение данного показателя для одного из наполнителей, а значения остальных выразить в долях этой единицы.

5. ЛАБОРАТОРНЫЙ ЖУРНАЛ И ОТЧЕТ ПО ПРАКТИКУМУ

При прохождении практикума студент ведет лабораторный журнал – дневник. В лабораторный журнал заносятся все необходимые записи: определение понятий и терминов, изложение существа методик, техники работ, характеристики оборудования и приборов, все экспериментальные и расчетные данные. Рекомендуется для всех записей использовать лишь одну (правую) страницу журнала; на левой следует вести необходимые расчеты или записи повторных испытаний. Графики экспериментальных данных следует строить на миллиметровой бумаге, прилагая их к соответствующим таблицам.

В журнале должны быть обязательно указаны даты занятий.

По мере накопления материала студенты составляют отчет по практикуму, в котором они отражают в систематизированном виде экспериментальный и расчетный материал, ниже приводится план отчета по лабораторному практикуму.

1. Цель и содержание задания (темы).
2. Характеристика применяемых ингредиентов и каучуков.
3. Методы изготовления резиновых смесей и вулканизаторов с указанием:
 - а) типа оборудования и его характеристики;
 - б) порядка введения ингредиентов, температуры и продолжительности смешения, загрузок на смешительном оборудовании;
 - в) режима вулканизации (продолжительность, температура, давление).
4. Расчет теоретической плотности смеси.

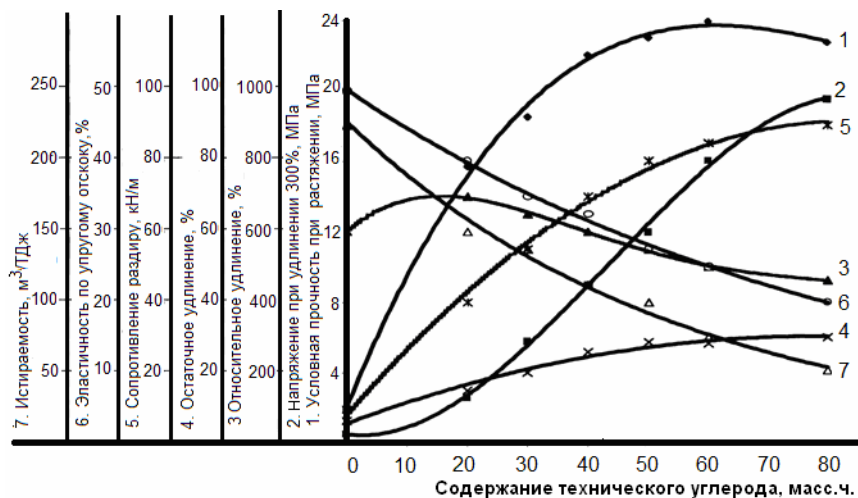


Рис. 5. Влияние технического углерода К354 (ДГ-100) на механические свойства резин из СКС-30 АРК.

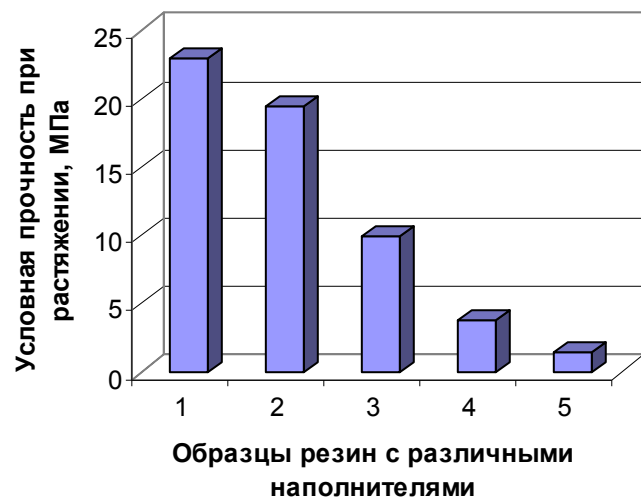


Рис. 6. Зависимость показателя условной прочности при растяжении резин на основе некристаллизующихся каучуков от типа наполнителя: 1 – технический углерод К354 (ДГ-100); 2 – технический углерод П514 (ПМ-50); 3 – технический углерод П705 (ПМ-30); 4 – мел; 5 – без наполнителя.

Для установления оптимальной продолжительности вулканизации берут, как правило, не менее четырех-пяти образцов, полученных при вулканизации различной длительности. При этом условия можно получить достаточно экспериментальных данных для определения зависимости свойств резин от продолжительности вулканизации. При меньшем количестве образцов и нередко наблюдаемом выпадении из графика двух-трех точек бывает трудно определить оптимум и приходится ставить дополнительные опыты. Длительность вулканизации образцов следует согласовать с руководителем.

Вулканизация пластин проводится в прессе, который предназначен для прессования и вулканизации различных резиновых изделий при различной температуре и разной продолжительности вулканизации.

Ниже приведены основные технические данные вулканизационных прессов установленных в лаборатории кафедры:

Диаметр поршня, мм	180
Ход поршня, мм	250
Количество этажей, ед.	2
Просвет между этажами, мм	180
Размер обогревательных плит, мм	400 x 400
Давление масла от маслонасоса, МПа	30
Прессовое усилие, т	70
Давление охлаждающей поршень воды, МПа	0,3

Обогрев плит пресса электрический с автоматическим регулированием температуры с помощью регуляторов и датчиков температуры.

Обычно вулканизация образцов для испытаний в условиях лаборатории проводится при температуре плит $150 \pm 5^\circ\text{C}$ с удельным давлением на пресс-форме не менее 3,0 МПа.

3.5. Определение оптимальной продолжительности времени вулканизации резин

Резиновые пластины, вулканизованные в течение раз-

личных промежутков времени, используются для установления оптимальных параметров вулканизации. Испытания вырезанных из пластин образцов на разрывной машине должны проводиться спустя 24 часа после вулканизации в случае воздушного охлаждения, через 2 часа в случае охлаждения пластин проточной водой. Для записи результатов испытаний на каждую пластину берут отдельный паспорт (приложение 7), на котором указывается соответствующий шифр смеси, температуру и продолжительность вулканизации. Далее приступают к заготовке (вырубке) образцов, замерам их толщины и проведению испытаний, следуя указаниям ГОСТа 270-75. Результаты замеров толщины образцов записываются в паспорте.

Определение оптимальной продолжительности вулканизации резин достаточно длительно и требует значительного количества резиновой смеси.

3.6. Испытание образцов, вулканизованных с оптимальной продолжительностью

Установив оптимальную продолжительность вулканизации данной смеси, приступают к заготовке образцов, предназначенных для специальных испытаний. Для этого, зная количество образцов для того или иного вида испытаний, рассчитывают необходимое количество резиновой смеси. Каждую заготовку маркируют меткой с указанием шифра, температуры и продолжительности вулканизации. При указании продолжительности вулканизации следует помнить, что оптимальное значение этого параметра находили по образцам толщиной 1-2 мм, что не может быть отнесено без изменения к более толстым образцам. Таким образом, продолжительность вулканизации этих образцов должна быть увеличена с учетом их толщины и состава резины. Практически, в условиях лаборатории для всех видов испытаний с образцами толщиной свыше 4 мм продолжительность вулканизации должна быть увеличена по согласованию с руководителем на 5- 10 минут.

Таблица 4. Влияние типа наполнителей на свойства резиновых смесей и резин на основе СКМС-30 АРК.

Наполнитель	Содержание наполнителя, объемных частей	Пластичность смеси	Оптимальное время вулканизации, мин.	Напряжения при удлинении %, МПа		Условная прочность при растяжении, МПа	Относительное удлинение, %	Остаточное удлинение, %
				300	500			
Технический углерод К354	30	0,25	80	12	20,0	23,0	525	24
Технический углерод П514	30	0,30	30	6,8	9,5	18,0	600	16
Технический углерод П705	30	0,32	30	3,8	8,0	9,0	610	12
Мел	30	0,40	45	1,2	2,0	2,5	540	10
Наполнитель отсутствует	---	0,45	40	0,5	1,4	1,9	500	7

В приведенном случае (табл. 4) для наглядного представления влияния типа наполнителя на свойства резин строят, следуя рис. 6, сопоставительные диаграммы. На ординатах в выбранном масштабе откладывают исследуемые показатели вулканизатов или резиновых смесей, а на абсциссах же, вне масштаба, располагают равные основания прямоугольников; такие столбчатые диаграммы свидетельствуют о дискретном характере изучаемых величин.

На рис. 6 представлена зависимость одного показателя (условной прочности при растяжении) от типа наполнителя. Если применить наложение столбиков или же параллельное их построение и различные расцветки, то можно на одном графике дать значения всех исследованных и приведенных в табл. 4 показателей. Приведенный вариант построения не единственный, например, можно применить построение секторных диаграмм.

равном объемном наполнении. Пример результатов физико-механических испытаний для такого случая представлен в табл. 4.

Таблица 3. Влияние содержания технического углерода К354 (ДГ-100) на свойства резиновых смесей и резин из бутадиен-стирольного каучука.

Содержание наполнителя, массовых частей	Жесткость по Дефо, Н	Эластическое восстановление, мм	Усадка, %	Оптимальное время вулканизации, мин.	Напряжение при заданном удлинении %, МПа		Условная прочность при растяжении, МПа	Относительное удлинение, %	Остаточное удлинение, %	Сопrotивление раздиру, кН/м	Эластичность по упругому отскоку, %	Истираемость, м ³ /ГДж
					300	500						
0	3,0	3,8	50	10	0,5	2,4	3,0	550	12	7	48	240
20	5,0	3,4	30	30	2,6	6,0	15,7	680	18	29	38	160
30	6,5	3,1	25	40	5,8	10,4	18,5	650	20	58	34	134
40	8,0	2,5	20	60	9,0	15,0	22,0	600	20	70	32	107
50	10,0	2,6	18	80	12,0	20,0	23,0	595	24	80	29	80
60	13,3	2,3	20	80	16,0	24,2	24,2	500	25	83	26	75
80	18,0	2,2	19	100	19,5	---	22,7	400	27	87	16	73

в) измеряет усадку резиновой смеси, вырезает заготовки из резиновой смеси для вулканизации и шифрует их;

г) наблюдает порядок работы оператора при вулканизации части образцов (3-5 штук) на вулканизационных прессах. Вулканизацию резиновых образцов проводит учебный мастер-прессовщик;

д) проводит испытания каучуков, невулканизованных смесей и резиновых образцов в соответствии с заданием.

Все записи по работе и результаты испытаний заносятся в лабораторных журнал, который периодически просматривается преподавателем. Как правило, студент ведет одновременно испытания только одной резиновой смеси и переходит к следующей лишь после того, как у предыдущей смеси определен оптимум вулканизации. Разрешение на изготовление каждой последующей смеси студент получает от преподавателя.

В ходе лабораторного практикума студент должен выполнить все практические задания, обработать экспериментальные результаты, сдать 4 коллоквиума (см. календарный план-приложение 1), написать необходимые рефераты, составить отчет с выводами и получить зачет (необходимую кумулятивную оценку).

Целесообразно все приведенные в таблице данные совместить на одном графике. При построении такого графика особое внимание должно быть обращено на удачный выбор масштабов ординат.

Таблица 1. Механические свойства резин различной продолжительности вулканизации.

Продолжительность вулканизации, мин	Напряжение при удлинении %, МПа			Условная прочность при растяжении, МПа	Относительное удлинение, %	Остаточное удлинение, %	Сопротивление раздиру, кН/м
	200	300	500				
20	0,5	3,0	5,9	9,5	1080	100	22
40	1,0	4,0	7,0	18,0	820	60	40
60	1,5	5,1	12,0	22,8	720	36	68
80	1,8	5,4	13,0	23,5	640	26	60
100	1,6	5,0	11,8	23,7	635	24	62
120	1,9	5,7	12,9	22,9	640	25	52
140	2,0	5,6	13,0	23,5	620	23	38

Примечание: Толщина пластинок 2 мм; температура вулканизации 151°С.

Чрезмерно большой масштаб может привести к неправильному толкованию графиков, так как в этом случае неизбежные ошибки и неточности метода дадут ложное представление о каких-либо неожиданных изменениях свойств в отдельные периоды вулканизации. Крайне малый масштаб не позволяет проследить нормальное изменение исследуемого показателя. Рекомендуемые масштабы приведены в табл. 2.

При исследовании изменения свойств резин в процессе вулканизации необходимо не только правильно установить оптимальное время вулканизации, но и объяснить наблюдаемые закономерности. Поскольку характер кинетических кривых и скорость вулканизации зависят от многих рецептурных и технологических факторов, дать общее объяснение для различных резиновых смесей нелегко.

При истолковании экспериментальных данных следует учитывать:

- особенности строения молекул каучука (непредельность, регулярность строения, стереоизомерия, полярность и т.д.);
- особенности состава технических каучуков (щелочность, кислотность);
- зависимость скорости вулканизации резин от физико-химических свойств технического углерода (рН, структурность, дисперсность);
- влияние содержания серы, ускорителя и активатора.

Как и при построении графиков кинетики вулканизации, здесь должно быть обращено внимание на выбор масштабов координат. Приведенные в табл. 3 данные дают наглядное представление о влиянии технического углерода марки К354 на свойства резин из бутадиен-стирольного каучука.

На основании данных табл. 3 строят графики, на которых по оси абсцисс откладывают содержание технического углерода (К354), а по оси ординат зависящие от содержания технического углерода исследуемые показатели. Целесообразно, указанные в таблице данные совместить на одном рисунке (рис. 5).

Однако, такой вид сопоставительных графиков возможен лишь в том случае, когда на абсциссах откладывают значения величины, меняющейся непрерывно, например, переменные количества одного и того же ингредиента.

Рассмотрим и такой случай, когда в работе необходимо сопоставить свойства вулканизаторов (каждый из которых получен при оптимальном времени вулканизации) и резиновых смесей, содержащих различные типы наполнителей при

При установлении оптимальной продолжительности вулканизации необходимо иметь в виду, что отдельные показатели механических свойств вулканизатов изменяются во времени неодинаково. Устанавливая оптимальную продолжительность вулканизации, исходят из сопоставления совокупности свойств, а не ограничиваются каким-либо одним показателем.

В качестве примера рассмотрим данные, представленные на рис. 3 и 4. Из рис. 3 видно, что по условной прочности вулканизатов при растяжении оптимальная продолжительность вулканизации составляет 50 минут, продолжение процесса вулканизации не ведет к увеличению этого показателя. Сопротивление вулканизатов раздиру достаточно высоко при 50-минутной вулканизации. Таким образом, за оптимальное время вулканизации можно выбрать 50-минутную вулканизацию.

Во втором примере (рис. 4) за оптимальное время вулканизации следует принять время равное 30 минутам. При 40-минутной вулканизации условная прочность при растяжении более высока, но считать эту продолжительность оптимальной нельзя, так как сопротивление раздиру, начиная с 20 минут вулканизации резко снижается. Как правило, продолжительность вулканизации, необходимая для получения максимального сопротивления раздиру меньше, чем требуемая для достижения наибольшей условной прочности резины при растяжении. Однако, согласно тому же рис. 4, нельзя считать оптимальной продолжительность вулканизации и 20 минут, так как в этом случае остаточное удлинение вулканизата очень велико (40%), а условная прочность при растяжении низкая. Таким образом, оптимальное время вулканизации составляет 30 минут. В этом случае величина остаточного удлинения вполне приемлема, условная прочность при растяжении при дальнейшей вулканизации изменяется сравнительно мало, а снижение сопротивления раздиру, по сравнению с получаемым после 20-минутной вулканизации, невелико.

Таблица 2. Масштабы ординат.

Показатель	Число единиц. в 1 см
Условная прочность при растяжении	2 МПа
Сопротивление раздиру	10 кН/м
Напряжение при удлинении (модуль), 100-200 %	1,0 МПа
300-500 %	2,0 МПа
Относительное удлинение	100 %
Остаточное удлинение	10 %

4.2. Особенности кинетических кривых вулканизации для резин на основе различных каучуков

Характер кривых изменения свойств резин в зависимости от продолжительности вулканизации зависит от состава резиновой смеси и технологии ее изготовления. Однако, наиболее важным фактором в большинстве случаев, определяющим характер кинетических кривых, является природа каучука, на основе которого приготовлена исследуемая смесь. На рис. 3 приведен примерный график кинетики изменения механических свойств резин, изготовленных на основе синтетического каучука СКМС-30АРК, а на рис. 4 – резин на основе натурального каучука.

Для большинства смесей на основе синтетических каучуков (бутадиеновых, бутадиен-стирольных и метилстирольных, бутадиен-нитрильных, хлоропреновых и некоторых других) по мере хода их вулканизации, как правило, условная прочность при растяжении увеличивается, но, достигнув определенных значений, далее изменяется незначительно. Возможны и такие случаи, когда условная прочность при растяжении после достижения максимального значения начинает несколько уменьшаться.

Однако, резко выраженных максимумов или минимумов на этих кинетических кривых не наблюдается. Относительное и остаточное удлинения для большинства резин на основе

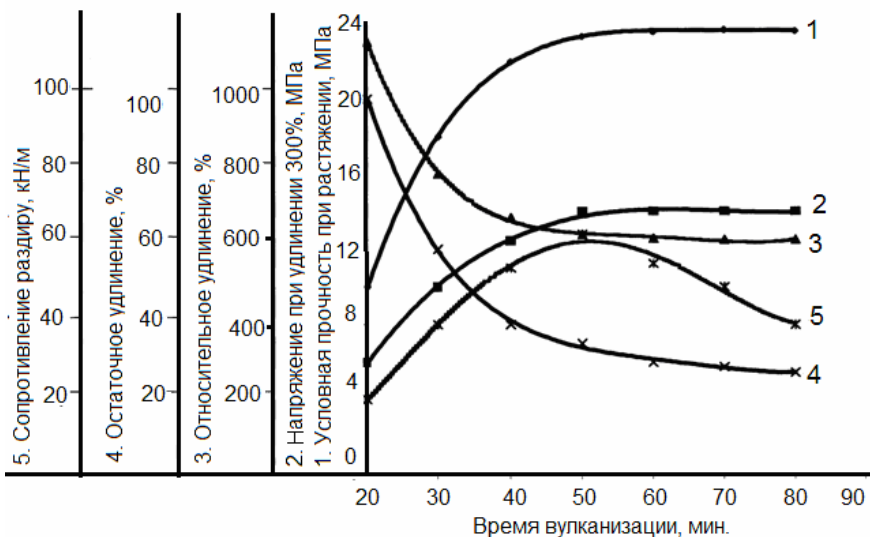


Рис. 3. Изменение механических свойств резины из СКС-30 АРК в процессе вулканизации.

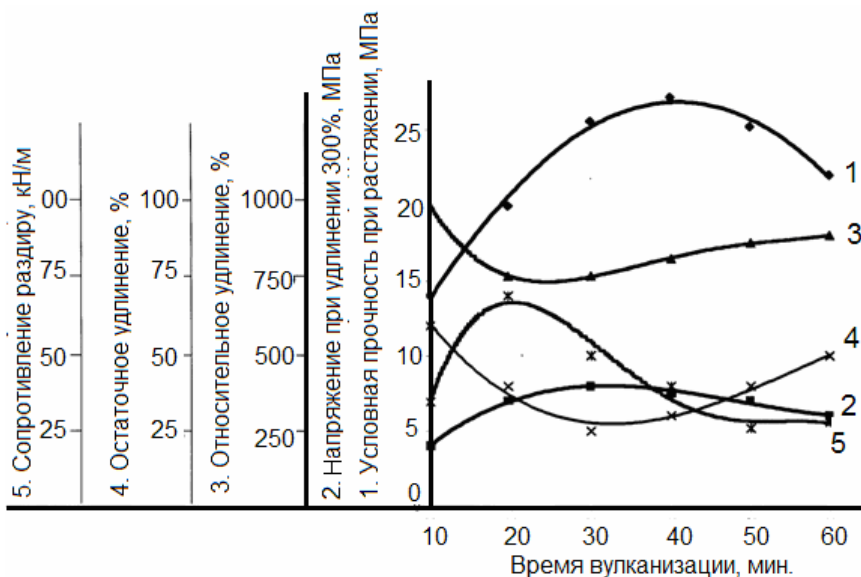


Рис. 4. Изменение механических свойств резины из натурального каучука в процессе вулканизации.

синтетических каучуков, по мере хода вулканизации, уменьшаются, а условные напряжения при заданных удлинениях («модуль») увеличиваются.

Для смесей, изготовленных на основе натурального каучука и некоторых синтетических (СКИЛ, СКИ-3), вид кинетических кривых существенно иной. Кинетические кривые условной прочности при растяжении и условные напряжения при удлинении имеют достаточно четкий выраженный максимум. Кинетические кривые относительного и остаточного удлинения для большинства смесей на основе натурального каучука имеют минимум.

Сопротивление раздиру для смесей как на основе синтетических каучуков, так и на основе натурального каучука изменяется в процессе вулканизации, как правило, по кривой с максимумом.

Приведенные на рис. 3 и 4 кинетические кривые показывают лишь общие типичные изменения свойств резин на основе различных каучуков в процессе вулканизации; в каждом же конкретном случае ход кинетических кривых может иметь свои особенности.

4.3. Принципы определения оптимальной продолжительности вулканизации

Оптимальным параметром вулканизации является минимальная продолжительность вулканизации, необходимая для достижения наиболее благоприятного комплекса свойств резин.

Обычно для этого используются следующие показатели: условная прочность при растяжении, относительное удлинение, остаточное удлинение, напряжения при заданных удлинениях, сопротивление раздиру. В отдельных конкретных случаях для установления оптимальной продолжительности вулканизации следует использовать и другие показатели (твёрдость, равновесный модуль, количество связанной серы, степень набухания и т.д.).