

**Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего
образования
«Санкт-Петербургский государственный университет промышленных
технологий и дизайна»**

**Кафедра наноструктурных, волокнистых
и композиционных материалов им. А. И. Меоса**

**ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА
ХИМИЧЕСКИХ ВОЛОКОН-
НАПОЛНИТЕЛЕЙ ДЛЯ
КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Методические указания

**к лабораторным работам и самостоятельной работе
для студентов направления 18.03.01 – Химическая технология,
дневной, очно-заочной и заочной форм обучения**

Составители:

**М. П. Васильев
Н. И. Свердлова
В. А. Хохлова
Л.М. Штягина**

**Санкт-Петербург
2024**

Рекомендовано
на заседании кафедры

Рецензент А.А. Буринская

Методические указания разработаны для обучающихся всех форм обучения по направлению 18.03.01 «Химическая технология» и включают вопросы химии и технологии переработки полимеров в волокна и методы их идентификации в составе текстильных материалов

Учебное электронное издание сетевого распространения
Издано в авторской редакции

Системные требования:

электронное устройство с программным обеспечением для воспроизведения файлов форматов PDF

Режим доступа: http://publish.sutd.ru/tp_get_file.php?id _____, по паролю. – Загл. с экрана.

Дата подписания к использованию «__» _____ г. Рег. № _____

ФГБОУВО «СПбГУПТД»

Юридический и почтовый адрес: 191186, Санкт-Петербург, ул. Большая Морская, 18

<http://sutd.ru>

СОДЕРЖАНИЕ

1	ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ	4
2	ПРОИЗВОДСТВО ВИСКОЗНЫХ ВОЛОКОН.....	7
3	ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИАМИДНЫХ ВОЛОКОН.....	22
4	ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТНЫХ ВОЛОКОН.....	28
5	ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНЫХ ВОЛОКОН....	29
6	ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИВИНИЛХЛОРИДНЫХ ВОЛОКОН.....	32
7	ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИВИНИЛСПИРТОВЫХ ВОЛОКОН.....	33
8	ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ НАБУХАНИЯ ВОЛОКОН ПОД МИКРОСКОПОМ.....	34
9	РАСПОЗНАВАНИЕ ВОЛОКОН.....	35
10	КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ДВУХКОМПОНЕНТНЫХ СМЕСЕВЫХ ТКАНЕЙ.....	37
	БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	42

1 ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ

1.1 Общие правила

1.1.1 Ответственность за состояние техники безопасности и противопожарные мероприятия по кафедре несет заведующий кафедрой.

1.1.2 За безопасность работ во время учебных занятий в лаборатории отвечает преподаватель, а при проведении исследовательских работ – руководитель работы.

1.1.3 Запрещается допускать студентов к работе в лаборатории без ознакомления с инструкцией по технике безопасности.

1.1.4 Прохождение инструктажа отмечается личными подписями инструктировавшего и инструктируемого и датой в журнале прохождения инструктажа.

1.1.5 Студенты, нарушившие правила техники безопасности, подвергаются в обязательном порядке внеочередному инструктажу.

1.2 Порядок проведения работ и занятий

Перед работой студент, получивший задание от преподавателя, берет все необходимое для выполнения работ у лаборанта и занимает отведенное ему рабочее место.

Во время работы студент обязан:

1.2.1 Строго соблюдать правила безопасности при работе с полученными приборами и реактивами; химические реакции проводить, следуя методическим указаниям;

1.2.2 Строго соблюдать указанную последовательность выполнения работы, без разрешения преподавателя не оставлять рабочее место. После работы студент обязан навести порядок и чистоту на рабочем месте, сдать лаборанту все полученное.

1.3 Правила работы с горючими жидкостями

Следует соблюдать крайнюю осторожность при работе с огнеопасными растворителями (серным эфиром, бензолом, спиртом, ацетоном и др.), переливать их вдали от огня, не проливать, не выливать в раковину, не держать больших количеств на рабочих столах.

Нагревание горючих жидкостей нельзя вести на открытом огне или сетке, необходимо пользоваться водяными или масляными банями, нагреваемыми предпочтительно электричеством.

Нельзя нагревать горючие жидкости в открытой посуде. Нагревание следует вести в колбе, соединенной с хорошо работающим обратным холодильником.

1.4 В лаборатории студентам запрещается:

- 1) пробовать какие-либо вещества на вкус; нюхать их необходимо с осторожностью, не вдыхая полной грудью, а направляя к себе пары или газ движением руки;
- 2) проводить опыты в грязной посуде; мыть посуду необходимо сразу после опыта;
- 3) оставлять вещества в посуде без этикеток и надписей;
- 4) допускать загромождение столов склянками, реактивами и другими предметами, ненужными в данный момент, в особенности посудой с концентрированными кислотами и щелочами;
- 5) выливать в раковины остатки кислот, щелочей, органических жидкостей, хромовую смесь после мытья посуды, остатки охлаждающей смеси, клей, каучуковый латекс, эмульсии синтетических смол и др.;
- 6) пить воду в лаборатории, курить, принимать пищу;
- 7) проводить работы при неисправной вентиляции;
- 8) уходя из лаборатории, оставлять включенными нагревательные приборы, горящие горелки, открытые газовые краны и не выключенный свет.

ВНИМАНИЕ!

КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ РАБОТАТЬ В ЛАБОРАТОРИИ ОДНОМУ!

1.5 Оказание первой помощи

Своевременное оказание помощи пострадавшему может в значительной мере уменьшить тяжесть последствия несчастного случая. Для этой цели в лаборатории (в легкодоступном месте) должна иметься аптечка с перевязочными средствами (вата, бинт, пластырь и др.) и некоторыми медикаментами, а каждый студент обязан знать необходимые меры оказания первой помощи:

- 1) при ожогах кислотами необходимо снять кислоту ватным тампоном и быстро промыть обожженное место большим количеством воды из-под крана, а затем нейтрализовать разбавленным раствором соды (бикарбоната натрия);
- 2) при ожогах щелочами после обильного промывания водой произвести нейтрализацию разбавленным раствором уксусной кислоты;
- 3) при попадании кислоты или щелочи в глаза необходимо быстро промыть их водой из-под крана, после этого следует обратиться к врачу;

4) при термических ожогах следует немедленно наложить на место ожога тампон, смоченный раствором перманганата калия или этиловым спиртом, затем нанести мазь от ожогов;

5) при поражении электрическим током пострадавшего надо освободить от действия тока, выключив рубильник, а затем, если это необходимо, делать искусственное дыхание до прихода врача.

1.6 Противопожарные мероприятия

ВНИМАНИЕ! ПРИСТУПАЯ К РАБОТЕ, СТУДЕНТЫ ДОЛЖНЫ ОЗНАКОМИТЬСЯ С МЕСТОНАХОЖДЕНИЕМ СРЕДСТВ ПОЖАРОТУШЕНИЯ И УМЕТЬ ПОЛЬЗОВАТЬСЯ ИМИ

Неаккуратное обращение с огнем и курение в запрещенных местах могут явиться причиной взрыва или пожара.

При возникновении очага пожара немедленно погасить газовые горелки, выключить электронагревательные приборы, убрать от очага пожара сосуды с огнеопасными веществами, принять меры для тушения пламени и сообщить в охрану университета.

При возгорании жидкости огонь прикрыть асбестовым одеялом, а затем, если необходимо, присыпать песком.

При загорании электропроводов или установок обесточить их и принять меры по тушению пожара, применяя песок, асбестовое одеяло, углекислотный огнетушитель.

При загорании одежды не бежать, а стоять и гасить пламя обертыванием в одеяло, пальто и т. п. Огнетушитель применять для этой цели нельзя.

1.7 Заключительное положение

Помните! Нарушение правил по технике безопасности на любом участке работы может привести к несчастным случаям с вами и вашими товарищами.

Нарушение правил по технике безопасности рассматривается как грубое нарушение правил внутреннего распорядка, за что виновные лица привлекаются к дисциплинарной ответственности.

2 ПРОИЗВОДСТВО ВИСКОЗНЫХ ВОЛОКОН

2.1 Анализ целлюлозы

2.1.1 Определение влажности целлюлозы. Метод высушивания в сушильном шкафу до постоянной массы.

Около 5 г нарезанной на кусочки воздушно-сухой целлюлозы, взвешенной с точностью до 0,0002 г поместить в высушенный до постоянной массы бюкс. Открытый бюкс с целлюлозой и крышку от бюкса поставить в сушильный шкаф и высушивать до постоянной массы при 100–105 °С. По окончании сушки бюкс с целлюлозой закрыть крышкой в сушильном шкафу, перенести в эксикатор, охладить и взвесить.

Влажность рассчитать по формуле

$$W = \frac{g_1 - g_2}{g_1 - g} \cdot 100 ,$$

где W – влажность, %;

g – масса абсолютно сухого бюкса, г;

g_1 – масса бюкса с целлюлозой до высушивания, г;

g_2 – масса бюкса с целлюлозой после высушивания, г .

Провести два параллельных опыта. За результат принять среднее арифметическое, округленное до десятых долей процента. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,2 %.

Вопросы для самостоятельной работы

Требования стандартов по содержанию влаги в целлюлозе.

Кондиционная влажность целлюлозы, определение и назначение этого показателя.

Как влияет на процесс мерсеризации несоблюдение требований ГОСТ по содержанию влаги в целлюлозе?

2.1.2 Определение α - целлюлозы в сульфитной целлюлозе

4–5 г воздушно-сухой целлюлозы, разрезанной на мелкие кусочки и взвешенной с точностью до 0,0002 г поместить в фарфоровую ступку и обработать 150 мл раствора NaOH с концентрацией 17,5 % (215–217 г/л) следующим образом: сначала к целлюлозе прилить 50 мл NaOH и тщательно ее размять пестиком до кашицеобразного состояния, затем перенести массу в стаканчик на 250 мл и прибавить к ней остальные 100 мл щелочи. Перемешивая массу время от времени палочкой, оставить стоять в течение 1,5 ч при температуре 20 °С. Затем перенести массу на фарфоровую воронку

без фильтра и удалить избыток щелочи при помощи водоструйного насоса. Так как мелкие кусочки проскакивают через отверстия воронки, мутный фильтрат из приемной колбы перенести в стаканчик и снова пропустить через воронку с целлюлозой. Эту операцию повторить 3–4 раза, пока фильтрат не станет прозрачным. Далее массу отмыть от щелочи холодной водой. Фильтрат и первые промывные воды собрать в мерную колбу, довести до 1 л дистиллированной водой и оставить для определения гемицеллюлозы, а целлюлозу продолжить промывать водой до отрицательной реакции на щелочь (индикатор фенолфталеин). Затем хорошо удалить избыток воды, перенести α - целлюлозу на чашку Петри, высушить до воздушно-сухого состояния, а затем в бюксе сушить до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 100–105 °С.

Содержание α - целлюлозы вычислить по формуле

$$\alpha = \frac{(g_2 - g) \cdot 100}{g_1 \cdot (100 - W)} \cdot 100$$

где α – содержание α - целлюлозы, %

g – масса абсолютно сухого бюкса, г;

g_1 – масса исходной воздушно-сухой целлюлозы, г;

g_2 – масса бюкса с α - целлюлозой после высушивания, г.

W – влажность исходной целлюлозы, %.

Провести два параллельных определения.

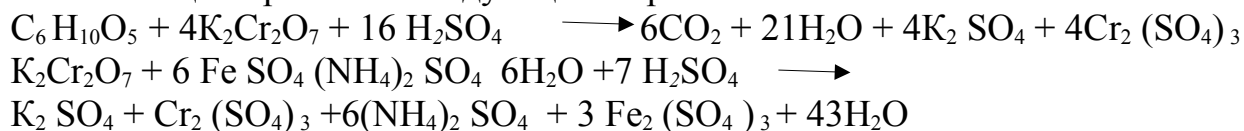
Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,4 % .

2.1.3 Определение гемицеллюлозы в сульфитной целлюлозе

2.1.3.1 Фильтрат от α - целлюлозы с промывными водами (без фенолфталеина) разбавить в мерной колбе до 1000 мл. К 50 мл раствора гемицеллюлозы прибавить из бюретки 5 мл дихромата калия (хромпика) (90 г/л) и 10 мл концентрированной химически чистой H_2SO_4 . Серную кислоту приливать постепенно, непрерывно размешивая. Прокипятить 5 мин, охладить, разбавить 100 мл воды и оттитровать избыток хромпика солью Мора (159,9 г/л) по капельному методу на фарфоровой пластинке с индикатором $K_3 Fe(CN)_6$. Концом титрования считать переход светло-желтой окраски индикатора к голубой.

Параллельно поставить холостой опыт с 50 мл воды вместо щелочного раствора гемицеллюлозы.

Реакция протекает следующим образом:



Содержание гемицеллюлозы вычислить по формуле

$$G = \frac{5 \cdot \left(\frac{a_1 - a_2}{a_1} \right) \cdot 0.0124 \cdot 1000 \cdot 100 \cdot 100}{50 \cdot g_1 \cdot (100 - W)},$$

где G – содержание гемицеллюлозы, %;

a_1 – количество соли Мора, пошедшее на титрование холостого опыта, мл;

a_2 – количество соли Мора, пошедшее на титрование щелочного раствора гемицеллюлозы, мл;

g_1 – масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

W – влажность целлюлозы, %;

0,0124 – масса гемицеллюлозы, соответствующая 1 мл раствора $K_2Cr_2O_7$.

Для определения избытка $K_2Cr_2O_7$ можно применять иодистый калий вместо соли Мора:



2.1.3.2 К 50 мл раствора гемицеллюлозы прибавить из бюретки 5 мл хромпика (0,3 моль/л) и 10 мл концентрированной химически чистой H_2SO_4 . Серную кислоту приливать постепенно, непрерывно размешивая, прокипятить 5 мин, охладить, разбавить 100 мл воды, прибавить 5 капель 2 %-го дифениламина и оттитровать избыток хромпика солью Мора. Наблюдать изменение цвета рабочего раствора от темно-бурого в начале титрования, до фиолетового и синего, при переходе в светло-зеленый цвет титрование закончить. Параллельно поставить холостой опыт с 50 мл воды вместо щелочного раствора гемицеллюлозы.

Количество гемицеллюлозы выразить в процентах от массы абсолютно сухой целлюлозы.

Вопросы для самостоятельной работы.

Что такое α - и гемицеллюлоза?

Способы варки целлюлозы. Сульфитная и сульфатная целлюлоза. Требования стандартов по содержанию в них α - и гемицеллюлозы.

Для какого ассортимента используются эти целлюлозы на вязкозных производствах?

Состав гемицеллюлозы, влияние этих компонентов на свойства готовой продукции.

2.1.4 Определение зольности целлюлозы

Определение зольности проводить путем сжигания 5 - 10 г целлюлозы, разрезанной на мелкие кусочки и взвешенной с точностью 0,0002 г, в платиновом или кварцевом предварительно прокаленном и взвешенном тигле. При прокаливании все органические вещества сгорают и остается одна зола. После прокаливания тигель охладить, прибавить несколько капель (3–4) азотной кислоты для перевода всех компонентов золы в соответствующие окислы, выпарить азотную кислоту и прокалить тигель до постоянной массы. Содержание золы выразить в процентах от массы абсолютно сухой целлюлозы.

Вопросы для самостоятельной работы

Требования стандартов по содержанию золы в сульфитной и сульфатной целлюлозах.

Какие элементы входят в состав золы, как влияет их содержание на технологический процесс получения вискозы?

2.1.5 Определение жиров и смол в целлюлозе

5 г воздушно-сухой, с известной влажностью целлюлозы, нарезанной на полоски длиной 10-15 мм, шириной 3-5 мм и взвешенной с точностью 0,0002 г, поместить в патрон из фильтровальной бумаги и экстрагировать спирто-толуольной смесью в аппарате Сокслета. Спирто-толуольную смесь налить в колбу аппарата в количестве, в 1,5 -2 раза превышающем объем экстрактора. Колбу Сокслета нагревать на песчаной бане 4–6 ч.; за это время должно произойти 18–20 переливов спирто - толуольной смеси из экстрактора в колбу.

После экстракции содержимое колбы аппарата перелить в сухую взвешенную колбу; колбу аппарата сполоснуть свежим растворителем, который также слить в колбу. Растворитель отогнать, остаток высушить до постоянной массы при 100 °С.

Рассчитать процентное содержание жиров и смол в абсолютно сухой целлюлозе.

Вопросы для самостоятельной работы

Требование стандартов по содержанию жиров и смол в целлюлозе.

Влияние повышенного содержания жиров и смол в целлюлозе на технологический процесс получения вискозы.

2.1.6 Определение лигнина в целлюлозе

Около 1 г воздушно-сухой целлюлозы с известной влажностью, нарезанной на кусочки размером 1 x 5 мм и взвешенной с точностью 0,0002 г, поместить в 250 мл стеклянную колбу с притертой пробкой, залить 10 мл соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³) и поставить на 2 ч в водяную баню, поддерживая в ней температуру (40±1) °С, колбу периодически встряхивать.

Затем колбу вынуть, дать ей охладиться до 18–20 °С и прилить к содержимому 90 мл 72%-й серной кислоты, смывая кислотой приставшие к стенкам банки кусочки целлюлозы. Колбу закрыть пробкой и оставить стоять 18–20 ч при комнатной температуре. Содержимое колбы количественно перенести в коническую колбу или стакан на 500 мл, ополаскивая колбу 150 мл воды. Содержимое колбы осторожно нагреть в течение 10 мин до появления первых признаков кипения и оставить колбу в покое для охлаждения жидкости и выпадения осадка на 1,5–2,0 ч. После этого жидкость с осадком отфильтровать через взвешенный стеклянный пористый фильтр № 4. Осадок на фильтре тщательно промыть дистиллированной водой до исчезновения в промывных водах реакции на анион SO₄²⁻ по BaCl₂. Промытый осадок сушить на фильтре до постоянной массы при температуре 100–105 °С. Рассчитать процентное содержание лигнина в абсолютно сухой целлюлозе.

Вопросы для самостоятельной работы

1. Что такое лигнин?
2. Требования стандартов по содержанию лигнина в сульфитной и сульфатной целлюлозах.
3. Как влияет на технологический процесс получения вискозы несоблюдение требований ГОСТ по содержанию лигнина в целлюлозе?

2.2 Анализ качества щелочи

2.2.1 Определение прозрачности растворов рабочей щелочи

Определение проводить в цилиндре с плоским дном. Цилиндр установить вертикально на площадку из органического стекла, снизу которой приклеена бумага с нанесенным черной тушью крестом. Ширина линий креста равна 3 мм. Под площадкой на расстоянии 100 мм устанавливается электрическая лампочка мощностью 40 Вт.

В цилиндр постепенно наливать раствор щелочи, пока не перестанет просматриваться сверху контур креста. Прозрачность раствора рабочей щелочи характеризуется высотой столба раствора NaOH, выраженной в мм.

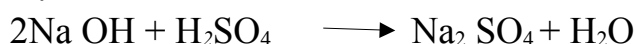
2.2.2 Определение содержания едкого натра и углекислого натрия в растворе щелочи

Пипеткой отобрать 5 мл испытуемого раствора щелочи при температуре 20 °С, перенести в коническую колбу, разбавить 50 мл дистиллированной воды и титровать 1N раствором серной кислоты с индикатором фенолфталеином до обесцвечивания.

При титровании кислоту приливать медленно, аккуратно взбалтывая содержимое колбы.

В растворах щелочей высокой концентрации фенолфталеин разрушается, поэтому в процессе титрования прибавлять свежий индикатор.

Переход окраски фенолфталеина соответствует полной нейтрализации щелочи:



и частичной нейтрализации (половина всего количества) соды:



Эту же пробу титровать дальше с метиловым оранжевым до появления оранжевого окрашивания.

При этом сода нейтрализуется полностью.



Содержание щелочи и соды (г/л) рассчитать по формулам:

общая щелочность (едкий натр и сода в пересчете на Na OH):

$$X_{\text{ОБЩ}} = \frac{(a+b) \cdot K \cdot T_{\text{щ}}}{V} \cdot 1000$$

содержание щелочи:

$$X_{\text{NaOH}} = \frac{(a-b) \cdot K \cdot T_{\text{щ}}}{V} \cdot 1000$$

содержание соды:

$$X_{\text{NaHCO}_3} = \frac{2b \cdot K \cdot T_c}{V} \cdot 1000$$

где a – расход раствора 1N серной кислоты на титрование по фенолфталеину, мл;

b – расход раствора 1N н серной кислоты на титрование по метиловому оранжевому, мл;

K – поправочный коэффициент раствора серной кислоты;

V – объём испытуемого раствора щелочи, мл;

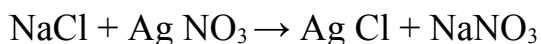
$T_{\text{щ}}$ – титр едкого натра по 1N раствору кислоты;

T_c – титр соды по раствору 1N кислоты.

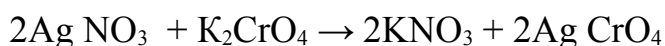
Оттитрованный раствор сохранить.

2.2.3 Определение хлоридов в щелочи

Метод основан на образовании нерастворимого осадка хлорида серебра при взаимодействии нитрата серебра с ионами хлора:



В нейтральную пробу после определения щелочности добавить 0,5 – 1,0 мл хромовокислого калия в качестве индикатора и титровать 0,1 N раствором азотнокислого серебра до появления бурой окраски хромовокислого серебра:



Содержание Na Cl рассчитать по формуле

$$X = \frac{a \cdot K \cdot T}{V} \cdot 1000$$

где X – содержание NaCl, г/л;

a – расход 0,1 н раствора азотнокислого серебра;

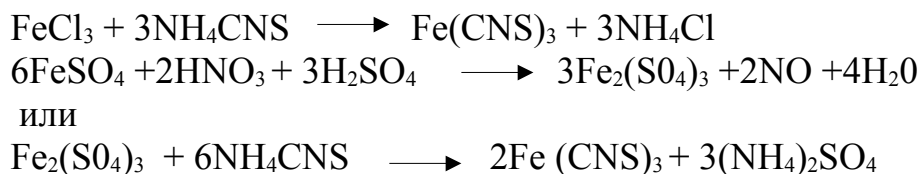
K – поправочный коэффициент раствора нитрата серебра;

V – объём испытуемого раствора щелочи (5 мл);

T – титр хлористого натрия, г/мл;

2.2.4 Определение железа в щелочи

Метод основан на способности образования роданида железа (III), окрашенного в кроваво-красный цвет, при взаимодействии трехвалентного железа с роданидом аммония.



В термостойкий стакан внести пипеткой 20 мл испытуемого раствора, нейтрализовать концентрированной соляной кислотой (проба с лакмусовой бумагой), добавить 15–20 капель концентрированной азотной кислоты и кипятить 10 мин для окисления двухвалентного железа в трехвалентное. Полученный раствор после охлаждения перенести в мерную колбу на 200 мл и дистиллированной водой довести объем до метки.

Из тщательно перемешанного раствора отобрать пипеткой 10 мл и перенести в мерный цилиндр с притертой пробкой емкостью 100 мл, прибавить 1 мл концентрированной азотной кислоты, 1 мл 20%-й серной кислоты, 10 мл 15%-го роданида аммония и 10 мл эфира. Полученную смесь

хорошо перемешать. В другой такой же цилиндр налить 10 мл дистиллированной воды и те же количества азотной и серной кислот, раствора роданида аммония и серного эфира, затем из микробюретки прибавлять стандартный раствор железо-аммонийных квасцов до получения одинаковой интенсивности окрашивания слоя эфира в обоих цилиндрах. Сравнение окраски производить после взбалтывания раствора.

Стандартный раствор железо-аммонийных квасцов готовится следующим образом: 0,604 г $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 4 мл концентрированной серной кислоты и доводят объём раствора дистиллированной водой до 1 л. Из полученного раствора берут 10 мл и дистиллированной водой доводят до 100 мл. После разбавления 1 мл стандартного раствора содержит 0,00001 г Fe_2O_3 .

Содержание железа в щелочи рассчитать по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0.00001 \cdot 200 \cdot 50}{10}$$

где X – содержание железа в щелочи, г/л (в пересчете на Fe_2O_3),

V – объём стандартного раствора квасцов, прибавленный в цилиндр с дистиллированной водой, мл.

Вопросы для самостоятельной работы

Требования стандарта по содержанию в едком натре углекислого натрия, хлоридов и железа.

Способы получения едкого натра и его качество.

Источники образования примесей в рабочем растворе едкого натрия. Влияние указанных примесей на технологический процесс и качество вискозных волокон.

2.3 Получение и анализ щелочной целлюлозы

2.3.1 Приготовление щелочной целлюлозы

30–40 г воздушно-сухой целлюлозы, нарезанной кружочками, обработать в течение 1 ч 18–19 % раствором NaOH . Модуль ванны 1:15, температура щелочи – 18–20 °С. Через указанное время целлюлозу отжать на винтовом прессе до степени отжима 2,8–3, считая на воздушно-сухую целлюлозу. Полученную щелочную целлюлозу измельчить в измельчителе типа аппарата ВА и оставить стоять в течение 3 суток при комнатной температуре. Созревшую щелочную целлюлозу проанализировать.

2.3.2 Анализ щелочной целлюлозы

2.3.2.1 Определение степени измельчения щелочной целлюлозы по насыпной массе

Насыпная масса щелочной целлюлозы определяется массой 1 л измельченного материала в граммах. Чем больше степень измельчения, тем больше поверхность материала и меньше его насыпная масса.

Взвешенный (на технических весах с точностью до 0,1 г) мерный цилиндр вместимостью 1 л заполнить до верхней метки измельченной щелочной целлюлозой, которую не уплотнять при заполнении. Заполненный цилиндр вновь взвесить на технических весах, разность масс соответствует насыпной массе (в граммах на литр) измельченной щелочной целлюлозы.

Определение производить при температуре 20 °С.

2.3.2.2 Определение степени измельчения щелочной целлюлозы по активной поверхности

Насыпная масса не характеризует равномерность измельчения, т.е. не дает представления о величине активной поверхности. Для установления этого показателя применяется метод, основанный на определении времени взаимодействия (в секундах) щелочной целлюлозы с серной кислотой (фенолфталеиновая проба)

К 10 г щелочной целлюлозы, взвешенной на технических весах, добавить 25 мл 1%-го раствора фенолфталеина и 150 мл дистиллированной воды при непрерывном перемешивании. Затем, не прекращая перемешивать, прилить 50 мл 1 н раствора серной кислоты и по секундомеру отметить время, прошедшее до исчезновения красного окрашивания. При хорошем измельчении через 150 с должно оставаться очень незначительное число красных точек, которые через 300 с должны совершенно исчезнуть.

2.3.2.3 Определение щелочи и углекислого натрия в щелочной целлюлозе

В сухой бюкс отвесить на аналитических весах с точностью до 0,0001 г около 3–4 г щелочной целлюлозы, количественно перенести ее, ополаскивая бюкс несколько раз дистиллированной водой, в стакан вместимостью 0,5 л и долить водой до половины стакана. После перемешивания стеклянной палочкой стакан оставить на 20–30 мин, а затем титровать 1N раствором серной кислоты сначала с фенолфталеином до обесцвечивания, потом с метилоранжем – до перехода в оранжевый цвет.

Содержание общей щелочи (едкого натра и соды в пересчете на едкий натр) и углекислого натрия вычислить по формулам:

$$X_{\text{ОБЩ}} = \frac{(a+b) \cdot K \cdot T_{\text{щ}} \cdot 100}{g} ;$$

$$X_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{2b \cdot K \cdot T_c \cdot 100}{g} ;$$

где $X_{\text{общ}}$ – содержание общей щелочи, %;
 $X_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ – содержание соды, %;
 a – расход раствора 1N серной кислоты на титрование по фенолфталеину, мл;
 b – расход раствора 1N серной кислоты на титрование по метиловому оранжевому, мл;
 K – поправочный коэффициент раствора серной кислоты;
 $T_{\text{щ}}$ – титр едкого натра по 1N раствору кислоты, г/мл;
 T_c – титр соды по 1N раствору кислоты, г/мл;
 g – масса щелочной целлюлозы, г.

Пробу сохранить до последующего анализа.

2.3.2.4 Определение содержание альфа-целлюлозы в щелочной целлюлозе

Содержание альфа-целлюлозы определять в нейтральной пробе, оставшейся от предыдущего анализа. Для этого целлюлозу отфильтровать на фарфоровой воронке через фильтр из хлопчатобумажной ткани (шифон и т. п.), после чего промыть дистиллированной водой до исчезновения следов сульфат-иона (проба фильтрата с хлористым барием). Целлюлозу снять с фильтра на чашку Петри, высушить до воздушно-сухого состояния, а затем сушить в бюксе в шкафу при температуре 105 °С до постоянной массы.

Содержание альфа-целлюлозы вычислить по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100}{g} ;$$

где X – содержание альфа-целлюлозы, %,
 a – масса высушенной альфа-целлюлозы, г;
 g – масса исходной щелочной целлюлозы.

Вопросы для самостоятельной работы

Назначение процесса мерсеризации и его сущность.

Влияние параметров на мерсеризацию целлюлозы.

Оборудование для получения щелочной целлюлозы.

Взаимосвязь характеристик оборудования и технологических параметров процесса мерсеризации.

Процесс предсозревания, назначение, параметры, оборудование.

Состав щелочной целлюлозы для различного ассортимента вискозных волокон и пленок.

2.4 Анализ серной кислоты

Около 12 г серной кислоты осторожно отвесить в мерную колбу объемом 200 мл, содержащую примерно 120 мл воды. Раствор охладить до 20 °С, разбавить водой до метки и хорошо перемешать. Пипеткой отобрать 50 мл раствора в эрленмейеровскую колбу на 200 мл, прибавить 2–3 капли метилоранжа и титровать раствором гидроксида натрия с молярной концентрацией 1 моль/л.

2.5 Анализ осадительной ванны

Осадительную ванну студенты готовят индивидуально, в соответствии с заданным преподавателем ассортиментом продукции (волокна, нити, пленки).

2.5.1 Определение плотности осадительной ванны

Плотность определять ареометром (с делениями от 1,200 до 1,400) в нефилтрованной осадительной ванне, содержащей менее 300 г/л сульфата натрия, при температуре 20 °С. В случае большего содержания сульфата натрия определение проводить при 40–42 °С и вносить поправку на температуру.

2.5.2 Определение общей кислотности осадительной ванны

Отобрать пипеткой (с помощью груши) 10 мл нефилтрованной ванны при 40 °С, разбавить 100 мл дистиллированной воды и титровать гидроксидом натрия с концентрацией 1 моль/л в присутствии метилового оранжевого. Содержание серной кислоты рассчитать по формуле

$$X_k = \frac{a \cdot K \cdot T \cdot 1000}{10}$$

где X_k – содержание серной кислоты, г/л;

a – объем гидроксида натрия с концентрацией 1 моль/л, израсходованного на титрование, мл;

K – поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия;

T – титр серной кислоты (0,049 г/мл).

2.5.3 Определение сульфата цинка в осадительной ванне

Метод основан на образовании устойчивого комплексного (хелатного) соединения при взаимодействии трилона Б (двузамещенная натриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) с ионами цинка.

Содержание сернокислого цинка данным методом определяется прямым титрованием пробы раствором трилона Б в среде аммиачного буферного раствора в присутствии индикатора – хром темно-синего. Изменение окраски этого индикатора произойдет в эквивалентной точке, соответствующей связыванию трилоном Б всех ионов цинка в комплекс.

К 5 мл осадительной ванны, взятой пипеткой в коническую колбу на 250 мл, добавить 10 мл аммиачного буферного раствора, 100 мл дистиллированной воды, 8–10 капель индикатора хром темно-синего и титровать раствором трилона Б с концентрацией 0,05 моль/л (0,1N) до перехода окраски от винно-красной до голубовато-синей. Окраска может быть глубже или светлее в зависимости от загрязненности раствора ванны. Параллельно поставить холостой опыт.

Содержание сульфата цинка в осадительной ванне рассчитать по формуле:

$$X = \frac{(a-b) \cdot K \cdot 0.00807 \cdot 1000}{5}$$

где X – содержание сульфата цинка в ванне, г/л;

a – объем трилона Б, израсходованного на титрование рабочего опыта, мл;

b – объем раствора трилона Б, израсходованного на холостой опыт;

K – поправочный коэффициент трилона Б;

0,00807 – титр сульфата цинка по трилону Б.

2.5.4 Определение общего содержания сульфатов в осадительной ванне

В фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, отобрать 5 мл осадительной ванны. Во избежание разбрызгивания пробу ванны накрыть кружком беззольной фильтровальной бумаги и осторожно выпаривать досуха на медленном огне. Сухой остаток смочить 2–3 каплями концентрированной серной кислоты, снова выпарить и прокалить в муфельной печи до постоянной массы.

Содержание сульфатов вычислить по формуле

$$X_{\text{общ}} = \frac{(a-b) \cdot 1000}{5}$$

где $X_{\text{общ}}$ – общее содержание сульфата натрия и сульфата цинка в ванне, г/л;

a – масса прокаленного тигля с осадком, г;

b – масса прокаленного тигля, г.

Содержание сульфата натрия рассчитать по уравнению

$$X_{CH} = X_{ОБЩ} - X_{Zn} \cdot 0,9 ;$$

где $X_{с.н}$ – содержание сульфата натрия, г/л.

0,9 – величина, равная отношению молекулярной массы сульфата натрия и сульфата цинка.

Вопросы для самостоятельной работы

Одно- и двухваннный способы формования вискозных волокон.

Химические и физические процессы, протекающие при формовании вискозных волокон.

Состав осадительной ванны при формовании вискозных волокон. Назначение компонентов осадительной ванны.

Причины структурной неоднородности вискозных волокон и пути ее уменьшения.

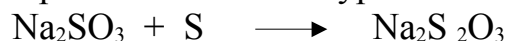
Аппаратурное оформление процессов формования вискозных волокон, текстильных и технических нитей, целлофановой пленки.

2.6 Анализ отделочных растворов

При формовании в результате побочных реакций выделяется сера, до 1,5 % которой отлагается на волокне. Основное количество серы удаляют в процессе десульфурации щелочными агентами.

2.6.1 Анализ сульфитной десульфурационной ванны

В сульфитной десульфурационной ванне всегда содержится в большом количестве гипосульфит, образующийся в результате взаимодействия сульфита с серой на волокне по уравнению



и сульфат, образующийся за счет окисления сульфита кислородом воздуха:



Обычно при анализе ванны определяют содержание сульфита и гипосульфита натрия йодометрически, а затем, определив отдельно количество $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, находят количество Na_2SO_3 в ванне.

5 мл ванны влить в подкисленный соляной кислотой 0,1М (0,1 Н) раствор йода. При содержании сульфита не более 30 г/л взять 25 мл йода и 5–6 мл 10%-го раствора соляной кислоты. Избыток йода оттитровать раствором гипосульфита натрия с концентрацией 0,1 М эквивалента (0,1 Н) в присутствии крахмала.

Для определения гипосульфита натрия к 25 мл ванны прибавить 5 мл формалина и 10 мл 20 %-й уксусной кислоты. При этом весь находящийся в ванне сульфит натрия связывается формальдегидом:



Уксусная кислота вводится для нейтрализации выделяющейся щелочи (если использовать минеральную кислоту, то с формальдегидом реагирует и гипосульфит).

Смесь оттитровать 0,1 н раствором йода в присутствии крахмала.

Содержание гипосульфита натрия вычислить по формуле

$$X_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{b \cdot 0,158 \cdot 1000}{25}$$

а сульфита натрия по формуле

$$X_{\text{Na}_2\text{SO}_3} = \left[(25-a) - \frac{a}{5} \right] \cdot \frac{0,0063 \cdot 1000}{5},$$

где $X_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – содержание гипосульфита натрия, г/л;

$X_{\text{Na}_2\text{SO}_3}$ – содержание сульфита натрия, г/л;

a – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на первое титрование, мл;

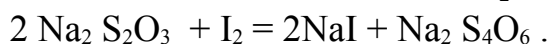
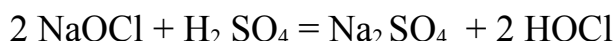
b – объем раствора йода, израсходованного на второе титрование, мл;

0,0158 – титр гипосульфита натрия, г/мл;

0,0063 – титр сульфата натрия, г/мл.

2.7 Анализ гипохлоритной отбелочной ванны на активный хлор

Метод основан на взаимодействии гипохлорита (в кислой среде) с йодидом калия. Выделившийся йод оттитровывается раствором гипосульфита натрия:



В колбу для титрования налить 10 мл 1%-го раствора иодистого калия, 10 мл 0,05 М (0,1 Н) раствора серной кислоты и 5 мл раствора гипохлорита, опуская кончик пипетки под слой жидкости. Оттитровать образующийся йод 0,05 М (0,1 Н) раствором гипосульфита натрия сначала до бледно-желтой окраски, затем прибавить 0,5 мл крахмала и титровать до обесцвечивания.

Содержание активного хлора вычислить по формуле

$$X_A = \frac{a \cdot K \cdot 0,003546 \cdot 1000}{5}$$

где X_A – содержание активного хлора, г/л;

a – объем раствора гипосульфита натрия, израсходованного на титрование, мл;

K – поправочный коэффициент гипосульфита натрия;

0,003546 – титр хлора, г/мл.

Вопросы для самостоятельной работы

Назначение отделочных процессов. Влияние серы и других примесей на свойства готового волокна.

Особенности отделки волокна, текстильных и технических нитей, целлофана. Оборудование для отделки.

2.8 Анализ вискозного волокна

Количественное определение серы в волокне

Метод основан на связывании серы сульфитом натрия и титровании образующегося тиосульфата натрия раствором йода.

3–4 г нарезанного недесульфурованного (5–6 десульфурованного) волокна, взвешенного с точностью 0,01 г, поместить в круглодонную колбу на 500 мл. Волокно залить 75–100 мл 15%-го раствора сульфита натрия так, чтобы оно все было покрыто жидкостью, бросить в колбу несколько кусочков битого фарфора. Колбу присоединить к водяному холодильнику и укрепить над электроплиткой на высоте 5–6 см. Содержимое колбы нагреть до кипения и кипятить в течение 30 мин. По окончании кипячения холодильник промыть небольшим количеством дистиллированной воды, которую слить в колбу. Волокно отфильтровать на воронке Бюхнера через слой бязи или шифона и промыть 250 мл горячей дистиллированной воды.

Фильтрат перенести в коническую колбу вместимостью 500 мл, реакционную колбу промыть несколько раз дистиллированной водой и промывные воды присоединить к фильтрату.

К охлажденному фильтрату добавить 10 мл раствора формалина, 5 мл уксусной кислоты, крахмал и титровать 0,05 N раствором йода до появления светло-сиреневатого окрашивания раствора.

При анализе недесульфурованного волокна фильтрат титровать из обычной бюретки на 25 мл; при анализе десульфурованного волокна – из микробюретки. Параллельно провести «холостой» опыт.

Содержание серы в волокне вычислить по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0.001603 \cdot 100}{a}$$

где X – содержание серы в волокне, %;

V_1 – объем 0,05 N раствора йода, израсходованного на титрование пробы, мл;

V_2 – объем 0,05 N раствора йода, израсходованного на титрование «холостого» опыта, мл;

K – поправочный коэффициент раствора йода;

a – масса абсолютно сухого волокна, взятого для анализа, г;
0,001603 – количество серы в граммах, соответствующее 1 мл точно 0,05 N раствора йода (титр серы по йоду).

3 ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИАМИДНЫХ ВОЛОКОН

3.1 Анализ капролактама

3.1.1 Определение температуры затвердевания

15–20 г капролактама нагреть в пробирке при непрерывном перемешивании и погрузить в нее термометр так, чтобы он не касался дна и стенок пробирки. Ртутный резервуар термометра должен быть полностью погружен в расплав мономера. Температура капролактама должна быть не ниже 80 °С. В случае понижения температуры пробирку подогреть на глицериновой бане.

При определении температуры кристаллизации капролактама осторожно перемешать его в пробирке, не касаясь дна и стенок пробирки. Сначала температура медленно понижается, а в момент кристаллизации капролактама она самопроизвольно повышается. Максимальную температуру можно принять за температуру кристаллизации капролактама. В том случае, когда температура некоторое время держится на определенной точке, ее можно принять за температуру кристаллизации. После первого определения пробирку снова подогреть и повторить определение.

По таблице 4 [11] найти содержание воды в капролактаме, соответствующее найденной температуре кристаллизации

3.1.2 Определение перманганатного числа

К 1 г растертого в порошок капролактама прилить 100 мл дистиллированной воды и перемешать до растворения. В другой стакан налить 100 мл стандартного раствора, в одном литре которого находится 2,5 г азотнокислого кобальта, 0,01 г двуххромовокислого калия и 2 мл концентрированной азотной кислоты.

Оба стакана установить на белом листе бумаги, после чего в стакан с капролактамом добавить 1 мл раствора перманганата калия с молярной концентрацией 0,01 моль/л и включить секундомер. Раствор размешать стеклянной палочкой. Время (в секундах), в течение которого испытуемый раствор примет окраску стандартного, является перманганатным числом капролактама.

3.1.3 Определение перманганатного индекса

Навеску 3 г (точность взвешивания 0,01 г) капролактама взвесить в стакане и растворить в 50 мл воды. Раствор количественно перенести в мерную колбу емкостью 100 мл, довести водой до метки и перемешать. Колбу с раствором капролактама поместить в водяной термостат с температурой $(25 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ и выдержать в течение 30 мин.

К термостатированному раствору капролактама добавить 2 мл водного раствора KMnO_4 с концентрацией 0,01 моль/л, включив сразу же секундомер, тщательно перемешать содержимое колбы и поместить колбу в термостат. По истечении 9 мин вынуть колбу из термостата и заполнить раствором измерительную кювету с толщиной слоя, поглощающего свет, 50 мм, которую затем поместить в кюветное отделение готового к измерению и установленного на 420 нм спектрофотометра. Затем точно через 600 с после момента добавления перманганата измерить оптическую плотность A испытуемого раствора по отношению к воде, не содержащей окисляющих веществ.

В контрольном опыте заполнить мерную колбу до метки водой, не содержащей окисляющих веществ, и далее поступать так же, как с раствором капролактама, измеряя оптическую плотность A_0 контрольной пробы.

Если в процессе проведения серии измерений оптической плотности растворов не меняются: вода, не содержащая окисляющих веществ, водный раствор KMnO_4 с концентрацией 0,01 моль/л и заполняемая водой кювета сравнения, то для определения A_0 достаточно сделать два параллельных опыта.

Перманганатный индекс X вычислить по формуле

$$X = 35 \cdot (A - A_0)$$

Для растворения капролактама использовать воду, не содержащую окисляющихся веществ. Для этого растворить 3,2 г перманганата калия в 1 л дистиллированной воды и выдержать 24 ч. Затем отогнать 750 мл воды на установке для перегонки, не допуская попадания капель раствора перманганата в дистиллят.

Водный раствор KMnO_4 с концентрацией 0,01 моль/л готовить разбавлением водного раствора KMnO_4 с концентрацией 0,1 моль/л и хранить в склянке из темного стекла не более недели.

3.1.4 Определение летучих оснований

Поместить 20 г капролактама в круглодонную колбу или в колбу Кьельдаля (объем 500 мл), быстро добавить 200 мл раствора NaOH с концентрацией 1 моль/л и закрыть пробкой с насадкой, конец которой соединен с обратным холодильником. Конец шарикового холодильника

должен быть опущен в коническую колбу под слой жидкости, состоящей из 10 мл HCl с концентрацией 0,01 моль/л и 30 мл H₂O.

Отогнать 100 мл дистиллята. Кончик холодильника промыть небольшим количеством дистиллированной воды, которую слить в дистиллят. Полученный раствор оттитровать раствором NaOH с концентрацией 0,01 моль/л по метилоранжу до изменения окраски раствора от красного к желтому.

3.2 Анализ дистиллированной воды

3.2.1 Определение щелочности

Сущность метода заключается в реакции образования нейтральных солей при титровании воды кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого.

Пробу 100 мл воды отобрать цилиндром в коническую колбу емкостью 250 мл, добавить 1–2 капли метилоранжа и оттитровать раствором серной кислоты с концентрацией 0,05 моль/л (0,1 N) до перехода желтой окраски в оранжевую.

Щелочность воды A вычислить по формуле

$$A = K \cdot V$$

где A – щелочность воды, мг-экв/л;

V – объем кислоты, израсходованный на титрование, мл;

K – поправочный коэффициент к раствору 0,1 N серной кислоты.

3.2.2 Определение жесткости

Сущность метода заключается в титровании исследуемой пробы воды раствором трилона Б при определенном значении рН в присутствии индикатора кислотного хрома темно-синего.

К 100 мл воды, взятой на анализ, добавить 5 мл аммиачного буферного раствора, 5–6 капель индикатора кислотного хрома темно-синего и титровать из микробюретки раствором трилона Б с концентрацией 0,01 моль/л до изменения окраски раствора от красно-фиолетовой до синей.

Жесткость воды A , мг-экв/л, вычислить по формуле

$$A = \frac{1000 \cdot V \cdot K \cdot N}{V_1} = \frac{1000 \cdot V \cdot K \cdot 0.01}{100} = 0,1 \cdot V \cdot K$$

где V – объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование взятого объема пробы, мл;
 K – поправочный коэффициент к раствору трилона Б;
 N – концентрация трилона Б, г-экв/л;
 V_I – объем пробы, мл.

3.3 Анализ поликапроамида

3.3.1 Определение влаги в поликапроамиде

В высушенный до постоянной массы бюкс внести 5–8 г экстрагированного поликапроамида, взвешенного на аналитических весах, и выдержать его в сушильном шкафу при 125 °С в течение 2 ч. После сушки бюкс с полимером охладить и взвесить.

Влажность поликапроамида вычислить по формуле

$$A = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1 - m} \cdot 100 ,$$

где A – влажность поликапроамида, % ;

m_1 – масса поликапроамида и бюкса до сушки, г ;

m_2 – масса поликапроамида и бюкса после сушки, г ;

m – масса абсолютно сухого бюкса, г.

3.3.2 Определение концевых аминогрупп

Метод основан на присоединении соляной кислоты свободными концевыми аминогруппами поликапроамида. Для определения концевых групп применяют поликапроамид, переосажденный из фенола в виде белого порошка, или невытянутое волокно.

Около 4 г поликапроамида, взвешенного на аналитических весах, высушить до постоянной массы и внести в мерную колбу на 200 мл, добавить 20 мл 0,025 моль/л раствора HCl, содержащего 0,5 моль/л NaCl или KCl, и объем довести дистиллированной водой до метки. Сверх метки добавить воду, объем которой равен объему навески поликапроамида, т. е 3,5 мл (эту величину получают делением навески поликапроамида на его плотность 1,14 г/см³). Содержимое колбы перемешать, выдержать 10–20 мин, отфильтровать через сухой стеклянный пористый фильтр и фильтрат собрать в сухую колбу. Затем 100 мл фильтрата оттитровать водным раствором NaOH с концентрацией 0,1 моль/л в присутствии метилового красного до появления желтой окраски. Параллельно провести «холостой» опыт.

Количество свободных аминогрупп A , в молях на 1 г полиамида вычислить по уравнению

$$A = \frac{(V_x - V_p) \cdot V_1 \cdot N}{V_2 \cdot g \cdot 1000},$$

где V_x – объем раствора NaOH с концентрацией 0,1 моль/л, пошедшего на титрование в холостом опыте, мл;

V_p – объем раствора NaOH с концентрацией 0,1 моль/л, израсходованного в опыте с поликапроамидом, мл;

V_1 – общий объем смеси в мерной колбе, мл;

N – концентрация раствора NaOH;

V_2 – часть объема смеси из мерной колбы, взятой на титрование, мл;

g – навеска поликапроамида, г.

3.3.3 Определение низкомолекулярных соединений в поликапроамиде

Определение низкомолекулярных соединений (НМС) в полимере проводят после экстрагирования путем определения убыли массы образца полимера после экстрагирования, либо путем определения содержания компонентов экстракта.

Метод определения убыли массы образца после экстракции – массовый метод – дает хорошо воспроизводимые результаты и требует длительной сушки образца. При определении НМС в экстракте рефрактометрическим методом результаты получаются значительно быстрее, но метод отличается низкой чувствительностью. Что касается анализа экстракта интерферометрическим методом и методом Кьельдаля, то они являются наиболее приемлемыми, благодаря высокой точности результата, но достаточно сложны и многостадийны.

Массовый метод. В колбу емкостью 2 л внести 10–15 г измельченного полимера, высушенного до постоянной массы, добавить 600–900 мл дистиллированной воды. Колбу соединить с обратным холодильником и проэкстрагировать НМС на кипящей водяной бане в течение не менее 2–4 ч.

Для равномерности кипения в колбу опустить несколько стеклянных капилляров.

По окончании экстрагирования содержимое колбы отфильтровать через стеклянный пористый фильтр. Колбу и холодильник промыть дистиллированной водой, которую также отфильтровать. Полиамид промыть на фильтре 2–3 раза горячей дистиллированной водой, высушить в сушильном шкафу при 105 °С до постоянной массы и взвесить.

Общее количество НМС A , %, вычислить по формуле

$$A = \frac{(a-b) \cdot 100}{a},$$

где a – масса абсолютно-сухого полимера до экстрагирования, г;
 b – масса абсолютно-сухого полимера после экстрагирования, г.

3.3.4 Определение температурной усадки капроновых нитей

Капроновую нить длиной 120–130 см закрепить одним концом на вертикальной стойке с миллиметровой шкалой. Нить расправить и к свободному концу подвесить груз предварительного натяжения, масса которого составляет 100 г.

Отметить по миллиметровой шкале участок нити длиной $l_0 = 100$. Снять с нити груз предварительного натяжения, поместить в свободном состоянии в сушильный шкаф с терморегулятором. Термообработку нити проводить при температуре $(150 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 60 мин, затем охладить в течение 30 мин.

После охлаждения нить вновь закрепить на стойке, к свободному концу нити прикрепить груз предварительного натяжения и по миллиметровой шкале измерить расстояние между метками l .

Величину усадки Y , % вычислить по формуле

$$Y = \frac{(l_0 - l) \cdot 100}{l_0},$$

где l_0 – расстояние между метками до термообработки, см;
 l – расстояние между метками после термообработки, см.

3.3.5 Определение механических примесей в соли АГ

Через воронку Бюхнера отфильтровать 500 мл 50%-го водного раствора соли АГ, используя бумажный фильтр с черной полосой (быстрого фильтрования), предварительно высушенный в течение 2 ч и взвешенный на аналитических весах.

Фильтр с осадком промыть дистиллированной водой 4–5 раз порциями по 50 мл. Затем фильтр поместить в бюкс и сушить до постоянной массы при 105°C .

Содержание механических примесей A , % вычислить по формуле

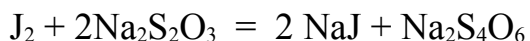
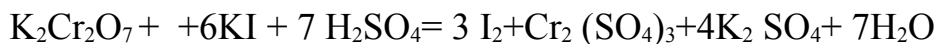
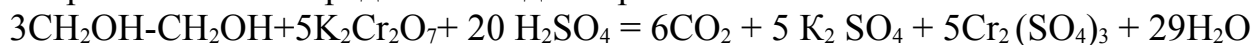
$$A = \frac{(a-b) \cdot 100}{g},$$

где a – масса абсолютно сухого фильтра с осадком, г;
 b – масса абсолютно сухого фильтра без осадка, г;
 g – содержание соли АГ в 500 мл 50 %-го раствора, г.

4 ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТНЫХ ВОЛОКОН

4.1 Определение основного вещества в этиленгликоле

Метод состоит в том, что этиленгликоль в кислом растворе окисляется бихроматом калия с образованием воды и двуокиси углерода; избыток бихромата калия определяют иодометрически:



Содержание гликоля в анализируемом растворе определяют по количеству вступившего в реакцию бихромата калия.

Приготовление раствора бихромата калия. Навеску 76 г бихромата калия и 150 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ растворить в воде и объем раствора довести до 1 л. Колбу с раствором покрыть опрокинутым стаканом и погрузить в кипящую водяную баню на 2 ч. Раствор охладить, отобрать пипеткой 25 мл раствора, перенести в мерную колбу емкостью 250 мл, довести объем дистиллированной водой до метки и содержимое тщательно перемешать.

Ход определения. В мерную колбу емкостью 250 мл поместить 0,2 г гликоля с точностью взвешивания 0,002 г и разбавить его водой до метки. Раствор перемешать, отобрать пипеткой 25 мл, перенести в коническую колбу емкостью 250 мл и прилить 5 мл приготовленного раствора бихромата калия. Для определения избытка бихромата калия туда же налить 10 мл 10%-го раствора иодистого калия и 10 мл 30%-й серной кислоты. Колбу закрыть пробкой и поставить в темное место. Через 5 мин объем в колбе довести дистиллированной водой до 200 мл и раствор оттитровать 0,1 н раствором тиосульфата натрия. Перед окончанием титрования в колбу добавить 1 мл раствора крахмала. Параллельно поставить «холостой» опыт.

Расчет. Содержание этиленгликоля А, %, вычислить по формуле

$$A = \frac{(a-b) \cdot K \cdot 0,0062046 \cdot 10 \cdot 100}{g},$$

где a – объем 0,1 н водного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, израсходованного на титрование «холостой» пробы, мл;

b – объем 0,1 н водного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, израсходованного на титрование рабочей пробы, мл;

K – поправочный коэффициент к титру раствора тиосульфата натрия;

g – навеска этиленгликоля, г;

0,0062046 – количество этиленгликоля, г, соответствующее 1 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия, г.

4.2 Определение влаги полиэтилентерефталата

В предварительно высушенный до постоянной массы бюкс поместить 8–10 г крошки полиэтилентерефталата и сушить в сушильном шкафу при $(110 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ до постоянной массы. Влажность полимера вычислить по формуле

$$A = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1 - m} \cdot 100 ,$$

где A – влажность полиэтилентерефталата, % ;

m_1 – масса полиэтилентерефталата и бюкса до сушки, г ;

m_2 – масса полиэтилентерефталата и бюкса после сушки, г ;

m – масса абсолютно сухого бюкса, г.

5 ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНЫХ ВОЛОКОН

5.1 Определение свободного диметиламина в диметилформамиде

Метод заключается в титровании диметиламина соляной кислотой.

В колбу налить 100 мл дистиллированной воды , пипеткой внести 25 мл анализируемого диметилформамида или его раствора, добавить 5 капель индикатора – 0,1%-го раствора метилового красного и титровать 0,1 N раствором соляной кислоты. Конец титрования установить путем сопоставления окраски раствора с окраской «холостой» пробы.

Содержание диметиламина A , %, вычислить по формуле

$$A = \frac{a \cdot K \cdot 0,0045}{25 \cdot d} ,$$

Где a - объем соляной кислоты, израсходованной на титрование, мл;

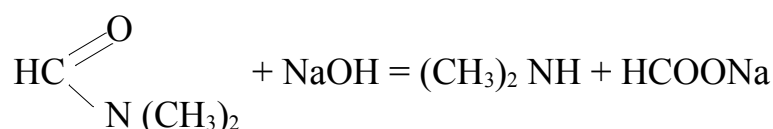
K – поправочный коэффициент 0,1 N раствора соляной кислоты;

d – плотность диметилформамида – 0,948 г/см³;

0,0045 – количество диметиламина, соответствующее 1 мл 0,1 N соляной кислоты.

5.2 Определение концентрации диметилформамида в осадительной ванне

Метод основан на омылении диметилформамида раствором едкого натрия:



Образующийся диметилтамин оттитровывается кислотой.

В бюксе взвесить около 5 г осадительной ванны и перенести в колбу Кьельдаля, добавить 250 мл дистиллированной воды, 2–3 капли фенолфталеина и затем 10 мл 40%-го едкого натрия. В приемную колбу налить 100 мл 2%-й борной кислоты и смешанный индикатор. Нагревать содержимое колбы. Когда в приемной колбе раствор позеленеет, то заметить время и продолжать нагревать 40 мин, затем 5 мин нагревать с поднятым холодильником.

Образующийся диметиламин поглощается 2%-й борной кислотой, а затем оттитровывается 0,1 N раствором соляной кислоты.

Содержание диметилформаида (%) рассчитать по формуле

$$A = \frac{V \cdot K \cdot 0,0073 \cdot 100}{m},$$

где V – объем 0,1 N соляной кислоты, израсходованный на титрование;

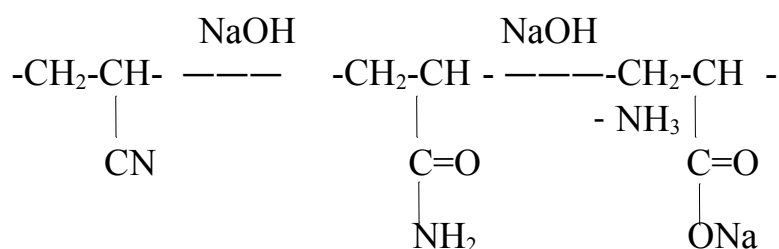
K – поправочный коэффициент 0,1 N соляной кислоты,

m – навеска диметилформаида, г;

0,0073 – количество ДМФА (в г), соответствующее 1 мл 0,1 N соляной кислоты.

5.3 Получение ионообменного ПАН волокна

Возможность получения ионообменного волокна на основе полиакрилонитрила обусловлена наличием в полимере активных групп, способных в щелочной среде омыляться в карбоксильные группы, которые и придают волокну катионообменные свойства:



Омыление можно проводить как на свежесформованном, так и на термообработанном волокне. При обработке свежесформованного волокна химические преобразования протекают быстрее, равномернее, без катализатора.

ПАН-волокно массой 1–2 г обработать 50 мл раствора NaOH с концентрацией 1 моль/л в круглодонной колбе с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 6 мин. Затем волокно вынуть, промыть дистиллированной водой и перевести в Н-форму обработкой раствором 0,1 N H₂ SO₄ в течение 30 мин с последующей тщательной отмывкой дистиллированной водой до нейтральной реакции. Отжатое волокно высушить при температуре 80 °С в течение 4 ч.

5.4 Определение статической обменной ёмкости (COE) ионообменных ПАН волокон

Статическая обменная ёмкость (COE) – это число фиксированных ионогенных групп в миллимолях на грамм сухого ионита в Н⁺ -форме для катионитов или ОН⁻ -форме для анионитов, определенное в статических условиях.

Для определения COE по NaOH навеску воздушно-сухого волокна 0,1 г залить 50 мл раствора NaOH с молярной концентрацией 0,1 моль/л. Через 60 мин 10 мл раствора перенести пипеткой в коническую колбу на 250 мл и оттитровать раствором HCl с молярной концентрацией 0,1 моль/л по метилоранжу.

$$COE_{NaOH} = \frac{5 \cdot (V_{ш} \cdot f_{ш} - V_{к} \cdot f_{к}) \cdot 0,1}{m},$$

где $V_{ш}$ – объем аликвотной части NaOH взятой на титрование, мл ;

$f_{ш}$ – фактор раствора NaOH с концентрацией 0,1 моль/л

$V_{к}$ – объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/л, пошедшего на титрование, мл;

$f_{к}$ – фактор раствора HCl с концентрацией 0,1 моль/л;

m – масса волокна, г.

5.5 Определение усадки ионообменных волокон

Усадку волокна оценивают после его обработки в кипящей воде.

Жгут ионообменного волокна фиксированной длины обработать кипящей водой в течение 0,5 ч, высушить на воздухе и измерить длину.

Провести 5 измерений и вычислить среднюю усадку волокна.

Величину усадки, %, вычислить по формуле

$$y = \frac{(L_1 - L_2)}{L_1},$$

где L_1 – исходная длина жгута, см;
 L_2 – длина жгута после обработки кипящей водой, см.

6 ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИВИНИЛХЛОРИДНЫХ ВОЛОКОН

6.1 Определение концентрации формовочного раствора ПВХ

В чистый сухой бюкс поместить 8–10 мл раствора ПВХ и взвесить с точностью до 0,0002 г. Затем стеклянной палочкой нанести тонким слоем небольшое количество раствора на чистое стекло. Количество нанесенного раствора определить по разности массы бюкса до и после отбора раствора. Сделать два параллельных опыта.

Стекло с нанесенными мазками (палочки остаются на мазках) выдержать на воздухе 10–15 мин, затем погрузить в дистиллированную воду. Когда пленки полимера отделятся от стекла и палочки, высушить их в течение 3–4 ч при 80 °С.

Концентрацию прядильного раствора C , (%), вычислить по формуле

$$C = \frac{g \cdot 100}{a - b},$$

где g – масса сухой пленки, г;
 a – первоначальная масса бюкса с раствором, г;
 b – масса бюкса с раствором после взятия мазка, г.

6.2 Определение термостабильности поливинилхлорида

Полимер массой 1 г поместить в пробирку и уплотнить так, чтобы высота слоя полимера была 1,5 см, на расстоянии 3 см от уровня полимера поместить нижний край индикаторной бумаги конго, смоченной дистиллированной водой. Пробирку закрыть пробкой и поставить в жидкостной термостат при температуре $(160 \pm 0,5)$ °С.

Термостабильность полимера измеряется временем от начала нагревания до изменения красной окраски индикаторной бумаги в синюю. Произвести 10 замеров и вычислить среднюю величину термостабильности.

6.3 Определение усадки поливинилхлоридного волокна

Жгут длиной 1000 мм завернуть в кусок ткани и поместить в кипящую воду. Через 30 мин образец вынуть, охладить, высушить на воздух и измерить его длину.

Усадку A , %, вычислить по формуле

$$A = \frac{1000 \cdot L}{1000},$$

где L - длина после усадки, мм.

Провести 10 измерений и вычислить среднюю усадку волокна.

7 ПРОИЗВОДСТВО ПОЛИВИНИЛСПИРТОВЫХ ВОЛОКОН

7.1 Определение концентрации поливинилового спирта

Метод выпаривания и высушивания

Метод основан на определении сухого остатка после выпаривания растворителя из раствора.

В предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный бюкс поместить точную порцию 10–12 г раствора поливинилового спирта. Растворитель (воду) удалить выпариванием, а остаток высушить в сушильном шкафу при 10–105 °С в течение 2 ч и взвесить. Последующее высушивание до постоянной массы продолжить в течение 30 мин.

Концентрацию раствора A , %. Вычислить по формуле

$$A = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 100,$$

где m_1 – масса пустого бюкса, г;

m_2 – масса бюкса с остатком после выпаривания, г;

m – масса исходного раствора ПВС, г.

7.2 Определение вязкости раствора ПВС

Вязкость 15%-х растворов поливинилового спирта следует определить по падению шарика.

Используются : вискозиметрическая трубка (длина 300 мм. Внутренний диаметр 20 мм, с двумя метками на высоте 50 и 250 мм); стальные шарики (масса 0,13 г, диаметр 3,17 мм); секундомер.

Вискозиметр наполнить анализируемым раствором. Если для испытаний взят не свежеприготовленный раствор, то его предварительно

нагреть на водяной бане при 95 °С в течение 2–2,5 ч до полного обезвоздушивания.

Температуру раствора в вискозиметре снизить до 50 °С и выдержать при этой температуре в течение получаса. Перед определением вязкости с поверхности раствора снять пленку.

Продолжительность падения шарика между метками определить по секундомеру 3–4 раза и вычислить среднее арифметическое значение. Вязкость выразить в секундах.

Если вязкость необходимо выразить в пуазах, пересчет провести по формуле Стокса с поправкой на влияние стенок вискозиметра. Для 15 %-го раствора поливинилового спирта плотностью 1,025 г/см³ при 50 °С пользуются следующей зависимостью:

$$\eta = 1,24 \cdot t$$

где η – вязкость, пуаз;

t – продолжительность падения шарика, с.

7.3 Определение усадки поливинилспиртового волокна

Жгут свежесформованного поливинилспиртового волокна длиной 15–20 см термообработать при температуре 220 °С в течение 5 мин без натяжения и под натяжением.

Усадку волокна оценить после обработки кипящей водой.

Жгут волокна фиксированной длины обработать кипящей водой в течение 0,5 ч, высушить на воздухе и замерить длину жгута после обработки.

Провести 5 измерений и вычислить среднюю усадку волокна.

Величину усадки $Y, \%$, вычислить по формуле

$$Y = \frac{(L_1 - L_2)}{L_1} \cdot 100$$

где L_1 – исходная длина жгута, см;

L_2 – длина жгута после обработки кипящей водой, см.

8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ НАБУХАНИЯ ВОЛОКОН ПОД МИКРОСКОПОМ

Для изучения изменения структуры волокон под действием каких-либо факторов часто определяют степень их набухания в различных реагентах. Для этого исследуемое волокно осторожно нарезают острой бритвой на короткие отрезки длиной около 1 мм и затем препаровальной иглой каждый отрезок в отдельности переносят на предметное стекло, после чего его накрывают

покровным стеклом. Устанавливают препарат на столик микроскопа и измеряют окуляромикрометром поперечник отрезков и их длину. Длину волокна измеряют при небольшом (примерно 80) увеличении микроскопа, а поперечник – при сравнительно большом (примерно 400) увеличении. Определив размеры поперечника и длины отрезка исследуемого волокна в сухом состоянии, переходят к наблюдению под микроскопом процесса набухания волокна. Для этого под покровное стекло стеклянной палочкой постепенно вводят смачивающий агент.

9 РАСПОЗНАВАНИЕ ВОЛОКОН

9.1 Распознавание типов волокон по поведению при нагревании и по растворимости

Небольшое количество исследуемого волокна внести в сухую пробирку. В верхнюю часть пробирки поместить полоску индикаторной (лакмусовой) бумажки, кончик которой предварительно смочить дистиллированной водой. Пробирку с волокном нагреть на огне. Наблюдать поведение волокна при нагревании (плавится, не плавится, обугливается, разлагается и т. д.). Нагрев волокна продолжать до начала его разложения. Продукты разложения полимера изменяют окраску индикаторной бумажки. Наблюдать поведение индикаторной бумажки (покраснела, посинела, не изменила цвета), по которому определить реакцию продуктов разложения полимера (кислая или щелочная).

Новую пробу волокна испытать на растворимость, определяемую по данным, представленным в таблице 1.

В том случае, если определяемые волокна – целлюлозные (вискозное, медноаммиачное или хлопок), их идентификацию проводить окрашиванием.

9.2 Распознавание целлюлозных волокон методом окрашивания

9.2.1 Медноаммиачное и вискозное волокна

Образцы волокна в пробирке обработать смесью равных объемов красителей роданида С и прямого чисто-голубого с концентрацией 1 г/л. Окрашку проводить при 20–25 °С в течение 5 мин. Затем волокна тщательно промыть. Медноаммиачное волокно окрашивается в голубой или фиолетовый цвет, вискозное – в красноватый.

9.2.2 Хлопок и мерсеризованный хлопок

Образцы хлопка и мерсеризованного хлопка окрашивать красителями бензопурпурином или конго красным с концентрацией 1 г/л в течение 10–15

мин при температуре 50 °С. Затем образцы промыть водой. После промывки окрашенные образцы обработать раствором серной кислоты с концентрацией 10 % в течение 5–7 мин. Хлопок окрашивается в синий цвет. Обработка серной кислотой изменяет цвет красителя и резко подчеркивает более интенсивную окраску мерсеризованного хлопка, которая на воздухе переходит в красновато-фиолетовую.

Распознавание различных типов волокон проводить с помощью данных, приведенных в таблице 1.

Таблица 1. Распознавание различных типов волокон

Волокно	Растворитель	Сухая перегонка волокна		
		Поведение при нагревании	Реакция продуктов сухой перегонки	Специфические признаки
Хлопок	Реактив Швейцера	Не плавится, обугливается	Кислая по лакмусу	-
Вискозное	То же	То же	То же	-
Медноаммиачное	- « -	- « -	- « -	-
Ацетатное	Ацетон	Плавится с разложением	- « -	-
Триацетатное	Хлороформ	То же	- « -	-
Лавсан	Фенол, при нагревании	Плавится без разложения $T_{пл} = 258\text{ }^{\circ}\text{C}$	- « -	Желтое кольцо сублимата терефталевой кислоты
Винол (ПВС)	Вода при нагревании	Не плавится, разлагается	- « -	-
Хлорин (ПВХ)	Ацетон	Не плавится, разлагается	Сильно кислая по конго-красному	-
Фторлон	- « -	То же	То же	Белый налет на стенках пробирки
Шерсть	5 %-й р-р NaOH при кипячении	Не плавится, разлагается	Щелочная по лакмусу	-
Натуральный шелк	Реактив Швейцера	То же	То же	-
Капрон	4,47 н р-р HCl	Плавится без разложения, $T_{пл} = 225\text{ }^{\circ}\text{C}$	- « -	-
Анид	5,1 н р-р HCl	Плавится без разложения, $T_{пл} 261\text{ }^{\circ}\text{C}$	- « -	-
Нитрон (ПАН)	Диметил-формамид при	Плавится с разложением	- « -	-

10 КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ДВУХКОМПОНЕНТНЫХ СМЕСЕВЫХ ТКАНЕЙ

10.1 Предварительные испытания

Образцы анализируемой двухкомпонентной ткани размером 1×1см поместить в стаканчики, содержащие по 20 мл 5%-го раствора гидроксида натрия, 5,1 Н раствора соляной кислоты или 72%-го раствора серной кислоты. Наблюдать за изменениями, происходящими с тканями (набухание, изменение размеров ткани) и растворами (помутнение, изменение цвета раствора).

Раствор, в котором наблюдается наиболее заметное изменение, использовать для разделения ткани на компоненты.

10.2 Разделение ткани на компоненты

Образец ткани массой около 1 г, высушенный до постоянной массы и взвешенный с точностью до 0,001 г обработать реагентами, как указано далее.

10.2.1 Обработка ткани 5%-м раствором NaOH (растворение шерсти, натурального шелка)

Если предварительные испытания показали, что наибольшее воздействие на ткань оказывала щелочь, ткань обработать 5%-м раствором NaOH при температуре 100 °С в течение 30 мин, модуле ванны 50 при периодическом встряхивании.

Необходимо сохранять первоначальный объем ванны путем добавления воды до первоначального объема. Оставшийся после растворения первого компонента (шерсти или натурального шелка) второй компонент ткани собрать на воронке Бюхнера и промыть горячей дистиллированной водой до удаления следов щелочи, т. е. до прекращения окрашивания промывных вод в малиновый цвет при добавлении фенолфталеина. Ткань с фильтра перенести в бюкс, высушить до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 100±5 °С, затем охладить в эксикаторе в течение 20 мин и взвесить с точностью до 0,001 г.

10.2.2 Обработка ткани 5,1 Н раствором соляной кислоты (растворение полиамида)

Если предварительные испытания показали, что ткань изменяется в соляной кислоте, ткань следует обработать 5,1 н раствором HCl в течение 30 мин при температуре (20±5) °С и модуле ванны 50 при периодическом встряхивании или перемешивании.

Оставшийся после растворения первого компонента (полиамида) второй компонент ткани количественно перенести на стеклянный фильтр Шотта, промыть соляной кислотой, затем дистиллированной водой до удаления следов кислоты, т. е. до появления желтого цвета при добавлении метилового оранжевого к промывной воде. Ткань с фильтра перенести в бюкс, высушить до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 100–105 °С, затем охладить в эксикаторе в течение 20 мин и взвесить на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

10.2.3 Обработка ткани 72%-м раствором серной кислоты (растворение целлюлозных волокон – хлопка, льна, вязкого волокна)

Если предварительные испытания показали, что ткань изменяется в серной кислоте, ткань обработать 72%-м раствором H_2SO_4 в течение 60 мин. при температуре (50 ± 5) °С и модуле ванны 50 при периодическом встряхивании или перемешивании.

Необходимо сохранять первоначальный объем ванны путем добавления воды до первоначального объема.

Оставшийся после растворения первого компонента (целлюлозы) второй компонент ткани количественно перенести на стеклянный фильтр Шотта, промыть серной кислотой, затем дистиллированной водой до отсутствия аниона SO_4^{4-} , т. е. до отсутствия белой мути при добавлении $BaCl_2$ к промывной воде. Ткань с фильтра перенести в бюкс, высушить до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 100–105 °С, затем охладить в эксикаторе в течение 20 мин и взвесить на аналитических весах с точностью до 0,001 г.

10.3 Химический анализ второго компонента ткани

Химический состав второго компонента ткани определить по методике, представленной в разделе 9 для индивидуальных волокон, т. е. сделать сухую перегонку остатка ткани, установить реакцию продуктов разложения и проверить растворимость.

10.4 Расчет количественного состава компонентов ткани

Количество второго компонента ткани (а) в процентах рассчитать по формуле

$$a = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100,$$

где m_1 — масса взятой для анализа исходной ткани, г;

m_2 — масса второго компонента ткани (остаток после растворения), г.

Количество первого растворившегося компонента ткани (в) в процентах рассчитывается по формуле

$$b=100-a$$

В рабочем журнале представить количественный и качественный состав испытуемой ткани, обосновав его результатами проведенного анализа, а также визуальными наблюдениями и органолептическими ощущениями, и свойства волокон, из которых состоит ткань (таблица 3).

Возможные варианты двухкомпонентных смесей волокон в тканях представлены в таблице 2.

Таблица 2. Возможные варианты двухкомпонентных смесей волокон в тканях

Компоненты ткани	Растворяемый компонент и условия растворения	Остающийся компонент и методы определения
1. Шерсть + полиамид	Шерсть – 5 % NaOH, $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	Полиамид – плавится без разложения, дает щелочную реакцию по лакмусу, растворитель 4,47 н р-р HCl –капрон, 5,1 н р-р HCl – анид
2. Шерсть + полиэфир	Шерсть – 5 % NaOH, $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	Полиэфир – плавится без разложения, дает кислую реакцию по лакмусу, образует желтое кольцо сублимации
3. Натуральный шелк + лен	Натуральный шелк – 5 % NaOH, $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	Целлюлозное волокно – не плавится, обугливается, дает кислую реакцию по лакмусу, растворитель – реактив Швейцера
4. Хлопок + полиэфир	Хлопок – 72%-й р-р H_2SO_4 , $T = (50 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 60 мин	Полиэфир – плавится без разложения, дает кислую реакцию по лакмусу, образует желтое кольцо сублимации
5. Полиамид + хлопок (лен)	Полиамид –5,1 н р-р HCl, $T = (20 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	Хлопок (лен) – не плавится, обугливается, дает кислую реакцию по лакмусу, растворитель – реактив Швейцера
6. Полиамид+эластан	Полиамид –5,1 н р-р HCl, $T = (20 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	Эластан – высокая растяжимость (резиноподобные свойства), растворитель – ДМФА
7. Полиамид +ПАН	Полиамид –5,1 н р-р HCl, $T = (20 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	ПАН – плавится с разложением, дает щелочную реакцию по лакмусу, растворитель – диметилформалид при нагревании
8. ПАН + полиэфир	ПАН – диметилформалид при нагревании	Полиэфир – плавится без разложения
9. Полиамид + полиэфир	Полиамид –5,1 н р-р HCl, $T = (20 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$, время – 30 мин	То же

Т а б л и ц а 3. Свойства волокон

Волокно	Формула полимера	Классификация	Способ формирования	Плотность, г/см ³	Прочность, сН/текс	Удлинение, %	Равновесная влажность, %	Потеря прочности в мокром состоянии, %	Начальный модуль упругости, ГПа	Тпл, °С (полимеров)	Уникальные свойства
Шерсть	Белок кератин	Натуральное	-	1,32	11–14	25–35	13–15	25–30	2,5–3,0	-	Высокие гигиенические свойства
Шелк	Белок фиброин	То же	-	1,35	25–30	30	14	30	8,7	160–170	То же
Хлопок	$[C_6H_7O_2(OH)_3]_n$ целлюлоза	- « -	-	1,53	27–36	7–8	6–8		4,8–7,5	450–500*	
Вискозное	$[C_6H_7O_2(OH)_3]_n$ гидратцеллюлоза	Искусственное	Из раствора, мокрый	1,53	Хл. 25–30 Шер. 16–18	17–25	12–14	40–50	7,4		
Ацетатное (три)	$[C_6H_7O_2(OCOSCH_3)_3]_n$ триацетатцеллюлозы	То же	Из раствора, сухой	1,28	10–14	12–22	3,2–3,5	25–35	3,0–4,5		
Ацетатное (ди)	$[C_6H_7O_2(OCOSCH_3)_2OH]_n$ вторичный ацетат	- « -	То же	1,32	10–12	23–30	5,7–6,5	30–40	2,5–3,5		
Капрон	$[-HN-(CH_2)_5-CO-]_n$ поликапроамид	Синтет. ГЦ, ПА	Из расплава	1,13	35–40	25–35	4,0–5,0	5–10	2,0–5,0	225	Устойчивость к истиранию
Анид (ПГМАА)	$[-NH(CH_2)_6NHCO(CH_2)_4CO-]_n$	То же	То же	1,14	35–40	25–35	4,0–5,0	5–10	2,0–5,0	261	То же

	полигексаметиленадипамид										
--	--------------------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Окончание табл. 3

Волокно	Формула полимера	Классификация	Способ формования	Плотность, г/см ³	Прочность, сН/текс	Удлинение, %	Равновесная влажность, %	Потеря прочности в мокром состоянии, %	Начальный модуль упругости, ГПа	Тпл, °С (полимеров)	Уникальные свойства
Лавсан	$[-O-(CH_2)_2-OOC-C_6H_4-CO-]_n$ Полиэтилентерефталат	Синтет. ГЦ, ПЭ	Из расплава	1,32	35–45	15–30	0,4–0,5	0	2,0–16	258–260	Устойчивость к сминанию
Нитрон (ПАН)	$-[CH_2-CH(CN)]_n$ Полиакрилонитрил	Синтет. КЦ, ПАН	Из раствора, сухой и мокрый	1,17	25–35	17–30	1,5–3,0	10–15	2,0–7,0	320–330*	Светостойкость
Хлорин (ПВХ)	$-[CH_2-CH(Cl)]_n$ Поливинилхлорид	Синтет. КЦ, ПВХ	То же	1,47	22–27	25–36	0,1	0	3,5–4,0	170–220*	Хемостойкость
Винол (ПВС)	$-[CH_2-CH(OH)]_n$ Поливиниловый спирт	Синтет. КЦ, ПВС	- « -	1,26	30–35	17–25	3,5–6,0	10–25	3,0–25	225–230*	Растворимость в воде
Полипропиленовое	$-[CH_2-CH(CH_3)]_n$ Полипропилен	Синтет. КЦ, ПП	Из расплава	0,9	50–8	45–52	0	0	2,5	175–180	Гидрофобность
Полиуретановое (эластан)	$[-CO-NH-(CH_2)_6-NH-CO-O-(CH_2)_n-O-]_n$	Синтет. ГЦ	Из раствора, сухой	1,0–1,2	4,0–8,0	500–700	1,0–1,3	2,0	-	230	Высокая эластичность

Примечание.

- *– плавление с разложением
- ГЦ – гетероцепной полимер
- КЦ – карбоцепной полимер
- ПГМАА – полигексаметиленадипамид

КОНТРОЛЬНЫЕ ЗАДАНИЯ

Для студентов очно-заочного, заочного отделения

Каждый студент выполняет вариант контрольных заданий, обозначенный двумя последними цифрами номера студенческого билета (шифра), им соответствует вариант контрольного задания.

Варианты контрольных заданий Контрольная работа №1

Номер варианта	Номер вопроса к заданию
01	1. 16
02	2, 17
03	3, 18
04	4, 19
05	5, 20
06	6, 21
07	7, 22
08	8, 23
09	9, 24
10	10, 25
11	11, 26
12	12, 27
13	13, 28
14	14, 29
15	15, 30

Вопросы для выполнения задания

Контрольная работа №1

1. Искусственные волокна на основе целлюлозы. Свойства волокон на основе целлюлозы
2. Какие волокна относятся к гидратцеллюлозным? Особенности свойств волокон на основе целлюлозы.
3. Типы целлюлоз, используемых в производстве вискозных волокон.
4. Подготовка целлюлозы к мерсеризации. Получение щелочной целлюлозы.
5. Ксантогенирование щелочной целлюлозы. Основные условия проведения и технологические параметры процесса ксантогенирования.
6. Растворение ксантогената целлюлозы и приготовление вискозы.
7. Общие особенности формования вискозных волокон.
8. Влияние ассортимента вискозных волокон на состав осадительной ванны.
9. Пути модернизации вискозного производства.
10. Принципы получения и свойства гидратцеллюлозных волокон, получаемых из растворов в метилморфолинноксиде.
11. Производство ацетатных волокон.
12. Диацетатные- и триацетатные волокна. Свойства, применение.
13. Процессы получения ацетатов целлюлозы.
14. Особенности получения вискозных штапельных волокон .
15. Получение поливинилспиртовых (ПВС) волокон.
16. Свойства и применение поливинилспиртовых (ПВС) волокон.
17. Полилактидные волокна, получение , свойства, применение
18. Карбаматные волокна. Перспективы производства свойства, применение.
19. Асбестовые волокна. Получение, свойства, применение.
20. Получение, свойства и применение борных волокон.
21. Получение, свойства и применение карбидокремниевых волокон.
22. Получение, свойства и применение базальтовых волокон?
23. Основные стадии технологического процесса получения стеклянных непрерывных волокон.
24. Получение, свойства и применение стеклянных волокон.
25. Основные стадии технологического процесса получения углеродных волокон
26. Получение, свойства и применение углеродных волокон.
27. Белковые волокна. Сырье для их получения. Способы формования. Перспективы производства.
28. Общие понятия о биополимерах. Основные биополимеры, их свойства.
29. Принципы получения и свойства гидратцеллюлозных волокон, получаемых из растворов в метилморфолинноксиде (волокно лиоцелл).
30. Получение гидратцеллюлозного волокна медноаммиачным способом.

Контрольная работа №2

1. Современное состояние и перспективы производства синтетических волокон.
2. Химия и технология производства поликапроамидных волокон.
3. Синтез поликапроамида. Технологическая схема и основные параметры.
4. Получение поликапроамида в аппарате непрерывной полимеризации (АНП).
4. Особенности формования полиамидных волокон.
6. Удаление (эвакуация) низкомолекулярных соединений (НМС) из поликапроамида.
7. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полиамидных волокон.
8. Способы демономеризации полиамида. Непрерывный и прерывный способы получения поликапроамидного волокна.
9. Свойства и применение полиамидных волокон.
10. Химия и технология производства полиэфирных волокон.
11. Синтез полиэтилентерефталата. Технологическая схема и основные параметры синтеза полиэтилентерефталата.
12. Производство полиэтилентерефталата (ПЭТФ) через терефталевую кислоту
13. Производство полиэтилентерефталата (ПЭТФ) через диметилтерефталат (ДМТ).
14. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полиэфирных волокон.
15. Свойства и применение полиэфирных волокон.
16. Сравнительные свойства полиамидных и полиэфирных волокон.
17. Химия и технология производства полиакрилонитрильных волокон.
18. Синтез полиакрилонитрила. Технологическая схема и основные параметры синтеза полиакрилонитрила.
19. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полиакрилонитрильных волокон.
20. Свойства и применение полиакрилонитрильных волокон.

Контрольная работа №3

1. Химия и технология производства полиолефиновых волокон.
2. Синтез полиэтилена. Технологическая схема и основные параметры синтеза полиэтилена.
3. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полиэтиленовых волокон и пленок.
4. Свойства и применение полиэтиленовых волокон и пленок.
5. Синтез полипропилена. Технологическая схема и основные параметры синтеза полипропилена.
6. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полипропиленовых волокон и пленок.
7. Свойства и применение полипропиленовых волокон и пленок.

8. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полиэтиленовой пленки методом раздува рукава.
9. Технологическая схема и основные параметры процесса формования полипропиленовой пленки.
10. Химия и технология производства хлорсодержащих полимеров.
11. Синтез хлорсодержащих полимеров. Технологическая схема и основные параметры синтеза хлорсодержащих полимеров.
12. Технологическая схема и основные параметры процесса формования хлорсодержащих волокон
13. Свойства и применение хлорсодержащих волокон.
14. Способы формования синтетических волокон и нитей, их технико-экономическая характеристика.
15. Классификация синтетических волокон, характеристика их способов формования.
16. Сравнительная оценка свойств искусственных и синтетических волокон.
17. Синтез поливинилового спирта. Технологическая схема и основные параметры синтеза поливинилового спирта.
18. Технологическая схема и основные параметры процесса формования поливинилспиртовых волокон.
19. Свойства и применение поливинилспиртовых волокон.
20. Волокна с особыми свойствами. Способы модификации химических волокон.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Процессы и оборудование производства волокнистых и пленочных материалов/ Жмыхов И.Н. и др. . [Электронный ресурс]: монография/— Минск: Вышэйшая школа, 2013.—591с.:— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru>— ЭБС «IPRbooks» ISBN: 978-985-06-2310-2, гриф: МО Республики Беларусь
2. Химические волокна: основы получения, методы исследования и модифицирование / под ред. Дружининой Т.В. — М.: МГТУ им. А.Н.Косыгина, группа компаний «Совъяж Бево», 2006. — 472 с.
3. Савельянов В.П. Общая химическая технология полимеров. — М.: ИКЦ «Академкнига» , 2007. — 333 с.
4. Роговин З.А. Химия целлюлозы. - М.: Химия, 1972. - 526 с.
5. Роговин З.А. Основы химии и технологии химических волокон: в 2 ч. — М.: Химия.1974, - 518 с., 291 с.
6. Практикум по физике и химии полимеров / Под ред. В.Ф.Куренкова. — М.: Химия, 1990. — 415 с.

7. ГОСТ 4659 – 79. Методы химических испытаний ткани и пряжи чистошерстяной. Введ. 1979 – 09 – 03. Изд. стандарт, 1979. – 15 с.
8. ГОСТ Р 50721 – 94 Полотна и изделия трикотажные. Методы определения вида и массовой доли сырья. Введ. 1994 – 03 – 04. Изд. стандарт, 1994. – 15 с.
9. Основы технологии химических волокон / Т.В. Дружинина, З.А. Зазулина, А.А. Конкин. – М.: Химия. 1985. – 303 с.
10. Геллер Б.Э. Практическое руководство по физико-химии волокнообразующих полимеров /Б.Э. Геллер, А.А. Геллер, В.Г. Чиртулов – М.: Химия, 1996. – 432 с.
11. Аналитический контроль производства синтетических волокон: справ. пособие [текст] / Под. ред. А.С. Чеголи, Н.М.Кваши. – М.: Химия, 1982, -254 с.
12. ГОСТ Р ИСО 1833 – 99 Материалы текстильные. Методы полного химического анализа двухкомпонентных смесей волокон. Введ. 1999 – 05 – 03. Изд. стандарт, 1999. – 16 с.
13. ГОСТ Р ИСО 5088 – 99. Материалы текстильные. Методы полного химического анализа трехкомпонентных смесей волокон. Введ. 1999 – 03 – 07. Изд. стандарт, 1999. – 17 с.
14. Пакшвер А.Б. Контроль производства химических волокон / Пакшвер А.Б., Конкин А.А. –М.: Химия, 1967. – 607 с.