

РАСТВОРЫ ПОЛИМЕРОВ, ЗАДАЧА 4

Оценка полидисперсности полимера методом вискозиметрии

Цель работы: Определение характеристических вязкостей одного и того же полимера в хорошем и плохом растворителях, вычисление молекулярных масс полимера и оценка его полидисперсности.

Работа выполняется с помощью капиллярного вискозиметра Уббелоде.

Порядок работы с вискозиметром

1. Подготовка вискозиметра к работе.

Установив на контактном термометре нужную температуру, включают термостат в сеть на ~220В. Вискозиметр промывают растворителем, с которым предстоит работать. Для этого в вискозиметр через трубку 1 вводят 8 мл растворителя. Закрыв кран на трубке 3, с помощью груши, надетой на трубку 2, заполняют капилляр и измерительный шарик А растворителем. Отсоединив грушу от прибора, дают растворителю стечь в основной резервуар вискозиметра. Повторяют эту процедуру 2 – 3 раза и выливают растворитель через трубку 1 в склянку для слива.

2. Измерение времени истечения растворителя.

Мерным цилиндром вводят в вискозиметр 8 мл растворителя. После 5-минутного термостатирования приступают к измерению времени истечения. С помощью груши заполняют трубку 2 растворителем так, чтобы уровень его был на 2 – 3 см выше верхней метки над измерительным шариком. Отсоединяют грушу от прибора и открывают кран трубки 3. Растворитель из трубки 3 и шарика А начинает стекать в резервуар вискозиметра. Отмечают по секундомеру время истечения растворителя от верхней метки над измерительным шариком до нижней – под ним. Время истечения определяют не менее трех раз, причем отсчеты по секундомеру не должны различаться более, чем на 0.4 сек. В процессе измерения следят за постоянством температуры и чистотой измеряемых жидкостей. Измерив время истечения растворителя, выливают последний из вискозиметра по возможности более полно, вытесняя из капилляра с помощью груши.

3. Измерение времени истечения растворов полимера разных концентраций.

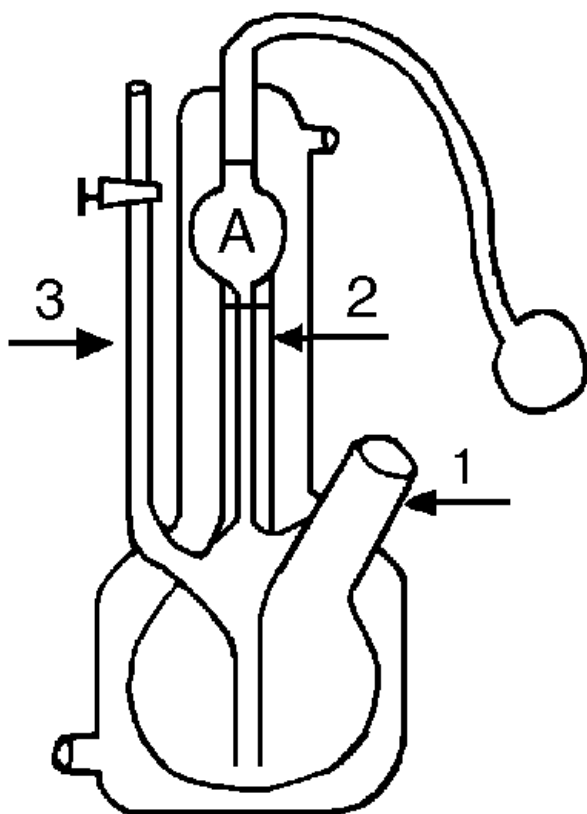


Рис.1. Вискозиметр Уббелоде

Помещают в вискозиметр 8 мл исходного раствора полимера, термостатируют раствор в течение ~5 мин и измеряют время его истечения через капилляр. Разбавление раствора производят непосредственно в вискозиметре, последовательно добавляя 8 мл, еще раз 8 мл и еще 16 мл растворителя. Каждый раз тщательно перемешивают раствор, барботируя воздух с помощью груши. Все измерения записывают в тетрадь. После окончания измерений выливают раствор полимера из вискозиметра в склянку для слива и тщательно моют вискозиметр растворителем. Вновь измеряют время истечения растворителя, сопоставляя его с временем, измеренным в начале работы.

4. Первичная обработка данных.

Для каждой концентрации раствора и чистого растворителя вычисляют среднее время истечения. Результаты измерений записывают в таблицу 1:

Полимер:

Температура измерения:

Растворитель:

Время истечения растворителя:

Объем раствора, мл	c (полимера), г/дл	t (время истечения раствора), сек	$\eta_{отн} = \frac{t}{t_0}$	$\eta_{уд} = \frac{t - t_0}{t_0}$	$\eta_{пр} = \frac{\eta_{уд}}{c}$, дл/г

Здесь t_0 – время истечения растворителя,

$\eta_{отн}$ – относительная вязкость раствора,

$\eta_{уд}$ – удельная вязкость раствора,

$\eta_{пр}$ – приведенная вязкость раствора.

По данным таблицы 1 строят зависимость приведенной вязкости от концентрации раствора. Экстраполяцией полученной зависимости к нулевой концентрации полимера находят характеристическую вязкость.

Молекулярную массу вычисляют по уравнению Марка-Куна-Хаувинка:

$$[\eta] = K * M^a, \quad (1)$$

где $[\eta]$ – характеристическая вязкость раствора полимера,

K, a – постоянные, характеризующие систему полимер – растворитель при данной температуре. Значения K и a для ряда систем при 25°C приведены в таблице 2:

Система полимер – растворитель	$K*10^4$, дл/г	a
Полистирол - бензол	2.7	0.66
Полистирол - толуол	1.18	0.72
Полистирол - метилэтилкетон	3.9	0.57
Полиметилметакрилат - хлороформ	0.48	0.8
Полибутилметакрилат - метилэтилкетон	0.16	0.81
Полибутилметакрилат - изопропанол	3.66	0.5
Поликарбонат - хлороформ	27.7	0.5

Объектами исследования являются две системы:

- 1) раствор полистирола (ПС) в хорошем растворителе – толуоле (ТЛ),
- 2) раствор ПС в плохом (вернее в худшем по сравнению с ТЛ) растворителе – метилэтилкетоне (МЭК).

Концентрации исходных растворов 1 г/дл. Для двух систем определяют характеристические вязкости, как описано выше в разделе “**Порядок работы с вискозиметром**”.

Обработка результатов

- В одних координатах строят две зависимости приведенной вязкости от концентрации раствора для ПС в хорошем и плохом растворителях и определяют две характеристические вязкости.
- По уравнению (1) рассчитывают молекулярные массы ПС в ТЛ и МЭК, используя значения констант K и a , приведенные в таблице 2.
- Вычисляют отношение молекулярных масс ПС в хорошем и плохом растворителях, которое служит мерой полидисперсности полимера.

Результаты расчетов записывают в таблицу:

Система	$[\eta]$ (дл/г)	M_η	$\frac{M_x}{M_\Pi}$

Задание: Объяснить влияние качества растворителя на характеристическую вязкость и молекулярную массу полимера. Чем обусловлена полидисперсность полимера и как еще ее можно оценить?