

Введение Метод исследования и методика проведения измерений являются ключевым этапом при определении растворимости веществ и могут существенно повлиять на достоверность получаемых результатов. Растворимость веществ в растворителях определяется с установлением равновесия между газовой и конденсированными фазами при температуре и давлении опыта, и обеспечении условий равновесия в системе, без нарушений, при отборе образцов фаз на анализ. Существующие в настоящее время экспериментальные методы исследования могут быть классифицированы двумя путями [1]. Первый относится к способу получения насыщенного раствора: статический (реализуется в замкнутой ячейке постоянного, либо переменного объема) и динамический (реализуется в проточной системе). Статический метод насыщения раствора позволяет визуализировать исследуемый процесс. Широкое распространение получил так называемый метод точки росы. Изменяя температуру и давление в системе с заданным составом, можно наблюдать появление, либо исчезновение одной из сосуществующих фаз. Например, двигаясь из газовой фазы известного состава путем понижения давления (достигается перемещением поршня в ячейке) вдоль изотермы, можно определить момент выделения первой капли жидкости, то есть точку росы. Обратное повышение давления приведет в некоторый момент, конечно, к исчезновению жидкой фазы. Опыты проводят при различных концентрациях растворяемого вещества, что значительно увеличивает трудоемкость метода. Однако при этом устраняется необходимость отбора проб газовой фазы на анализ, что полностью исключает нарушение условий равновесия в ячейке. Погрешность метода точки росы сильно возрастает, если растворимость вещества во жидкой фазе принимает очень низкие значения. В другом методе – динамическом, сжатый до необходимого давления, подогретый и тщательно очищенный газ пропускают через столб жидкости, находящийся в термостатируемой экстракционной ячейке высокого давления. Медленно пропускаемый газ перемешивает жидкость, растворяется в ней и одновременно сам насыщается жидкостью. Реализация метода предполагает пропускание значительного количества газа. Об установлении равновесия в системе судят по результатам анализа жидкой фазы [2]. Учитывая вышеизложенное, в настоящей работе отдано предпочтение статическому методу измерения растворимости. Экспериментальная часть Материалы и методы исследования Метилен хлористый (99,5%, ГОСТ 9968-86), поликарбонат PC-010U. Все реактивы использовались без дополнительной очистки. Для исследования поведения растворимости поликарбоната в метилене хлористом была создана экспериментальная установка [3], представленная на рис. 1. Стеклоанальная колба (1) с исследуемым раствором помещена в водяную баню (2) с возможностью нагрева (5) и контроля температуры (3). Рис. 1 - Схема экспериментальной установки, использованной для определения растворимости поликарбоната в

метилена хлористом: 1 - стеклянная колба; 2 - водяная баня; 3 - контактный термометр с регулятором температуры; 4 - магнитная мешалка; 5 - нагревательный элемент. Эксперимент проводится при атмосферном давлении. Нагрев и контроль температуры стеклянной колбы с исследуемым раствором осуществлялась с помощью нагревательного элемента 5 магнитной мешалки и контактного термометра с регулятором температуры 3. Методика исследования заключается в следующем: раствор некоторой концентрации, к примеру, поликарбоната в метилена хлористом, как результат термостатирования при температуре опыта, в течение 1 часа перемешивается с помощью магнитной мешалки (4) с постоянной скоростью. За прекращением этапа перемешивания следует процедура отстоя. В случае отсутствия нерастворенной фазы, в данном случае поликарбоната, располагающегося в верхней части рабочего объема, добавляется следующая незначительная порция растворяемого вещества и эта процедура, включая перемешивание и отстой, повторяются до тех пор, пока не будет установлен факт пересыщения раствора. В этом случае из раствора, с плавающими на поверхности частичками поликарбоната, с помощью микрошприца с придонной области измерительной колбы отбирается проба насыщенного раствора, которая и является образцом для оценки значения растворимости поликарбоната в метилена хлористом. С целью исключения погрешности, вызванной некоторой неравновесностью итогового раствора, его перемешивание повторяется 3-5 раз с соответствующими отборами проб. Вышеотмеченные образцы фильтруются, взвешиваются и, наконец, помещаются в вытяжной шкаф с целью выпаривания органического растворителя. Полученный в каждом конкретном случае остаток твердой фазы (осадок) и представляет собой массу растворённого вещества (равновесная концентрация), присутствующего в растворе. При этом, количество растворителя в образце определяется в виде разницы масс раствора до выпаривания и растворенного вещества. Результаты и обсуждение. Относительно механизма растворения полимерных материалов в органических растворителях необходимо отметить следующее: растворение полимера происходит в том случае, когда величина энергии взаимодействия молекулы полимера и растворителя превышает значения энергий взаимодействия между одноименными молекулами (полимера или органического растворителя). При этом, процесс растворения полимеров имеет характерную особенность: растворению обычно предшествует набухание, сопровождающееся увеличением объема полимера. При набухании подвижные молекулы растворителя проникают между молекулами полимера, разрушая тем самым межмолекулярные связи и раздвигая полимерные цепи. Лишь после этого макромолекулы начинают медленно диффундировать в растворитель, что впоследствии приводит к образованию однородной гомогенной раствора [4,5,6]. Результаты исследования растворимости поликарбоната в метилена хлористом представлены на рисунках 2-4. Рис. 2 - Зависимость значений растворимости

поликарбоната в метилене хлористом, получаемых при атмосферном давлении и температуре 313,15K, от длительности этапа перемешивания в рамках процедуры измерения Рис. 3 - Зависимость значений растворимости поликарбоната в метилене хлористом, получаемых при атмосферном давлении и температуре 303,15 K, от длительности этапа перемешивания в рамках процедуры измерения Рис. 4 - Зависимость значений растворимости поликарбоната в метилене хлористом, получаемых при атмосферном давлении и температуре 293,15 K, от длительности этапа перемешивания в рамках процедуры измерения

Заключение В данной работе получены экспериментальные данные по растворимости поликарбоната в метилене хлористом при атмосферном давлении и в диапазоне температур 293,15÷313,15 K.