

УДК 661.716+543.435:54.06
DOI 10.26456/vtchem2020.2.13

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ МУТНОСТИ ОТРАБОТАННОГО ВАЗЕЛИНОВОГО МАСЛА ТУРБИДИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

А.В. Соколов¹, Р.В. Королёв¹, С.Д. Хижняк¹, Т.И. Самсонова²,
В.П. Галицын², П.М. Пахомов¹

¹ ФГБОУ ВО Тверской государственный университет, г. Тверь

² Научно исследовательский институт синтетического волокна
с экспериментальным заводом (АО «ВНИИСВ»), г. Тверь

Проведены исследования по определению показателя мутности отработанного вазелинового (парафинового) масла, используемого в качестве растворителя при получении высокопрочных волокон из сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) методом гелеформования, турбидиметрическим методом по стандартным формазинным растворам. Доказана возможность применения данного метода для оценки показателя мутности отработанного растворителя.

Ключевые слова: *масло вазелиновое, метод турбидиметрии, продукты деструкции полиэтилена, показатель мутности*

Известно, что в процессе гелеформования [1] в результате механо-, термоокислительной деструкции происходит образование продуктов деструкции (ПД) СВМПЭ. На этапе ориентационного вытягивания некоторая часть ПД отжимается из деформируемой геле-нити вместе с парафиновым растворителем – вазелиновым маслом (ВМ), а другая часть остаётся внутри нити и на её поверхности. Накопление ПД в растворителе вызывает прилипание нити к транспортирующим галетам и обрыв ее отдельных филаментов, что дестабилизирует процесс получения высокопрочной нити и делает его технологически невозможным [2]. Возникает необходимость очистки ВМ от ПД, что обеспечивает возможность его дальнейшей эксплуатации в технологическом процессе.

Удаление ПД из отработанного парафинового растворителя возможно двумя способами: фильтрацией и центрифугированием. С точки зрения качества отделения ПД от растворителя предпочтительным является метод центрифугирования, так как отделяются все частицы, которые по плотности отличаются от плотности растворителя [3]. Однако очистка отработанного

растворителя центрифугированием технологически неэффективна из-за значительной длительности очистки масла, обусловленной медленной скоростью движения малых частиц к стенке центрифуги, поскольку разность плотностей ПД СВМПЭ (0.97 г/см^3) и ВМ (0.85 г/см^3) незначительна.

В настоящее время более технологичным способом удаления ПД из растворителя является фильтрация, несмотря на то, что в процессе фильтрации отработанного ВМ возможно частичное продавливание ПД через поры фильтрующих перегородок [4]. При фильтрации от раствора отделяются частицы, размер которых превышает диаметр пор фильтрующей перегородки. Одной из основных характеристик фильтрующего элемента является степень очистки фильтруемой жидкости от ПД, поскольку она непосредственно влияет на стабильность процесса получения высокопрочных волокон СВМПЭ.

Целью данной работы является разработка методики оценки степени удаления ПД из отработанного парафинового растворителя. Поскольку фильтрованные растворы характеризуются разной степенью мутности, были проведены исследования по возможности количественного определения этого показателя. Для анализа мутности отработанного растворителя в данном исследовании использовались основные принципы работы оптических турбидиметров, которые широко применяются для количественной оценки мутности водных сред [5].

Экспериментальная часть. В исходном состоянии отработанный растворитель с установки гель-формования представляет собой низкоконцентрированную суспензию, где ПД находятся в набухшем эластичном состоянии в виде частиц крупных размеров (до 25 мкм) [2]. После стадии грубой очистки – предварительной фильтрации с помощью фильтр-пресса, в рамках которого закрепляли тканевый материал – байку, суспензия становится значительно чище (частицы ПД размером до 2 мкм). В таком состоянии суспензия использовалась в работе в качестве объекта исследования.

Образцы масла тонкой очистки от ПД получали двумя способами:

- фильтрацией через комбинированный фильтр, используемый в технологическом процессе на стадии тонкой очистки [6];
- центрифугированием на угловой центрифуге с фактором разделения 3500 в течение 1 ч, обеспечивающей полное удаление ПД из растворителя.

Образцы с различной концентрацией ПД готовили путем разбавления отработанного масла после стадии грубой фильтрации очищенным с помощью центрифугирования в объемных соотношениях: 1:1; 1:3; 1:7; 1:15. Таким образом, если считать максимальную

концентрацию ПД (С, %) в неразбавленном отработанном масле относительно принимая за 100 %, то концентрации разбавленных образцов будут иметь значения 50; 25; 12.5 и 6.3 %, а очищенного после центрифугирования – 0% (эталон).

Измерение мутности отработанного растворителя осуществляли методом турбидиметрии с помощью прибора 2100N IS фирмы НАСН. Калибровку прибора выполняли по стандартным формазинным растворам. В качестве источника излучения прибора применяется светоизлучающий диод (LED) при 860 ± 30 нм. Детектор располагается под углом 180° , то есть на одной оси с источником излучения, анализируется проходящий свет [7].

Суспензия ПД в ВМ представляет собой систему, которая ослабляет проходящее через нее излучение $\alpha(\lambda)$ из-за растворённых в масле веществ. Вместе с тем, ослабляется и падающее излучение $s(\lambda)$ за счет присутствия в системе нерастворённых веществ – ПД, которые рассеивают излучение. Таким образом, общий коэффициент спектрального ослабления $\mu(\lambda)$, который регистрируется прибором, представляет собой сумму коэффициента спектрального рассеивания $s(\lambda)$ и коэффициента спектрального поглощения $\alpha(\lambda)$:

$$\mu(\lambda) = s(\lambda) + \alpha(\lambda) \quad (1) [5].$$

Показателем мутности является прямое рассеивание излучения частицами $s(\lambda)$, которое рассчитывается по формуле:

$$s(\lambda) = \mu(\lambda) - \alpha(\lambda) \quad (2).$$

Показатель мутности эталона, ввиду отсутствия рассеивающих частиц:

$$s(\lambda) = \mu(\lambda) - \alpha(\lambda) = 0 \quad (3).$$

Анализ показателя мутности образцов суспензии ПД в ВМ осуществляли следующим образом: в кювету из кварцевого стекла объёмом 25 мл заливали до метки исследуемый образец растворителя, давали отстояться до исчезновения пузырьков и помещали в кюветное отделение прибора.

Измерение коэффициента спектрального рассеяния $s(\lambda)$ проводили в режиме автоматического диапазона с усреднением сигнала (14 секунд до вычисления среднего значения по 10 определениям) в нефелометрических формазинных единицах (NFU, мг/л). Значение $s(\lambda)$ каждого образца рассчитывали как среднее по пяти измерениям. Для этого образец вынимали из кюветного отсека прибора, энергично взбалтывали, давали отстояться и проводили измерение.

Результаты и их обсуждение. Результаты измерения и полученные результаты расчета показателя мутности образцов представлены в таблице. Погрешность измерения составляет $\pm 4\%$.

Т а б л и ц а

Показатель мутности образцов суспензии в зависимости от концентрации
продуктов деструкции в вазелиновом масле

Образец	C, %	$\mu(\lambda)$, FNU (мг/л)	$s(\lambda)$, FNU (мг/л)
исходный	100.0	6.42	3.50
1:1	50.0	4.86	1.94
1:3	25.0	4.03	1.11
1:7	12.5	3.46	0.54
1:15	6.3	3.28	0.36
фильтрованный	-	2.95	0.03
эталон	0	2.92	0

Оценку полученных результатов проверяли по критерию линейности градуировочной зависимости. Для подтверждения фактора линейности строили график зависимости показателя мутности $s(\lambda)$, FNU (мг/л) от концентрации C (%) ПД в исследуемых образцах, которая далее была аппроксимирована линейным уравнением с помощью метода наименьших квадратов (рис.2). Вид полученного уравнения и коэффициент корреляции приведены на рис.2.

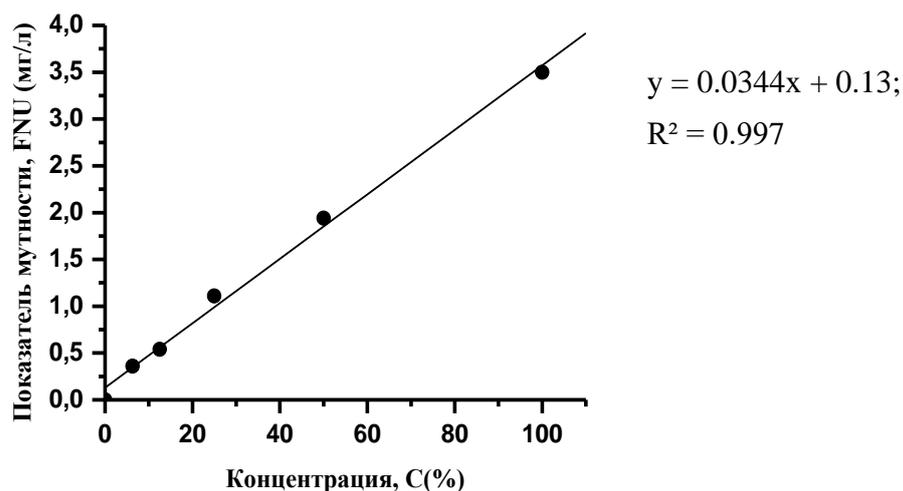


Рис. 2. График градуировочной зависимости показателя мутности $s(\lambda)$, FNU (мг/л) от концентрации C (%) ПД в исследуемых образцах

Из рис. 2 видно, что зависимость действительно имеет линейный характер, т.е. существует чёткая линейная связь между значениями показателя мутности и концентрацией ПД в растворителе. Такой экспериментальный факт указывает на возможность оценки содержания

ПД в отработанном растворителе в данном концентрационном диапазоне с помощью метода турбидиметрии.

В производственных целях прямая оценка показателя мутности отработанного растворителя, – количества ПД в ВМ (мг/л), возможна, если обеспечить корреляцию показателя мутности $s(\lambda)$, FNU (мг/л) по точкам калибровки градуировочного графика, например, с результатами гравиметрического метода анализа [8].

Выводы.

1. Проведены исследования и доказана возможность оценки показателя мутности отработанного вазелинового масла после стадий грубой и тонкой фильтрации методом турбидиметрии по стандартным формазиновым растворам.

2. Методика может быть рекомендована для использования при технологических исследованиях и контроле производства нитей из СВМПЭ.

Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования Тверского государственного университета.

Список литературы

1. Пахомов П.М., Галицын В.П. и др. Высокопрочные и высокомодульные полимерные волокна – Тверь, ТвГУ, 2012. – 327 с.
2. Соколов А.В., Королёв Р.В. и др. // Химические волокна, № 6, 2019. С. 3 – 5.
3. «Фильтрование вязких растворов и расплавов полимеров»: методическое пособие / Е.А. Рогова, И.Н. Жмыхов, – Могилёв: Могилёвский государственный университет продовольствия, 2003. 79 с.
4. Пакшвер А.Б. Физико-химические основы технологии химических волокон. – М: Химия, 1972. – 435 с.
5. ГОСТ ISO 7027-1. Качество воды. Определение мутности.
6. Соколов А.В. Способ очистки отработанного углеводородного растворителя в технологии получения волокон из сверхвысокомолекулярного полиэтилена методом гель – формования // XXV Каргинские чтения: тезисы докладов конф. Тверь, 2019. С. 31.
7. Теория и практика измерения мутности. Турбидиметрия и нефелометрия [Электронный ресурс] — <http://www.ecoinstrument.com.ua/teoriya-praktika-izmereniya-mutnosti-turbidimetriya-nefelometriya/>, свободный. (Дата обращения: 21.05.2020 г.)

8. Елфимов В.И., Хасад Хамид // Вестник РУДН, серия Инженерные исследования, № 1, 2014. С. 75 – 82.

Об авторах:

СОКОЛОВ Александр Викторович – аспирант 3-го года обучения кафедры физической химии Тверского государственного университета, e-mail: sokolav@mail.ru

КОРОЛЁВ Роман Владиславович – бакалавр 4-го года обучения кафедры физической химии Тверского государственного университета, e-mail: roman.korolev56@mail.ru

ХИЖНЯК Светлана Дмитриевна – кандидат химических наук, заведующая лабораторией спектроскопии ЦКП Тверского государственного университета, e-mail: sveta_khizhnyak@mail.ru.

САМСОНОВА Татьяна Ивановна – кандидат химических наук, доцент, руководитель испытательного центра АО «ВНИИСВ», e-mail: ic@vniisv.ru

ГАЛИЦЫН Владимир Петрович – доктор химических наук, заведующий лабораторией гель-технологии отдела растворных и расплавных волокон АО «ВНИИСВ», e-mail: gtn.tver@mail.ru

ПАХОМОВ Павел Михайлович – доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой физической химии Тверского государственного университета, e-mail: pavel.pakhomov@mail.ru

TURBIDIMETRIC DETERMINATION OF THE TURBIDITY INDEX OF SPENT PARAFFIN OIL

**A. V. Sokolov¹, R. V. Korolev¹, S. D. Hhizhnyak¹, T.I. Samsonova¹,
V. P. Golitsyn², P. M. Pakhomov¹**

¹Tver State University

²Scientific research Institute for synthetic fiber with an experimental factory JSC,
Tver

The results of research on determining the turbidity index of spent Vaseline (paraffin) oil used as a solvent for the production of high-strength fibers from ultrahigh-molecular polyethylene (UHMWPE) by gel- spinning, turbidimetric method for standard formazine solutions are presented. The possibility of using this method to estimate the turbidity index of the spent solvent is proved.

Keywords: *Vaseline oil, turbidimetry method, polyethylene degradation products, turbidity index*