



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Національний авіаційний університет



ТЕХНОЛОГІЯ ВИРОБНИЦТВА ВИСОКОМОЛЕКУЛЯРНИХ СПОЛУК

**Лабораторний практикум
для студентів спеціальності 6.091600
„Хімічна технологія високомолекулярних
сполук“**



**VIVERE!
VINCERE!
CREARE!**

Київ 2008

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Національний авіаційний університет

**ТЕХНОЛОГІЯ
ВИРОБНИЦТВА
ВИСОКОМОЛЕКУЛЯРНИХ
СПЛУК**

Лабораторний практикум
для студентів спеціальності 6.091600
„Хімічна технологія високомолекулярних
сполук“

Київ 2008

УДК 66.095.26: 678.0(076.5)
ББК Л7я7
Т 384

Укладачі: *С.В. Іванов, В.В. Трачевський, О.С. Тітова,
Н.В. Столярова, В.В. Єфименко*

Рецензенти: *Ф.Г. Фабуляк, В.Л. Чумак, Ю.П. Гетьманчук*

*Затверджено методично-редакційною радою Національного
авіаційного університету (протокол № 11 від 14.03.2008 р.).*

Технологія виробництва високомолекулярних сполук:
Т 384 лабораторний практикум/ уклад.: С.В. Іванов, В.В. Трачевський,
О.С.Тітова [та ін.]. – К.: НАУ, 2008. – 52 с.

Містить сімнадцять лабораторних робіт, що охоплюють чотири модулі дисципліни „Технологія виробництва високомолекулярних сполук“. Модулі 1,2 охоплюють питання виробництва полімерів методом полімеризації, модулі 3,4 – виробництва полімерів методом поліконденсації.

Для студентів напрямку 0513 „Хімічна технологія та інженерія“, може бути корисний для фахівців, які займаються проблемами виробництва високомолекулярних сполук.

ВСТУП

Лабораторний практикум розрахований для використання його в умовах кредитно-модульної системи.

Лабораторні роботи, подані в цьому практикумі, тематично відповідають модулям М1, М2 – „Виробництво полімерів методом полімеризації“ та М3, М4 – „Виробництво полімерів методом поліконденсації“.

До модуля М1 входять чотири лабораторні роботи (1, 2, 3, 4), до модуля М2 – п'ять робіт (5, 6, 7, 8, 9), до модуля М3 – чотири лабораторні роботи (10, 11, 12, 13) та до модуля М4 – чотири лабораторні роботи (14, 15, 16, 17).

Основною метою лабораторного практикуму є вивчення теоретичних основ технології виробництва високомолекулярних сполук. Доповнюючи і розвиваючи раніш пройдений курс „Хімія високомолекулярних сполук“, вивчення цієї дисципліни сприяє одержанню студентами необхідних знань з технології виробництва полімерів, основних методів їх отримання і переробки, формування і розвиток у студентів інженерного мислення.

Лабораторний практикум містить вибрані і найбільш класичні методи отримання та дослідження полімерів, які представлені в формі лабораторних робіт. Поряд з виконанням лабораторних робіт, студенти можуть ознайомитись з основними методами синтезу високомолекулярних сполук (полімеризацією, поліконденсацією, поліприсоединенням та ін.). Лабораторний практикум складений таким чином, щоб залишити час для розвитку самостійної і творчої роботи студентів з рекомендованою літературою, список якої подано в кінці практикума.

Виконання кожної роботи оцінюється згідно з нормами, наведеними у „Робочій навчальній програмі“ навчальної дисципліни з урахуванням відповідних коефіцієнтів. Так, підготовка протоколу – коефіцієнт 0,1, виконання домашнього завдання – 0,1, попереднє опитування – 0,1, виконання лабораторної роботи – 0,2, захист лабораторної роботи – 0,5. Після виконання всіх лабораторних робіт, передбачених модулем, вираховується кількість балів, яка входить до поточної модульної рейтингової оцінки.

ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ТА ПРАВИЛА РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ

Правила техніки безпеки і роботи в лабораторії технології виробництва високомолекулярних сполук такі самі, як і при виконанні практикумів з аналітичної та органічної хімії.

До роботи в лабораторії допускаються студенти, які вивчили, засвоїли і успішно склали викладачеві правила техніки безпеки, про складання яких ставиться відмітка в спеціальному журналі із зазначенням дати складання та закріплюється підписом студента і викладача.

Отримавши від викладача завдання на виконання лабораторної роботи студент зобов'язаний:

1. Уважно вивчити методику проведення роботи, вимоги ДСТУ України або інструкцію по виконанню даної роботи.

2. Пройти співбесіду з викладачем по теоретичній частині і методиці проведення роботи та отримати дозвіл на її виконання.

3. Зібрати лабораторну установку (прилад), перевірити на герметичність з'єднання.

4. Всі необхідні реактиви потрібно отримати у лаборанта, а у випадку використання стисненого або скрапленого газу студент повинен відкривати балон у присутності викладача чи лаборанта.

5. Уважно спостерігати за роботою установки, регулювати параметри процесу на заданому рівні. Категорично **ЗАБОРОНЯЄТЬСЯ** залишати працюючу установку чи прилад без нагляду.

6. Підтримувати на робочому місці чистоту й порядок, а після виконання роботи привести в порядок установку та посуд, зробити всі необхідні записи в робочому журналі.

7. Нове завдання видається студенту лише у випадку позитивного звіту з попередньої лабораторної роботи.

Лабораторний журнал є основним документом, яким студент звітує про виконання лабораторної роботи. Журнал повинен бути

підписаний (прізвище, ім'я, по батькові студента, номер групи, курс), із зазначенням кафедри та предмету.

У процесі підготовки і виконання лабораторної роботи всі записи і розрахунки проводяться в лабораторному журналі. Заборонено проводити записи на окремих аркушах паперу.

З кожної роботи в журнал заносять такі дані:

1. Дата та назва лабораторної роботи.
2. Схема установки (приладу). Усі елементи установки нумерують і записують під схемою.
3. Хід виконання лабораторної роботи, необхідні попередні розрахунки, інші результати зважування та вимірювання, кількість та час відбору проб (за необхідністю) тощо.
4. Графіки, таблиці та висновки за результатами виконаної роботи.

ІНСТРУКЦІЯ З БЕЗПЕЧНИХ МЕТОДІВ РОБОТИ З АЛЮМООРГАНІЧНИМИ СПОЛУКАМИ

Загальна формула алюмоорганічних сполук R_nAlX_{3-n} , де R – алкільний або ароматичний радикал, X – атом хлору, бром у або йоду, n – означає кількість груп R і дорівнює 1, 2 або 3. До даної групи сполук відносять також алюмоорганічні комплекси. Комплексними сполуками є: галогени одно- і двоатомних металів, аміни, прості ефіри, нітрили, складні ефіри та ін. Наведені сполуки отримують:

- взаємодією хлоридів алкілів і арилів з металічним алюмінієм у вигляді дрібних стружок або неокисненого алюмінієвого порошку;
- методом Циглера в результаті взаємодії в автоклаві під тиском неокисненого порошку алюмінію з воднем і олефінами;
- препаративно – реакцією HgR_2 з металічним алюмінієм, а також AlX_3 з MR .

Чисті алюмоорганічні сполуки надзвичайно швидко реагують з водою, спиртами і хлорованими вуглеводнями. На повітрі відбувається їх самозаймання. Сильна екзотермічна реакція виникає при контакті їх із сіркою у вільному стані або у сполуках, галогенами у вільному стані, аміаком, кислотами і нітросполуками. Під час реакції із органічними

основами Льюїса (прості і складні ефіри, нітрили, тощо) виділяється велика кількість тепла і газоподібних продуктів. Галогени металів, натрій і калій призводять до перегріву рідини.

Комплекси алюмоорганічних сполук з донорами електронів, алюмоорганічні сполуки, що утворилися в результаті реакції перегрупування (менше 20 %) в неполярних аліфатичних і ароматичних розчинниках, мають понижену реакційну здатність і тому не можуть самозайматися на повітрі.

Активність алюмоорганічних сполук зменшується в рядах:



де $n < 3$.

Алюмоорганічні сполуки при потраплянні на шкіру спричиняють рани, які важко загоюються.

Інструкція з роботи

1. Роботи з алюмоорганічними сполуками потрібно виконувати в спеціальному фартуху із опущеними рукавами. На обличчі в процесі маніпуляцій з ними повинен бути захисний щиток.

2. На руках повинні бути захисні шкіряні рукавиці.

3. Стіл, на якому виконується робота з алюмоорганічними сполуками, повинен бути чистим і сухим. На ньому не повинні бути гарячі речовини і сполуки, здатні реагувати з алюмоорганічними сполуками. Хімічний посуд, в якому ведуть роботи з такими сполуками, повинна бути дуже ретельно висušена і оброблена азотом під системою "вакуум-азот". При висušуванні особливу увагу необхідно звертати на шліфи кранів, а також недоступні місця хімічної апаратури.

4. Робота з реактивами масою понад 20 г, а також синтез і перегонка повинні виконуватись тільки на столі із спеціальним металічним піддоном. Усі синтези і розгонки з участю алюмоорганічних сполук виконувати за заслонами, виконаними з органічного скла або за закритими витяжними шафами. Вмикати і вимикати прилад дозволяється тільки під час маніпуляцій, пов'язаних із початком і закінченням реакції і перегонки.

5. Розклад залишку необхідно виконувати після розведення у висушених розчинниках (вуглеводнях) метанолом, який додають до розчину по краплях при перемішуванні. Не можна допускати утворення плівки гідролізованих сполук. Після реакції залишку алюмоорганічних сполук з метанолом додають воду.

Протипожежна інструкція

У разі розливу розчину із алюмоорганічних сполук вогонь потрібно гасити піском, протипожежною ковдрою зі щільної матерії або порошковим вогнегасником. Інші вогнегасники не можуть бути використані, тому що речовини, що в них містяться реагують із вибухом з алюмоорганічними сполуками. Після закінчення пожежі необхідно відчинити вікна і, якщо можливо, не перебувати в даному приміщенні до повного провітрювання.

Перша допомога

У разі попадання розчину із алюмоорганічних сполук на поверхню тіла потрібно терміново уражене місце промити водою, а потім ректифікованим етиловим спиртом. Накласти тимчасову пов'язку і звернутись у найближчий медичний пункт.

Опіки алюмоорганічними сполуками є важкими і тяжко загоюються.

Модуль 1

ВИРОБНИЦТВО ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІМЕРИЗАЦІЇ НА ОСНОВІ НЕНАСИЧЕНИХ АЛІФАТИЧНИХ ТА АРОМАТИЧНИХ ВУГЛЕВОДНІВ

Лабораторна робота 1

ПОЛІМЕРИЗАЦІЯ СТИРОЛУ В СУСПЕНЗІЇ

Мета роботи – ознайомлення з методом радикальної полімеризації і вивчення полімеризації стиролу в суспензії.

Основні теоретичні відомості

Радикальна полімеризація відбувається під впливом сполук, що легко утворюють радикали. Такі сполуки називають ініціаторами, і їх роль полягає у значному зменшенні енергії активації мономеру в результаті утворення з них складного радикалу. Енергія активації мономеру становить близько 40 кДж/моль, тоді, як у присутності ініціаторів зменшується до 2 кДж/моль.

Полімеризація являє собою ланцюгову реакцію і складається з трьох етапів: ініціювання, зростання ланцюга і закінчення (обривання) ланцюга.

Для суспензійної полімеризації використовують такі компоненти:

- дисперсійне середовище (найчастіше вода);
- мономер;
- ініціатор;
- стабілізатор суспензії;
- електроліт.

У дисперсійному середовищі, яким, переважно, є вода або водний розчин солі, розчиняють стабілізатор суспензії, а потім додають мономер з рочиненим у ньому ініціатором.

Полімеризація відбувається в краплях диспергованого мономеру, і при цьому зростає їх в'язкість.

Процес суспензійної полімеризації протікає за типовим для блочної полімеризації механізмом, причому кожна гранула ніби є мікроблоком.

Суспензійна полімеризація є зручним, дешевим і безпечним (водне середовище) методом отримання полімерів.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

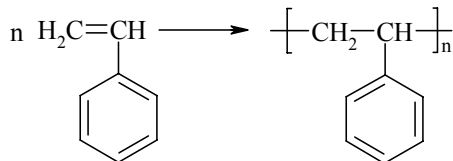
- стирол (свіжоперегнаний) – 20 г;
- пероксид бензоїлу – 0,32 г;
- полівініловий спирт – 0,2 г;
- метанол – 80 см³.

Устаткування:

- тригорла колба (на 250 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 150°C;
- мішалка із затвором ;
- лійка Бюхнера;
- кристалізатор;
- мірний циліндр (на 250 см³);
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

Реакція полімеризації відбувається за схемою:



До тригорлої колби, що розташована у водяній бані та містить мішалку, термометр, зворотний холодильник, наливають 120 см³ дистильованої води. Потім, швидко перемішуючи, вносять 0,2 г полівінілового спирту. Після повного розчинення (якщо необхідно, нагрівають до температури 70 °С), додають 20 г стиролу, в якому розчинено 0,32 г пероксиду бензоїлу.

Інтенсивне перемішування за температур 85–90 °С проводять упродовж 7–8 годин. Реакційну масу, перемішуючи, охолоджують до кімнатної температури, відділяють кульки полімеру на лійці Бюхнера та промивають їх 80 см³ метанолу. Промивання полістиролу метанолом проводять в тригорлій колбі за кімнатної температури протягом двох годин. Полімер знову на лійці Бюхнера відділяють від спирту і висушують у звичайній сушильній шафі за температури 50 °С або у вакуумній сушильній шафі за кімнатної температури. Визначають вихід полістиролу.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані dM (у молях) і dt (у секундах) будують графік і знаходять V_2 , в робочому журналі провести розрахунки. Ефективна константа швидкості полімеризації знаходиться, як

$$k_{\text{еф}} = \frac{V_2}{[M][I]^{0,5}} \approx \frac{V_2}{[M]_0 [I]_0^{0,5}},$$

де $[M]_0$ і $[I]_0$ – початкові концентрації мономера і ініціатора; $[M]$ і $[I]$ – їх концентрації на момент часу t .

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Які способи визначення ефективності та швидкості ініціювання?
2. Запишіть рівняння швидкості радикальної полімеризації.
3. Назвіть метод радикальної полімеризації для виробництва високомолекулярних сполук.
4. Які технологічні умови виробництва полістиролу?
5. Де застосовують полістирол?

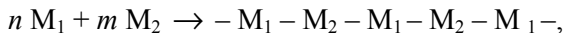
Лабораторна робота 2

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ СПІВВІДНОШЕННЯ КОМОНОМЕРІВ НА КОПОЛІМЕРИЗАЦІЮ СТИРОЛУ З МАЛЕЇНОВИМ АНГІДРИДОМ У РОЗЧИННИКУ

Мета роботи – ознайомлення з методом кополімеризації і визначення впливу співвідношення комономерів на вихід кополімерів.

Основні теоретичні відомості

Кополімеризація є різновидом реакції полімеризації, в якій беруть участь два або більше різні мономери, що отримали назву комономерів. Одержану в результаті такої реакції високомолекулярну сполуку називають кополімером. Схематично кополімеризацію можна подати так:



де M_1 і M_2 – комономерів.

Черговість розташування в більшості кополімерів є статистичною, оскільки молекули комономерів можуть з'єднуватись як між собою, так і з молекулою іншого мономера. Підбір відповідних комономерів та їх кількісного співвідношення дає змогу в широкому діапазоні змінювати фізичні й експлуатаційні властивості кополімерів (наприклад, збільшувати або зменшувати температури склування і топлення, покращувати механічні, електричні та інші властивості).

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

- стирол (свіжоперегнаний) – 24 г;
- малеїновий ангідрид (чистий) – 16,4 г;
- бензол – 1000 г;
- пероксид бензоїлу – 0,2 г;
- ацетон – 10 см³;
- метанол – 10 см³;
- гідроксид натрію – 0,1 г;
- гідроксид амонію (концентрований) – 10 см³.

Устаткування:

- колба круглодонна (на 250 см³), 4 шт.;
- зворотний холодильник 4 шт.;
- термометр до 150 °С;
- бюретка (на 25 см³);
- чотиримісна водяна баня.

Порядок виконання роботи

У чотири круглодонні колби вносять кількість продуктів відповідно до таблиці.

Номер колби	Пероксид бензоїлу, г	Стирол, г	Малеїновий ангідрид, г	Бензол, г
1	0,05	3,5	6,6	150
2	0,05	5,2	4,9	150
3	0,05	6,8	3,3	150
4	0,05	8,5	1,6	150

Перемішуючи в колбах за кімнатної температури, розчиняють малеїновий ангідрид, а потім реакційну суміш нагрівають на водяній бані за температури 85 °С протягом однієї години. Після охолодження виділяється кополімер, який відділяють на лійці Бю-

хнера. Осад промивають бензолом (два рази по 50 г) і висушують спочатку за кімнатної температури, а потім у сушильній шафі за температури 70 °С до постійної маси.

Визначають вихід продукту.

Проводять визначення розчинності 0,1 г полімеру в 10 см³ таких розчинників:

- вода; – 1-й % розчин NaOH;
- ацетон; – концентрований розчин NH₄OH.
- метанол;

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки виходу полімеру та його розчинність у розчинниках.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Вплив підбору вихідних комономерів для кополімеризації стиролу.
2. Кінетика реакції кополімеризації.
3. Виробництво висомолекулярних сполук методом кополімеризації.
4. Які технологічні умови виробництва стиролу?
5. Як застосовуються кополімери у промисловості?

Лабораторна робота 3

СТЕРЕОСПЕЦИФІЧНА ПОЛІМЕРИЗАЦІЯ СТИРОЛУ З ВИКОРИСТУВАННЯМ КОМПЛЕКСНИХ КАТАЛІЗАТОРІВ

Мета роботи – вивчення реакції полімеризації з використанням комплексних каталізаторів.

Основні теоретичні відомості

Іонна полімеризація являє собою ланцюгову реакцію, в якій активними центрами виступають вільні іони, іонні пари або полярні ковалентні зв'язки. Їх активність в процесі полімеризації визначає будову мономеру, природу використаного ініціатора і розчинника, концентрацію реагентів, а також температуру реакції. Дуже часто ланцюгові реакції протікають паралельно із різною швидкістю за участю активних центрів, які відрізняються ступенем впливу

між позитивним і негативним зарядами. Процеси, при яких на кінцях полімерного ланцюга міститься позитивний заряд, називають катіонною полімеризацією. У випадку, коли на кінці ланцюга від'ємний заряд – аніонною полімеризацією.

Низькомолекулярні іони, що розташовані поруч з ланцюгом, який росте, називають протилежними.

Як каталізатори, переважно, використовують алкіл- алюмінієві сполуки [триетилалюміній (C_2H_5)₃Al, а також діетилалюміній хлористий (C_2H_5)₂AlCl] в поєднанні із неорганічними солями металів перемінної валентності, наприклад, розчин солі TiCl₄.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

– тетрахлорид титану	– 1,55 г;
– триетилалюміній	– 2,7 г;
– н-гептан	– 5 см ³ ;
– стирол	– 400 см ³ ;
– ацетон	– 1200 см ³ ;
– метанол	– 400 см ³ ;
– соляна кислота	– 2 см ³ ;
– метилетилкетон	– 400 см ³ .

Устаткування:

- чотиригорла колба (1 дм³);
- круглодонна колба (1 дм³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 100 °С;
- мішалка з ущільненням;
- барботер для азоту;
- система для висушування і відділення кисню з азоту;
- шприц об'ємом 1 см³;
- крапельна лійка (на 10 см³);
- крапельна лійка (на 500 см³);
- лійка Скотта;
- лійка Бюхнера;
- кристалізатор;
- колба;
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

Лабораторний посуд, що використовують для реакції полімеризації висушують за температури 120 °С протягом однієї години. Круглодонну чотиригорлу колбу, що містить мішалку, термометр, а також барботер, через систему для висушування і відділення кисню з'єднують із ємкістю з азотом. Потім пропускають упродовж 30 хв через зібраний прилад очищений азот, водночас охолоджуючи колбу на спеціальній бані.

За допомогою шприца в колбу вносять 5 см³ н-гептану, а потім 3,3 см³ триетилалюмінію, перемішуючи при цьому реакційну масу зі швидкістю 40 – 60 об/хв. Колбу охолоджують до температури 0 °С і поступово по краплях подають 0,9 см³ тетраклориду титану, постійно охолоджуючи суміш в колбі, тому що реакція утворення комплексу – екзотермічна.

Після закінчення додавання тетраклориду титану баню з охолодженням забирають, а суміш продовжують перемішувати за кімнатної температури ще протягом 30 хв. Суміш в реакторі при цьому темніє. Потім по краплях вносять 400 см³ стиролу, температуру водяної бані підвищують до 50 °С і витримують швидкість перемішування реакційної суміші 120 об./хв.

Суміш у реакторі поступово стає в'язкою і настає момент, коли починається грануляція. Полімеризацію проводять доти, доки не закінчиться відокремлення рідини від згранульованого желе. Тривалість полімеризації становить 2–4 години. Після закінчення реакції полімеризації замінюють баню для нагрівання на баню для охолодження (водяну баню), і в реактор обережно по краплях, при постійному перемішуванні, вносять метанол (реакція екзотермічна). Після додавання всієї кількості спирту (400 см³) суміш перемішують протягом 10 хв.

Темний осад полістиролу відділяють на лійці Бюхнера і промивають 400 см³ ацетону, що містить 2 см³ 36 % соляної кислоти. Осад двічі переосаджують із 400 см³ ацетону. Полімер знову відділяють на лійці Бюхнера і переносять в круглодонну колбу із зворотним холодильником, в яку додають 400 см³ свіжоперегнаного метилетилкетону, перемішують і нагрівають до температури кипіння протягом двох годин з метою розчинення атактичної фракції полімеру.

Ізотактичний полімер відділяють на лійці Бюхнера, промивають по черзі спочатку ацетоном, а потім дистильованою водою і висушують за температури 60 °С у вакуумній шафі до постійної маси. Отримують 30 – 50 г полістиролу з температурою плавлення 233–236 °С.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки виходу полімеру і визначити температуру плавлення.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Головні відмінності іонної полімеризації від радикальної.
2. Активні центри іонної полімеризації.
3. Кінетичні особливості іонної полімеризації.
4. Технологічні умови виробництва стирулу.
5. Застосування полістиролу у промисловості.

Лабораторна робота 4

КОПОЛІМЕРИЗАЦІЯ СТИРОЛУ З МАЛЕЇНОВИМ АНГІДРИДОМ У РОЗЧИННИКУ

Мета роботи – вивчення кополімеризації стирулу з малеїновим ангідридом у розчиннику.

Основні теоретичні відомості

Кінетика кополімеризації є складнішою, ніж кінетика полімеризації. Дана реакція подібно до полімеризації, складається з трьох стадій, які в спрощеному вигляді можна подати так:

- стадія ініціювання;
- стадія росту ланцюга;
- стадія закінчення ланцюга.

Підбір відповідних комономерів та їх кількісного співвідношення дає змогу в широкому діапазоні змінювати фізичні й експлуатаційні властивості кополімерів. З цього погляду кополімери мають дуже велике практичне значення. При цьому можуть утворюватись кополімери з регулярним розміщенням мерів, яке не залежить від концентрації комономерів у вихідній суміші.

Утворені кополімери стиролу з малеїновим ангідридом мають перемінне розміщення мерів, яке залежить від концентрації комономерів.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

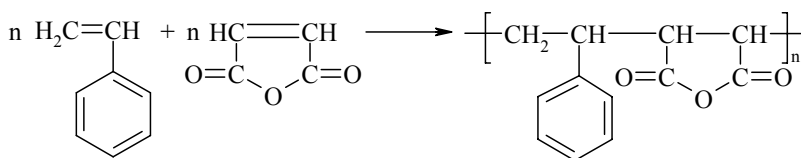
- малеїновий ангідрид (чистий) – 10,4 г;
- стирол (свіжоперегнаний) – 9,8 г;
- пероксид бензоїлу – 0,1 г;
- бензол – 300 г.

Устаткування:

- тригорла колба (на 500 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 150 °С;
- мішалка із ущільненням;
- лійка Бюхнера;
- кристалізатор;
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

Реакція кополімеризації відбувається за схемою:



У тригорлу колбу, що містить мішалку, термометр і зворотний холодильник, вносять 300 г бензолу, 10,4 г малеїнового ангідриду, 9,8 г стиролу і 0,1 г пероксиду бензоїлу. Суміш за кімнатної температури перемішують до повного розчинення всіх компонентів. Потім реакційну масу на водяній бані нагрівають до температури 80°С і витримують одну годину. Охолоджують до кімнатної температури, постійно перемішуючи.

Під час кополімеризації виділяється кополімер, який відокремлюють на лійці Бюхнера. Продукт спочатку висушують при кімнатній температурі протягом 24 год., а потім у сушильній шафі за температури 70 °С до постійної маси.

Визначають вихід кополімеру.

Оформлення результатів експерименту

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу та провести розрахунок виходу кополімеру.

Контрольні питання

1. Кінетична схема бінарної кополімерізації.
2. Кінетичні особливості бінарної кополімерізації.
3. Ідеальна й альтернантна (чергуюча) кополімерізація.
4. Технологічні умови виробництва кополімерів.

Модуль 2

ВИРОБНИЦТВО ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІМЕРИЗАЦІЇ НА ОСНОВІ ГАЛОГЕНПОХІДНИХ ВУГЛЕВОДНІВ, ПОХІДНИХ АКРИЛОВОЇ ТА МЕТАКРИЛОВОЇ КИСЛОТ І СКЛАДНИХ ВІНЛОВИХ ЕФІРІВ

Лабораторна робота 5

ПОЛІМЕРИЗАЦІЯ МЕТИЛМЕТАКРИЛАТУ В МАСІ

Мета роботи – ознайомлення з основними способами проведення полімерізації і вивчення блочної полімерізації метилметакрилату.

Основні теоретичні відомості

Полімерізація в масі, відома також як блочна, відбувається в середовищі мономеру. Компонентами вихідної суміші є мономер та ініціатор полімерізації, розчинний в мономері. Як ініціатори реакції використовують пероксиди бензоїлу, ацетоїлу і 2,2 – азодіізобутилонітріл. Їх застосовують в кількості 0,1–2,0 % відносно до мономеру.

Здебільшого полімерізація протікає в гомогенній фазі, тому що отриманий при цьому полімер розчиняється у вихідному мономері. Зростання ступеня полімерізації спричиняє збільшення в'язкості системи і врешті досягнення склоподібного стану. Отриманий полімер являє собою однорідну тверду масу. У гомогенному середовищі полімеризують, наприклад, стирол, метилметакрилат і вінілацетат.

Полімер на основі метилметакрилату можна отримати всіма відомими методами радикальної полімеризації. Однак в промисловості найчастіше використовують полімеризацію в масі, що дає можливість отримувати органічне скло.

Поліметилметакрилат має прозорість ($n_D = 1,4915$) кращу, ніж силікатне скло і непогані механічні властивості. Його використовують в літакобудуванні, при виготовленні лінз, призм тощо.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

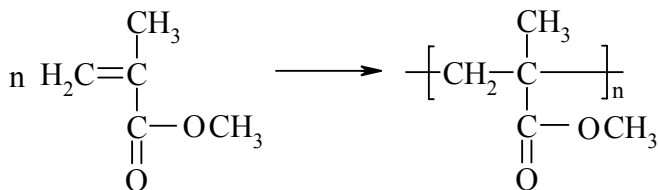
- метилметакрилат (свіжоперегнаний) – 40 г;
- пероксид бензоїлу – 0,04 г.

Устаткування:

- тригорла колба (на 100 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 150 °С;
- мішалка із затвором;
- пробірки, 2 шт.;
- водяна баня;
- термостат.

Порядок виконання роботи

Реакція полімеризації відбувається за схемою:



Попередню полімеризацію проводять в тригорлій колбі із механічною мішалкою, зворотним холодильником і термометром. В колбу вносять 40 г метилметакрилату і 0,04 г пероксиду бензоїлу. Реакційну масу нагрівають на водяній бані за температури

90–95 °С протягом однієї години. Густий сиропоподібний продукт переливають до пробірок з наступним твердненням в термостаті за таких умов:

- 10 год за температури 35 °С;
- 22 год за температури 42 °С;
- 8 год за температури 52 °С;
- 10 год за температури 100 °С.

Отримують полімер у вигляді прозорого блоку, який не повинен мати бульбашок газу.

Оформлення результатів експерименту

Отримані результати занести до робочого журналу та провести розрахунки виходу полімеру.

Контрольні питання

1. Основні способи проведення полімеризації.
2. Типова методика полімеризації в масі.
3. Механізм полімеризації мономерів в масі.
4. Технологічні умови виробництва поліметилметакрилату.
5. Застосування поліметилметакрилату.

Лабораторна робота 6

ПОЛІМЕРИЗАЦІЯ МЕТИЛМЕТАКРИЛАТУ В СУСПЕНЗІЇ

Мета роботи – вивчення процесу полімеризації метилметакрилату в суспензії.

Основні теоретичні відомості

У дисперсійному середовищі, яким, переважно, є вода або водний розчин солі, розчиняють стабілізатор суспензії, а потім додають мономер з розчиненим у ньому ініціатором. Мономер диспергується у воді за допомогою мішалки, і реакційну масу нагрівають за температури 65–90 °С залежно від природи мономеру.

Полімеризація відбувається в краплях диспергованого мономеру, і при цьому зростає їх в'язкість. При 20–30 % конверсії мономеру утворені з крапель гранулки стають в'язкими і мають

схильність до склеювання. При досягненні 70 % конверсії гранулки стають твердими, і після закінчення реакції їх можна легко відділити осаджуванням.

Суспензійна полімеризація є зручним, дешевим і безпечним (водне середовище) методом отримання полімерів.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

- метилметакрилат (свіжоперегнаний) – 20 г;
- пероксид бензолу – 0,5 г;
- полівініловий спирт – 10 г;
- метанол – 80 см³.

Устаткування:

- тригорла колба (на 250 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 150 °С;
- мішалка із затвором;
- лійка Бюхнера;
- кристалізатор;
- мірний циліндр (на 250 см³);
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

До тригорлої колби, що розташована на водяній бані і містить механічну мішалку, зворотний холодильник і термометр, наливають 120 см³ дистильованої води. Приводять в рух мішалку і при досить інтенсивному перемішуванні вносять 0,2 г полівінілового спирту (перемішування проводять до повного розчинення полівінілового спирту, якщо потрібно, нагрівають до температури 60–70 °С). Потім додають 20 г метилметакрилату, в якому попередньо розчинено 0,5 г пероксиду бензоїну. Перемішування повинно бути інтенсивним і не перериватися протягом чотирьох годин. Температура процесу 85–90 °С. Після закінчення реакції суміш охолоджують до кімнатної температури постійно перемішуючи. Отримані кульки осаджують, промивають 80 см³ метанолу і висушують в звичайній сушильній шафі за температури 50 °С або у вакуумній шафі за кімнатної температури. Визначають вихід полімеру.

Оформлення результатів експерименту

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу і провести розрахунки виходу полімеру.

Контрольні питання

1. Компоненти суспензійної полімеризації.
2. Механізм суспензійної полімеризації.
3. Технологічні умови виробництва метилметакрилату.
4. Фізико-механічні характеристики полімера.

Лабораторна робота 7

ПОЛІМЕРИЗАЦІЯ МЕТИЛМЕТАКРИЛАТУ В ПАРАФІНОВІЙ ОЛІЇ

Мета роботи – вивчення процесу полімеризації метилметакрилату в парафіновій олії.

Основні теоретичні відомості

Для полімеризації в розчині використовують такі компоненти:

- мономер;
- ініціатор;
- розчинник.

Присутність розчинника полегшує перемішування реакційної маси і відведення теплоти із системи. Залежно від природи розчинника розрізняють два методи полімеризації в розчині:

- полімеризація в гомогенному середовищі, при якій розчинник однаково розчиняє як мономер, так і отримуваний полімер;
- полімеризація в гетерогенному середовищі, при якій розчинник тільки мономер, але не розчиняє полімер.

Полімер, що отримується під час реакції, випадає в осад.

Полімеризація в розчині має меншу швидкість реакції порівняно з іншими методами.

Молекулярна маса полімеру залежить від природи розчинника, а також концентрації мономеру.

Конверсія мономеру, а також молекулярна маса полімеру зростає із збільшенням концентрації мономеру.

Метод полімеризації в розчині вимагає безпечних методів проведення полімеризації. Отримані полімери мають значно меншу молекулярну масу, ніж продукти, отримані іншими методами.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

- метилметакрилат (свіжоперегнаний) – 25 г;
- парафінова олія (чиста) – 75 г;
- легкий бензин (чистий) – 200 г;
- пероксид – 0,1 г;

Устаткування:

- двогорла колба (на 200 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 150 °С;
- лійка Бюхнера;
- кристалізатор;
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

У двогорлу колбу, що містить зворотний холодильник і термометр, який досягає дна колби, вносять 25 г метилметакрилату, в якому попередньо розчинено 0,1 г пероксиду бензоїлу. Потім доливають 75 г парафінової олії. Суміш, що міститься в колбі, перемішують до повного розчинення і нагрівають при температурі 80–95°С на водяній бані протягом трьох годин. Полімер, що осаджується із парафінової олії, відділяють на лійці Бюхнера і промивають його в колбі із зворотним холодильником декілька разів легким бензином при нагріванні до температури 50 °С. Отримують продукт у вигляді білого пухкого порошку.

Оформлення результатів експерименту

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Визначити вихід полімеру.

Контрольні питання

1. Особливості полімеризації в розчині.
2. Властивості отриманих полімерів.
3. Технологічні умови виробництва.
4. Застосування полімерів у промисловості.

Лабораторна робота 8

ПОЛІМЕРИЗАЦІЯ ВІНІЛАЦЕТАТУ В СУСПЕНЗІЇ

Мета роботи – вивчення процесу полімеризації вінілацетату в суспензії.

Основні теоретичні відомості

Процес суспензійної полімеризації протікає за типовим для блочної полімеризації механізмом, причому кожна гранула ніби є мікроблоком. Як стабілізатори суспензійної полімеризації використовують органічні і неорганічні сполуки, здатні утворювати на поверхні полімеризуючого мономеру захисний колоїд. Це дозволяє запобігати агломерації. Органічними стабілізаторами є: желатин, крохмаль, арабська гума, полівініловий спирт, метилцелюлоза, поліметилакрилова кислота та ін. Такі стабілізатори є доволі ефективними, але мають один суттєвий недолік. Їх важко відділяти від поверхні отриманого полімеру. Стабілізатори використовують в кількості 0,5 %. Друга група стабілізаторів – неорганічні сполуки. Це, головним чином, солі і оксиди, які погано розчинні у воді. До них належать: сульфати, карбонати, силікати і фосфати кальцію, магнію і барію, а також оксид алюмінію і тальк. Неорганічні стабілізатори, на відміну від органічних, можна легше відділити від поверхні полімеру. Однак незначний їх залишок сильно погіршує діелектричні й оптичні властивості полімеру.

Полімеризують вінілацетат усіма методами радикальної полімеризації, однак найчастіше в промисловості використовують емульсійний спосіб і полімеризацію в розчиннику.

З погляду на легкість реакції гідролізу складноєфірних груп її використовують для отримання полівінілового спирту і його похідних. Полівілацетат проявляє високу адгезію до більшості матеріалів і тому знаходить застосування для виготовлення клеїв, емульсійних фарб.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

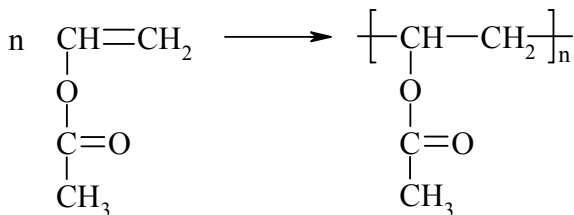
– вінілацетат (свіжоперегнаний)	– 50,0 г
– полівініловий спирт	– 4,0 г;
– арабська гума	– 0,56г;
– вода пергідрольна	– 3,0 г.

Устаткування:

- тригорла колба (на 500 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 100 °С;
- крапельна лійка;
- мішалка із затвором;
- колба (на 50 см³);
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

Реакція полімеризації відбувається за схемою:



У тригорлу колбу, що містить мішалку, зворотний холодильник і крапельну лійку додають 4,0 г полівінілового спирту і 28 г дистильованої води. Суміш, перемішуючи, нагрівають за температури 40 °С на водяній бані до повного розчинення спирту (близько 1,5 год). Потім додають 20 г вінілацетату, 3 г пергідрольної води і 18 г дистильованої, в якій розчинено 0,56 г арабської гуми. Температуру бані поступово піднімають до величини 63–68 °С і після її досягнення протягом 30 хв додають по краплях ще 3 г вінілацетату.

Після закінчення додавання мономеру температуру піднімають до 75 °С і нагрівають дві години при сильному перемішуванні.

Полімер отримують у вигляді емульсії, яку після охолодження виливають у колбу.

Оформлення результатів експерименту

Отримані результати занести до робочого журналу та провести розрахунки.

Контрольні питання

1. Методи полімеризації вінілацетату.
2. Фізико-хімічні властивості полівінілацетату.
3. Технологічні умови виробництва полівінілацетату.
4. Застосування полівінілацетату.

Лабораторна робота 9

ОТРИМАННЯ ПОЛІВІНІЛОВОГО СПИРТУ

Мета роботи – вивчення процесів отримання полівінілового спирту методом хімічного перетворення полімерів.

Основні теоретичні відомості

Полімери, отримані з мономерів, що містять функціональні групи, є багатофункціональними сполуками і зберігають здатність цих груп до подальших реакцій. Вони можуть реагувати з низькомолекулярними сполуками, утворюючи при цьому нові високомолекулярні сполуки. Перебіг таких реакцій може відбуватися із збереженням лінійної будови вихідного ланцюга полімеру або утворювати міжмолекулярні зв'язки із формуванням просторовозшитої структури.

Лінійна будова полімеру зберігається у разі, коли функціональні групи реагують із монофункціональними сполуками або двофункціональними, що взаємодіють з групами тієї самої молекули.

Полімери з просторовозшитою будовою отримують у випадку дво- або багатофункціональних низькомолекулярних сполук, здатних реагувати з реакційними групами лінійних полімерів, з'єднуючи сусідні ланцюги за допомогою утворення відповідних містків. Останні реакції проводять при перетворенні полімерів, тому що утворені продукти стають нерозчинними і неплавкими. До таких реакцій належать вулканізація каучуків, тверднення епоксидних, поліефірних, фенолоформальдегідних та інших смол.

Хімічні реакції кінцевих груп полімерів можна використовувати для отримання блочних і привитих співполімерів, а також для визначення їх молекулярних мас за допомогою титрування.

Полівініловий спирт отримують гідролізом полівінілацетату. Полімер має лінійну будову і містить 1–5 % залишкових ацетатних груп.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

– полівінілацетат	– 5 г;
– метанол	– 100 см ³ ;
– 10-нормальний розчин КОН в метанолі	– 2,3 см ³ ;
– ацетон	– 100 см ³ .

Устаткування:

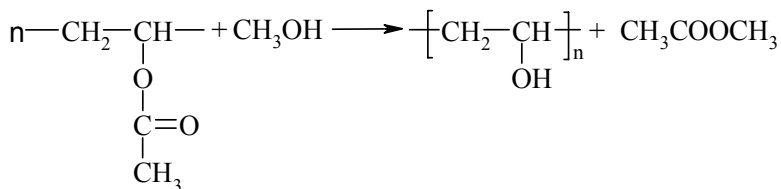
- двогорла круглодонна колба (на 200 см³);
- крапельна лійка (на 10 см³);
- склянка (на 10 см³);
- склянка (на 250 см³);
- лійка Бюхнера;
- кристалізатор;
- мішалка.

Порядок виконання роботи

У колбу, що містить мішалку і крапельну лійку, вносять 5%-й розчин полівінілацетату в метанолі і при постійному перемішуванні додають 2,3 см³ 10-нормального розчину гідроксиду калію в метанолі.

Через 0,5 год настає желатинізація реакційної маси, яка надалі переходить в порошок, що являє собою полівініловий спирт.

Реакція полімеризації відбувається за схемою:



Реакційну масу залишають на 24 години і при цьому осад повністю відділяється від рідини. Осад фільтрують на лійці Бюхнера, розчиняють його у воді і по краплях інтенсивно перемішуючи, по-

дають в колбу, що містить 100 см³ ацетону. Виділяється білий волокнистоподібний осад, який фільтрують на лійці Бюхнера, промивають його ацетоном і висушують спочатку на повітрі, а потім у вакуумній сушильній шафі.

Вихід полівінілового спирту становить близько 95 % від теоретичного.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки виходу полімеру.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Хімічні перетворення полімерів.
2. Технологічні умови проведення реакцій отримання полівінілового спирту.
3. Застосування полівінілового спирту.

Модуль 3

ВИРОБНИЦТВО ФЕНОЛО- ТА СЕЧОВИНО- ФОРМАЛЬДЕГІДНИХ СМОЛ МЕТОДОМ ПОЛІКОНДЕСАЦІЇ

Лабораторна робота 10

ОТРИМАННЯ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГІДНОГО КЛЕЮ

Мета роботи – вивчення процесу отримання фенолоформальдегідного клею методом поліконденсації.

Основні теоретичні відомості

Поліконденсацією називається реакція, в результаті якої із низькомолекулярних сполук отримують нові, більшої молекулярної маси, і при цьому виділяються продукти невеликої молекулярної маси, такі як, H₂O, HCl, NH₃, тощо. У разі використання як вихідних продуктів речовин, що містять дві або більше функціональних груп, існує можливість отримання макромолекул як лінійної, так і зшитої будови.

Поліконденсація принципово відрізняється від реакції полімеризації:

– реакція протікає ступенево. Будь-які дві присутні в реакційному середовищі молекули з різними функціональними групами можуть вступати в реакцію;

– вихідні речовини практично всі вступають в реакцію вже на початковій стадії з утворенням ди-, три-, тетрамерів тощо;

– тривалість реакції є найважливішим чинником, що дозволяє отримувати полімери з великою молекулярною масою та дотриманням умови еквівалентності функціональних груп.

Розрізняють три стадії процесу поліконденсації:

– стадія зародження росту ланцюга високомолекулярної сполуки настає в результаті реакцій двох функціональних груп молекул;

– стадія росту ланцюга відбувається за рахунок проміжних продуктів реакції з вихідними речовинами.

Залежно від концентрації вихідних речовин на кінці ланцюга можуть бути різні функціональні групи;

– стадія закінчення росту ланцюга може настати в результаті нееквівалентного співвідношення вихідних речовин, хімічної зміни кінцевих функціональних груп, впливу побічних продуктів, зростання в'язкості середовища.

Фенолоальдегідні смоли утворюються в результаті реакції альдегідів з фенолами або його похідних. У промисловості фенолоальдегідні смоли виробляють із фенолу, крезолу і силенолу.

Із альдегідів найбільшого практичного використання набув формальдегід. Широке використання мурашиного альдегіду для виробництва конденсаційних смол пов'язане з певними властивостями даної сполуки. Передусім, дана сполука проявляє високу реакційну здатність в реакціях конденсації з фенолами і амідами.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

– фенол	– 50 г;
– 40%-й водний розчин формальдегіду	– 92 г;
– 33,3%-й водний розчин NaOH	– 2,23 см ³ ;
– молочна кислота	– 20 см ³ ;
– бензолсульфонова кислота	– 7,5 г;
– соляна кислота (концентрована)	– 5 см ³ ;
– етиловий спирт	– 7,5 см ³ .

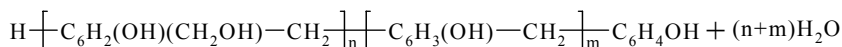
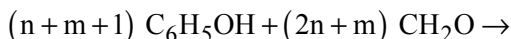
Устаткування:

- круглодонна колба (на 250 см³);
- зворотний холодильник;
- прилад для диетиляції при пониженому тиску;
- конічна колба (на 25 см³);
- лійка (на 50 см³);
- мірний циліндр (на 10 см³);
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

Отримання фенолоформальдегідної смоли

Загальне рівняння поліконденсації фенолу з формальдегідом у лужному середовищі виглядає так:



У круглодонну колбу, що містить зворотний холодильник, вносять 50 г фенолу, 92 см³ 40 %-го водного розчину формальдегіду (мольне співвідношення фенолу до формальдегіду становить 1,0–2,6) і 2,25 см³ 33 %-го водного розчину NaOH. Колбу розміщують на водяній бані і при температурі 90–95 °С нагрівають її протягом 45 хв. Далі рН середовища збільшують до 7,5–8,0, додаючи 7,2 % молочної кислоти і відганяють при пониженому тиску і температурі водяної бані 70 °С воду. Відгонку води припиняють при в'язкості смоли 1–3 (N с/м³) (в'язкість близька до консистенції гліцерину).

Приготування каталізатора тверднення

- каталізатор А: 5,0 см³ концентрованої соляної кислоти перемішують з 7,5 см³ етилового спирту;
- каталізатор В: 7,5 г бензолсульфопонової кислоти перемішують з 7,5 см³ води.

Приготування клею

Змішують 20 г смоли з 1 см³ каталізатора тверднення "А" або "В". Тонким шаром отриманої суміші (клеєм) змазують два дерев'яні бруси, з'єднують їх між собою і залишають на 24 години за кімнатної температури.

Оформлення результатів експерименту

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу та провести розрахунки.

Контрольні питання

1. Фенолоальдегідні смоли.
2. Механізм утворення фенолоальдегідних смол.
3. Технологічні умови виробництва.
4. Застосування фенолоальдегідних смол.

Лабораторна робота 11

ОТРИМАННЯ СЕЧОВИНОФОРМАЛЬДЕГІДНОГО КЛЕЮ

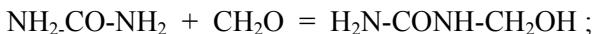
Мета роботи – вивчення процесів отримання сечовиноформальдегідних смол.

Основні теоретичні відомості

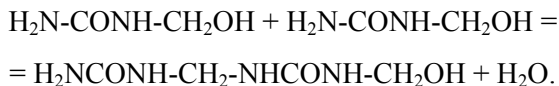
Амідоальдегідні смоли синтезують, виходячи із альдегідів і сполук, що містять амідні групи, наприклад, сечовини.

При синтезі таких смол, наприклад, реакція сечовини з формальдегідом, відбуваються хімічні реакції:

– реакція приєднання:



– реакція поліконденсації:



У процесі синтезу сечовиноформальдегідної смоли істотне значення мають такі чинники, як реакційне середовище, а також кількісне співвідношення вихідних речовин.

Швидкість реакції приєднання і конденсації залежить від рН середовища. При $\text{pH} < 7$ константа швидкості конденсації є більшою,

ніж константа реакції приєднання, при $\text{pH} > 7$ протікають, головним чином, реакції приєднання, тоді як при $\text{pH} = 4\text{--}5$ реакції конденсації і приєднання відбуваються з однаковою швидкістю.

Сечовиноформальдегідні смоли переробляють, виходячи з їх здатності утворювати зшиті структури. Зшиті смоли отримують тільки у випадку використання мольного надлишку формальдегіду відносно сечовини.

Для тверднення сечовиноформальдегідних смол на холоді найчастіше використовують хлористий амоній.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

– сечовина	– 28,0 г;
– 36%-й водний розчин формальдегіду	– 154 г;
– гідроксид натрію	– 5 г;
– мурашина кислота	– 5 г;
– хлористий амоній	– 5 г.

Устаткування:

- тригорла колба (на 250 см^3);
- зворотний холодильник;
- прилад для дистиляції при пониженому тиску;
- конічна колба (на 50 см^3);
- лійка (на 50 см^3);
- мірний циліндр (на 10 см^3);
- піпетка (на 10 см^3);
- водяна баня.

Порядок виконання роботи

154 г формальдегіду, нейтралізованого 10 %-м водним розчином NaOH до $\text{pH} = 7,5$ вливають до колби, що містить зворотний холодильник, додають 28 г сечовини і залишають на 1,0–1,5 години. Далі вміст колби доводять до $\text{pH} 5,5\text{--}6,0$ за допомогою мурашиної кислоти і колбу поміщають на киплячу водяну баню. Конденсацію проводять 15 хв, після чого реакційну суміш охолоджу-

ють до 50 °С. Розчин смоли нейтралізують 10 %-м водним розчином NaOH (до рН = 7,0–7,5). Далі за температури 60°С і пониженому тиску відганяють воду до моменту отримання в'язкості смоли 1–3 (N с/м³) (в'язкість наближена до в'язкості гліцерину).

Смолу використовують для склеювання на холоді. Для цього до неї додають каталізатор тверднення, яким є розчин 5 г хлористого амонію в 20 г води.

Клей готують, перемішуючи смолу і розчин хлористого амонію у ваговому співвідношенні 95 до 5 відповідно.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Механізм утворення сечовиноформальдегідних смол.
2. Технологічні умови виробництва сечовиноформальдегідних смол.
3. Застосування сечовиноформальдегідних смол.

Лабораторна робота 12

ОТРИМАННЯ НОВОЛАЧНОЇ СМОЛИ

Мета роботи – вивчення методу і процесів отримання новолачної смоли.

Основні теоретичні відомості

Залежно від будови і молекулярного співвідношення вихідних речовин, а також умов проведення процесу, в результаті реакції фенолу з альдегідами можна отримувати два види фенолоальдегідних смол:

- новолачні смоли;
- резольні смоли.

Новолачні смоли належать до термопластичних полімерів, тоді як резольні відносяться до термореактивних.

Новолачні смоли, які являють собою термопластичні полімери, після додавання таких речовин, як параформальдегід або уротропін, утворюють подібно до резолу термореактивні полімери і можуть переходити в стан резіту (тверднення).

Процес отримання новолачної смоли проводять в кислому середовищі. При $pH < 7$ швидкість реакції конденсації є значно більшою від швидкості реакції приєднання, і тому утворюються продукти, що не містять метилольних груп. Метилольні групи в даному випадку переходять безпосередньо в метиленові містки.

Якщо в реакції конденсації бере участь виключно двофункціональний фенол, наприклад, *p*-крезол, то незалежно від співвідношення вихідних речовин (фенолу і формальдегіду), завжди утворюється термопластична смола, тобто новолачна.

У промисловості отримують новолачні смоли з трифункціонального фенолу при його значному надлишку.

Критичним мольним співвідношенням фенолу до формальдегіду в реакційній суміші при отриманні новолаку є 1:0,9 відповідно і не може бути нижчим. На практиці тверднення новолачної смоли проводять виключно з використанням уротропіну (гексаметилентетраамін).

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

- | | |
|--------------------------------------|----------|
| – фенол свіжоперегнаний | – 94 г; |
| – 33 %-й водний розчин формальдегіду | – 67,7г; |
| – сірчана кислота (концентрована) | – 0,3г; |
| – оксид кальцію | – 5г. |

Устаткування:

- тригорла колба (на 500 см³);
- зворотний холодильник;
- термометр до 150 °С;
- мірний циліндр (на 10 см³);

- склянка (на 25 см³);
- мішалка із затвором;
- прилад для дистиляції при пониженому тиску;
- олійна баня.

Порядок виконання роботи

У тригорлу колбу, що містить мішалку, термометр і зворотний холодильник, вносять 94 г фенолу і 67,7 г формаліну, а також 0,3 г концентрованої сірчаної кислоти, розчиненої в 10 см³ води. Реакційну масу нагрівають за температури 75 °С на олійній бані. Далі, обережно перемішуючи (реакція екзотермічна), доводять її до кипіння. При кипінні і перемішуванні конденсацію проводять протягом однієї години, після чого реакційну суміш нейтралізують додаванням Са(ОН)₂ (2 г СаО розчиняють у 2,5 мл Н₂О) і продовжують перемішувати протягом трьох хвилин. Водяний шар повинен показувати нейтральну реакцію (якщо потрібно, додають ще невелику кількість Са(ОН)₂).

Вимикають мішалку і реакційну суміш переносять в прилад для дистиляції при пониженому тиску і при тиску 133 Па, нагріваючи до температури 70 °С, відганяють воду. Далі проводять теплову обробку смоли, поступово протягом 2 годин піднімаючи температуру олійної бані до 130 °С (тиск в системі 133 Па). Отримують твердий світло-жовтий продукт, розчинний в спиртах і суміші бензол-спирту в лузі.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Механізм утворення новолачних смол.
2. Технологічні умови виробництва новолачних смол.
3. Застосування новолачних смол у промисловості.

Лабораторна робота 13

ОТРИМАННЯ ЛАКОВИХ МЕЛАМІНОФОРМАЛЬДЕГІДНИХ СМОЛ

Мета роботи – ознайомлення з методами отримання мела-міноформальдегідних смол. Вивчення процесів їх синтезу.

Основні теоретичні відомості

Меламін взаємодіє з формальдегідом аналогічно до сечовини. Під час взаємодії відбуваються такі самі реакції (приєднання і конденсації). В результаті реакції приєднання, залежно від мольного співвідношення реагентів, утворюються метилольні похідні мела-міну різного ступеня заміщення. У даному випадку можна отримати як одно-, так і гексаметилольні похідні мела-міну.

Реакцію метилування прискорюють кислі й лужні каталізато-ри при температурі вище 70 °С з огляду на обмежену розчинність мела-міну в формаліні при низьких температурах.

Реакції конденсації метилольних похідних мела-міну, в результаті яких утворюється смолоподібний продукт, на відміну від конденсації продуктів на основі сечовини, можуть також відносно легко відбувати-ся в лужному середовищі. Однак, із врахуванням швидкості реакції, процес проводять в кислому середовищі (рН = 4–6).

Реакцію модифікації спиртами використовують для отриман-ня лакових мела-міноформальдегідних смол.

Метиловий й етиловий спирти утворюють розчинні у воді продукти, тоді як вищі (наприклад, бутиловий і вище) дозволяють синтезувати смоли, розчинні навіть в малополярних і неполярних розчинниках, таких, як ароматичні вуглеводні.

Естерифікацію смоли проводять в слабокислому середовищі. Вид отриманої смоли залежить від мольного співвідношення формальдегіду і мела-міну, природи і кількості використаного каталізатора, температури і часу реакції, а також від кількості спирту.

Завдяки можливості введення в молекулу великої кількості метоксильних груп (в молекулі мела-міну є шість активних центрів) часткова етерифікація не спричиняє втрати здатності мела-міно-формальдегідної смоли до тверднення.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

– меламін	– 12,6г;
– 36 % -й водний розчин формальдегіду	– 50,0г;
– н-бутанол	– 44,4г;
– мурашина кислота (10%-й водний розчин)	– 1,8 см ³ ;
– ксилол	– 12г;
– гідроксид натрію (20%-й водний розчин)	– 0,4 см ³ ;
– гідроксид натрію (2М розчин в метанолі)	– 1 см ³ ;
– уротропін.	

Устаткування:

- чотиригорла колба (на 250 см³);
- мішалка із затвором;
- термометр (0–150 °С);
- зворотний холодильник;
- крапельна лійка;
- піпетка (0–2 см³);
- насадка Діна-Старка;
- піпетка (на 50 см³ з гумовою грушею);
- лійка Шота G4;
- лійка Бюхнера.

Порядок виконання роботи

У чотиригорлу колбу об'ємом 250 см³, що містить механічну мішалку, термометр, зворотний холодильник і крапельну лійку, вносять 50 г нейтралізованого до рН = 7,0–7,2 формаліну і, перемішуючи, 12,6 г меламіну. Суміш нагрівають до кипіння і по краплях додають 44,4 г н-бутанолу із швидкістю, яка дозволяє підтримувати температуру реакційної суміші не нижче 80 °С.

Після закінчення подачі спирту до реакційної маси по краплях додають 0,9 см³ 10 %-го водного розчину мурашиної кислоти (рН = 5,5) і витримують суміш при кип'ятінні до помутніння (5–10 хв). Додають 12 г ксилолу, зворотний холодильник замінюють на насадку Діна-Старка і протягом 10 хв відганяють азеотропну суміш з поверненням органічної фази назад в реакційну суміш. Масу, що міститься в колбі, нейтралізують 20%-м водним розчином NaOH до рН = 7, припиняють перемішування і залишають на 10 хвилин. Після того за допомогою піпетки з гумовою грушею з

колби забирають водний шар. Знову вмикають механічну мішалку, потім виключають мішалку і підкислюють суміш подачею 0,9 см³ 10 %-го розчину HCOOH. Відганяють азеотропну суміш до повного припинення виділення води. Температура в колбі 110–115 °С. Масу, що залишилася в колбі, нейтралізують внесенням по краплях 1 см³ 2М розчину NaOH в метанолі і відганяють розчинники за температури в колбі 120 °С. Охолоджують до кімнатної температури і визначають вміст сухої речовини, після чого готують 50 % -й розчин смоли в ксилолі. Отриманий розчин фільтрують на лійці Шота G4 при пониженому тиску. Вихід продукту становить близько 65 г.

Увага! Якщо потрібно, синтез можна припинити після відділення водяного шару. Азеотропна дистиляція триває 2–4 год.

Дослідження смоли

Визначення вмісту сухої речовини

В скляній або металевій посудині діаметром 6–8 см зважують приблизно 2 г смоли з точністю до 0,0002 г, розчиняють її в 2 см³ н-бутанолу, висушують у сушильній шафі за температури 120 – 125 °С протягом 2 год і повторно зважують.

Вміст сухої речовини (*S*) розраховують за формулою:

$$S = \frac{m_1}{m_0} 100\% ,$$

де m_0 – маса смоли до висушування; m_1 – маса смоли після висушування.

Вміст сухої речовини в досліджуваній смолі повинен становити близько 60 %.

Визначення умовної в'язкості.

Визначення проводять з використанням витікаючої ємності (Форда) з отвором 4 мм. В'язкість смоли із вмістом 50 % сухої речовини визначається часом її витікання при температурі 20 °С, який повинен становити 30 ± 5 с.

Визначення бензинового допуску.

У високу склянку об'ємом 150 см³, поміщають 5 см³ досліджуваного розчину смоли і за температури 20 °С титрують лаковим бензином до стабільного помутніння (через шар відтитрованої смоли не повинно бути видно хрестика з плечем 1 см³, намальованого чорною тушшю на креслярському папері).

Тверднення смоли

Тверднення смоли здійснюють 12 %-м розчином соляної кислоти в бутанолі, використаному в кількості 10 % відносно до маси смоли.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Механізм отримання меламіноформальдегідних смол.
2. Технологічні умови отримання у промисловості меламіноформальдегідних смол.
3. Застосування меламіноформальдегідних смол.

Модуль 4

ВИРОБНИЦТВО ПОЛІМЕРІВ НА ОСНОВІ ПОЛІЕСТЕРІВ, ПОЛІАМІДІВ, ПОЛІУРЕТАНІВ, ЕПОКСИДНИХ ТА КРЕМНІЙОРГАНІЧНИХ ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІКОНДЕНСАЦІЇ

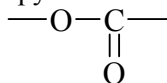
Лабораторна робота 14

ОТРИМАННЯ ПОЛІЕСТЕРУ ІЗ ФТАЛЕВОГО АНГІДРИДУ І ГЛІЦЕРИНУ

Мета роботи – ознайомлення з методами отримання поліестерів. Вивчення процесів синтезу поліестеру із фталевого ангідриду і гліцерину.

Основні теоретичні відомості

Насичені поліестерні смоли, подібно до ненасичених, містять в головному ланцюзі угруповання :



Однак, на відміну від ненасичених поліестерів, насичені поліефірні смоли не містять подвійних зв'язків. Вони, як і ненасичені поліефіри, утворюються в результаті конденсації карбованих кис-

лот або їх похідних (дієстерів, дихлорангідридів) із багатоатомними спиртами і фенолами.

Властивості таких смол визначаються хімічною будовою ланцюга, молекулярною масою і фізичною структурою. Низькомолекулярні полієстери крихкі і практично не використовуються, окрім випадку, коли їх тверднення відбувається за рахунок вільних карбоксильних, гідроксильних або фенольних груп.

До методів отримання поліестерних смол можна віднести:

- переестерифікацію естерів;
- синтез із оксикислот.

Перебіг реакцій і характер отриманих продуктів залежить від кількості функціональних груп в молекулах мономерів, їх реакційної здатності, співвідношення вихідних речовин, а також від швидкості і повноти усунення низькомолекулярного продукту реакції. Гліцерин, залежно від умов реакції, може мати різну функціональність. За температури 180 °С в реакції з фталевим ангідридом він є біфункціональною сполукою.

Здебільшого насичені полієстери отримують за реакцією переестерифікації. Реакція поліестерифікації прискорюється в присутності сильних кислот.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

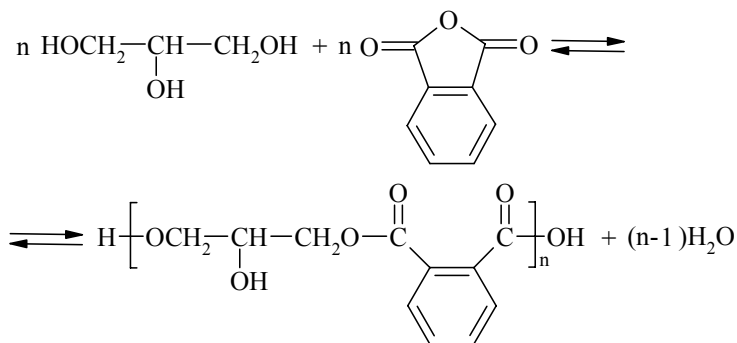
- фталевий ангідрид – 55,4 г;
- гліцерин – 23,0 г;
- ацетон.

Устаткування:

- чотиригорла колба (на 500 см³);
- термометр до 250 °С;
- механічна мішалка із затвором;
- насадка Діна-Старка;
- зворотний холодильник;
- плоскодонні колби (на 100 см³), 4 шт.;
- скляна палочка;
- лист тонкого металу;
- пробірки, 6 шт.;
- олійна баня (силіконова).

Порядок виконання роботи

Реакція поліконденсації відбувається за схемою:



У колбу, що містить механічну мішалку, термометр і насадку Діна-Старка із зворотним холодильником, вносять 55,4 г фталевого ангідриду і 23,0 г гліцерину. Суміш, перемішуючи, нагрівають до температури 180 °С. При нагріванні реакційна суміш перетворюється в однорідну масу і через 1,5–2,0 год стає густим сиропом, який не кристалізується навіть при охолодженні. Через 4–5 годин сиропоподібна рідина переходить у продукт, який під час охолодження до кімнатної температури затвердіває. Після трьох годин нагрівання через кожних 10–15 хв скляною паличкою із колби відбирають проби розплаву і розчиняють в пробірках, що містять ацетон. У разі нерозчинення проби в холодному ацетоні нагрівання зупиняють і розплав виливають на металевий лист.

Отримують твердий прозорий продукт без кольору. Визначають його розчинність в ацетоні, спирто-бензолній суміші та інших органічних розчинниках.

Визначають вихід і кислотне число полімеру.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки виходу полімеру та визначити його кислотне число.

Контрольні питання

1. Механізм одержання насичених поліестерів.
2. Вихідні продукти для виробництва насичених поліестерів.
3. Технологічні умови виробництва насичених поліестерів.
4. Застосування насичених поліестерів.

Лабораторна робота 15

ОТРИМАННЯ ПОЛІЕТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТУ

Мета роботи – ознайомлення з методами отримання і вивчення процесів синтезу поліетилентерефталату.

Основні теоретичні відомості

Здебільшого насичені поліестери отримують за реакцією переестерифікації. Даним методом, наприклад, одержують поліетилентерефталат. Реакція має рівноважний характер і вимагає використання каталізаторів.

Гетероланцюговий склад поліестерів терефталевої кислоти і етиленгліколю – поліетилентерефталат (лавсан), отримують взаємодією диметилтерефталату з етиленгліколем в розплаві за температури 275–290 °С у вакуумі (1 мм рт. ст.). У промисловості синтез проводять у дві стадії. На першій стадії відбувається переестерифікація диметилтерефталату етиленгліколем. На другій – гомополіконденсація диглікольтерефталату.

Розплав полімеру видавлюється з автоклава у вигляді широкої стрічки, охолоджується водою, сушиться гарячим повітрям і роздроблюється на гранули прямокутної форми.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

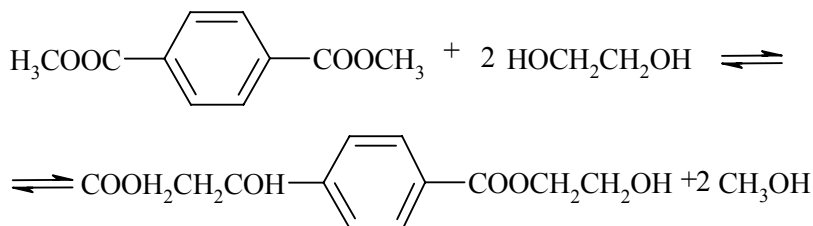
- | | |
|---------------------------------------|------------|
| – диметилтерефталат | – 15,52 г; |
| – етиленгліколь | – 11,78 г; |
| – ацетат цинку | – 0,06 г; |
| – азот або аргон, очищений від кисню; | |
| – тверда вуглекислота (сухий лід). | |

Устаткування:

- чотиригорла колба (на 200–250 см³);
- насадка Діна-Старка;
- зворотний холодильник;
- термометр до 350 °С;
- механічна мішалка із затвором;
- прилад для поліконденсації у вакуумі;
- посудина Дьюара;
- баня із сплавом Вуда;
- капіляр для подачі інертного газу;
- вакуумний капіляр.

Порядок виконання роботи

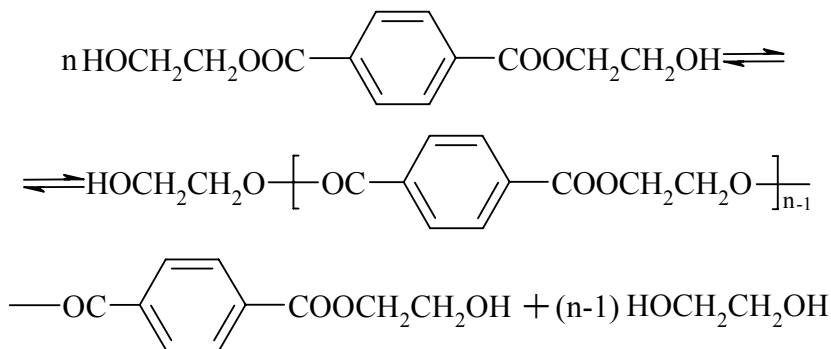
Переестерифікація диметилтерефталату етиленгліколем відбувається за схемою:



У колбу з тугоплавкого скла, що містить механічну мішалку, термометр і насадку Діна-Старка зі зворотним холодильником і капіляром для подачі інертного газу, вносять 15,52 г диметилтерефталату, 11,78 г етиленгліколю і 0,06 г ацетату цинку. Колбу занурюють у баню зі сплавом Вуда і нагрівають до 190–195°С в атмосфері інертного газу.

Метиловий спирт, що виділяється в процесі реакції переестерифікації, яка триває 3–4 години, концентрується в уловлювачі. Потім температуру піднімають до 197–198 °С протягом 2–3 годин і відганяють надлишок етиленгліколю, поступово підвищуючи температуру до 260–270 °С. Після відгонки етиленгліколю колбу з отриманим продуктом охолоджують в середовищі інертного газу, поступово виймаючи її із бані зі сплавом Вуда (в процесі охолодження необхідно обгорнути азбестовою тканиною для запобігання ураженню рук уламками скла у разі розтріскування колби).

Гомополіконденсація диглікольтерефталату.



Реакцію поліконденсації проводять у приладі під вакуумом, з якого попередньо вилучене повітря пропусканням інертного газу. Колбу нагрівають до температури плавлення реакційної суміші. Капіляр, через який подавали інертний газ, замінюють на вакуумний капіляр. Вмикають вакуум і продовжують нагрівати суміш до 250–260 °С і залишкового тиску 1–2 мм рт. ст. У процесі поліконденсації відбувається виділення етиленгліколю, який збирають в уловлювачах, занурених у посудину Дьюара з охолоджувальною сумішшю (від мінус 20 °С до мінус 30 °С). При цьому спостерігається збільшення в'язкості розплаву, яке візуально оцінюється за співвідношенням швидкості проходження через розплав бульбашок інертного газу. Суміш продовжують нагрівати до припинення виділення етиленгліколю і отримання найбільшої в'язкості розплаву. Вимикають вакуум-систему і колбу охолоджують в середовищі інертного газу.

Далі обережно розбирають прилад і з колби виймають полімер світло-жовтуватого кольору. Визначають вихід продукту, температуру плавлення і його розчинність.

Полімер використовують для приготування аморфної плівки і волокна.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журалі провести розрахунки.

Контрольні питання

1. Механізм одержання поліетилентерефталату.
2. Вихідні продукти при виробництві поліетилентерефталату.
3. Технологічні умови виробництва поліетилентерефталату.
4. Застосування поліетилентерефталату.

Лабораторна робота 16

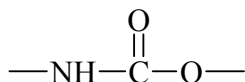
ОТРИМАННЯ ЕЛАСТИЧНИХ ПІНОПОЛІУРЕТАНІВ

Мета роботи – ознайомлення з методами отримання і вивчення процесів синтезу поліуретанів.

Основні теоретичні відомості

Поліуретани – це група полімерів, що мають широке застосування і проявляють потрібні фізико-механічні, електричні та інші властивості. Основними вихідними речовинами для синтезу поліуретанів є ізоціанати. В результаті реакції ізоціанатів із сполуками, що містять активні атоми водню (переважно, з олігомерами), отримують полімери. Залежно від складу вихідних речовин і умов проведення реакції в структурі таких полімерів можуть міститися естери, уретанові, сечовинні, алофані та інші групи.

До поліуретанів належать лінійні або просторовозшиті полімери, що містять в основному ланцюзі уретанову (карбаматну) групу такої будови:



Поліуретани виробляють і використовують однаково як термопласти, так і поліадитивні реактопласти і поліконденсаційні хемо- і терморективні полімери.

Найчастіше поліуретани отримують в результаті реакції поліприєднання, яка відбувається між ді- або триізоціанатами із сполуками, що містять вільні гідроксильні групи типу поліолів (олігоетери та олігоестери).

Основною сировиною для виробництва пінополіуретанів найчастіше використовують олігомерні полііоли, молекули яких містять дві або більше гідроксильні групи, а саме олігоетерогліколи оксиду пропілену та тетрагідрофурану.

Пінополіуретани отримують одностадійним або двостадійним методами.

Відповідно до одностадійного методу всі компоненти суміші змішують одночасно, і процес проводять як періодично, так і безперервним способом.

Як агенти спінення поліуретанів використовують воду або низькокиплячі, нейтральні розчинники, наприклад, галогенопохідні. Вода реагує з ізоціанатними групами з виділенням CO_2 , тоді як низькокиплячі розчинники випаровуються в результаті екзотермічної реакції утворення поліуретанів і при цьому утворюють пори.

Еластичні пінополіуретани використовують в легкій промисловості, в автомобіле- і літакобудуванні, а також у виробництві фільтрів повітря, футеровки, ущільнень, іграшок і пакування.

Можливість використання при синтезі поліуретанів сполук різної хімічної природи дозволяє одержувати таке різноманіття структур і властивостей, якого нема у жодного класу полімерів.

Обладнання, прилади і матеріали

Вихідні продукти:

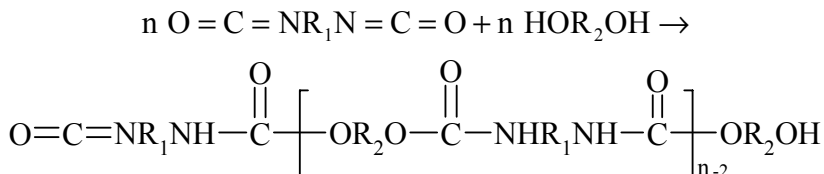
- | | |
|---|-------------------------|
| – олігопропіленгліколь | – 300 г; |
| – 2, 4- і 2, 6-голуїлендіізоціанат ТДІ Т-80 | – 151 г; |
| – 1, 4-діазобіцикло-(2, 2, 2)-октан | – 39 г; |
| – октаноат олова | – 0,5 см ³ ; |
| – вода. | |

Устаткування:

- реометр;
- швидкісна мішалка;
- посудина для спінення;
- стопор;
- форма для виливання.

Порядок виконання роботи

Полімеризація відбувається за схемою:



УВАГА! Під час роботи з ізоціанатами треба виконувати всі приписи щодо роботи з ними. Вони є токсичними речовинами, які взаємодіють із сполуками, що входять до складу живих організмів.

Роботи з ізоціанатами потрібно виконувати під витяжною шафою. Якщо пролився розчин ізоціанатів, місце, куди він потрапив, обробляють водним розчином аміаку.

Отримання еластичного пінополіуретану одностадійним методом

До суміші 300 г поліолу і 16 г приготовленого каталізатора, а також 0,5 см³ октанату олова додають 151 г ізоціанату і перемішують за допомогою швидкісної мішалки. Час перемішування – 10 с, час росту 85–110 с.

Далі суміш поміщають у сушильну шафу на дві хвилини і нагрівають до температури 140 °С.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журалі провести розрахунки.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Механізм одержання поліуретанів.
2. Вихідні продукти при виробництві поліуретанів.
3. Технологічні умови під час виробництва пінополіуретанів.
4. Застосування пінополіуретанів.

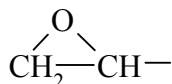
Лабораторна робота 17

ТВЕРДНЕННЯ ЕПОКСИДНИХ СМОЛ

Мета роботи – ознайомлення з методами отримання і вивчення процесів тверднення епоксидних смол.

Основні теоретичні відомості

Епоксидні сполуки належать до гетероциклічних речовин, що містять в своїй молекулі оксиранове кільце, що отримало назву епоксидне, яке складається з двох атомів вуглецю і атому кисню:



Вихідними речовинами для синтезу епоксидних смол поліприсадження є бісфеноли й епіхлоргідрин (діанові смоли).

Будова молекули смоли залежить від мольного співвідношення вихідних реагентів. Кількість використаного гідроксиду натрію також впливає на молекулярну масу одержаного полімеру.

Епоксидні смоли характеризуються такими показниками:

- вмістом епоксидних груп;
- вмістом гідроксильних груп;
- в'язкістю, або, у випадку твердих смол, температурою плавлення;
- кольором.

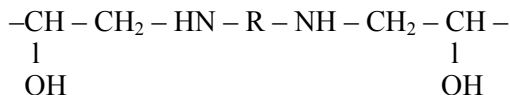
Серед багатьох методів тверднення епоксидних смол практичне застосування має спосіб з використанням органічних дікарбованих кислот або їх ангідридів, тобто так зване “гаряче тверднення”, і амінів (“холодне тверднення”).

Реакція епоксидних смол з ангітридами органічних дікарбованих кислот протікає при підвищених температурах. Це, як правило, температура понад 100 °С.

Для тверднення епоксидних смол при кімнатній температурі використовують первинні і вторинні аліфатичні аміни, а також поліаміноаміди.

Найчастіше це такі поліаміни: етилендіамін, діетилентриамін, триетилтетраамін і поліетиленполіамін (ПЕПА).

При взаємодії епоксидної смоли з амінами відбувається приєднання аміну до епоксидного кільця з утворенням аміноспирту:



Якщо процес ведуть при підвищеній температурі, то отримують продукт із сильно зшитою структурою.

Епоксидні смоли мають цілу низку якостей, що дозволяють широко їх використовувати в промисловості. Вони термо- і хемостійкі, стійкі до лугів. Вироби на їх основі мають високі діелектричні і механічні властивості. Їх головним чином використовують як ізоляційно-конструкційні матеріали для електротехніки. Важливим застосуванням епоксидних смол є створення на їх основі антикорозійних покриттів для металів, бетону, дерева.

Обладнання, прилади і матеріали

Тверднення епоксидної смоли поліетиленполіаміном (ПЕПА)

Вихідні продукти:

- епоксидна смола ЕД-20 – 10 г;
- поліетиленполіамін – 1 г.

Устаткування:

- колба (на 50 см³);
- форма з поліетилену або полівінілхлориду.

Порядок виконання роботи

10 г смоли змішують з 1 г поліетиленполіаміну і виливають у форму з поліетилену або полівінілхлориду. Зразок залишають на декілька годин, після чого виймають його з форми.

Тверднення епоксидної смоли за допомогою фталевого ангідриду

Вихідні продукти:

- епоксидна смола ЕД-20 – 100 г;
- фталевий ангідрид – 50 г.

Устаткування:

- лійка (на 200 см³);
- термометр до 150 °С;
- олійна баня;
- металева форма.

Порядок виконання роботи

Нагрівають за температури 120 °С 100 г смоли в плоскодонній колбі, що поміщена в олійну баню. До розігрітої смоли додають 50 г подрібненого фталевого ангідриду. Масу перемішують до повного розчинення затверднювача. Композицію продовжують нагрівати на бані протягом 5–10 хв до повного виділення бульбашок повітря. Рідку гарячу суміш виливають у металеву форму, попередньо оброблену антиадгезійним покриттям, і розміщують в сушильну шафу з терморегулятором. Затверднення ведуть за температури 120 °С протягом 24 годин.

Оформлення результатів експерименту

Використовуючи одержані експериментальні дані, в робочому журналі провести розрахунки.

Отримані результати оформити та занести до робочого журналу.

Контрольні питання

1. Механізм тверднення епоксидних смол.
2. Вихідні продукти при виробництві епоксидних смол.
3. Технологічні умови виробництва епоксидних смол.
4. Застосування епоксидних смол.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. *Коршак А.П.* Технология пластических масс / А.П. Коршак. – М.: Химия, 1990. – 489 с.
2. *Николаев А.Ф.* Технология пластических масс / А.Ф. Николаев. – М.: Химия, 1968. – 367 с.
3. *Берлин А.А.* Пенополиуретаны на основе реакционноспособных олигомеров / А.А. Берлин, Ф.А. Шутов. – М.: Химия, 1978. – 294 с.
4. *Практикум по высокомолекулярным соединениям* / под ред. чл.-корр. В.А. Кабанова – М.: Химия, 1985. – 222 с.
5. *Лосев И.П.* Практикум по химии высокомолекулярных соединений / И.П. Лосев, О.Я. Федотова. – М.: Химия, 2000. – 227 с.
6. *Григорьев А.П.* Лабораторный практикум по технологии пластических масс / А.П. Григорьев, О.Я. Федотова. – М.: Высш. шк., 2004. – 493 с.
7. *Лабораторний практикум з хімії та технології полімерів* / під ред. І. Словіковської. – Варшава: Політехніка, 1999. – 245 с.
8. *Гетьманчук Ю.П.*, *Практикум з полімерної хімії* / Ю.П. Гетьманчук, В.Г. Сиромятников. – К.: Київський університет, 2006. – 87 с.

ЗМІСТ

ВСТУП	3
ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ТА ПРАВИЛА РОБОТИ В ЛАБОРАТОРІЇ	4
ІНСТРУКЦІЯ З БЕЗПЕЧНИХ МЕТОДІВ РОБОТИ З АЛЮМООРГАНІЧНИМИ СПОЛУКАМИ	5
МОДУЛЬ 1	
ВИРОБНИЦТВО ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІМЕРИЗАЦІЇ НА ОСНОВІ НЕНАСИЧЕНИХ АЛІФАТИЧНИХ ТА АРОМАТИЧНИХ ВУГЛЕВОДНІВ	8
<i>Лабораторна робота 1</i> Полімеризація стиролу в суспензії	8
<i>Лабораторна робота 2</i> Дослідження впливу співвідношення співмономерів на співполімеризацію стиролу з малеїновим ангідридом у розчиннику	10
<i>Лабораторна робота 3</i> Стереоспецифічна полімеризація стиролу з використанням комплексних каталізаторів	12
<i>Лабораторна робота 4</i> Кополімеризація стиролу з малеїновим ангідридом у розчиннику	15
МОДУЛЬ 2	
ВИРОБНИЦТВО ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІМЕРИЗАЦІЇ НА ОСНОВІ ГАЛОГЕНОПОХІДНИХ ВУГЛЕВОДНІВ, ПОХІДНИХ АКРИЛОВОЇ ТА МЕТАКРИЛОВОЇ КИСЛОТ І СКЛАДНИХ ВІНІЛОВИХ ЕФІРІВ	17
<i>Лабораторна робота 5</i> Полімеризація метилметакрилату в масі	17
<i>Лабораторна робота 6</i> Полімеризація метилметакрилату в суспензії	19
<i>Лабораторна робота 7</i> Полімеризація метилметакрилату в парафіновій олії.....	21
<i>Лабораторна робота 8</i> Полімеризація вінілацетату в суспензії.....	23

<i>Лабораторна робота 9</i>	
Отримання полівінілового спирту	25

МОДУЛЬ 3

ВИРОБНИЦТВО ФЕНОЛО-, СЕЧОВИНОФОРМАЛЬДЕГІДНИХ ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІКОНДЕНСАЦІЇ	27
---	----

Лабораторна робота 10

Отримання фенолоформальдегідного клею.....	27
--	----

Лабораторна робота 11

Отримання сечовиноформальдегідного клею	30
---	----

Лабораторна робота 12

Отримання новолачної смоли	32
----------------------------------	----

Лабораторна робота 13

Отримання лакових меламіноформальдегідних смол	35
--	----

МОДУЛЬ 4

ВИРОБНИЦТВО ПОЛІМЕРІВ НА ОСНОВІ СКЛАДНИХ ПОЛІЕФІРІВ, ПОЛІАМІДІВ, ПОЛІУРЕТАНІВ, ЕПОКСИДНИХ ТА КРЕМНІЙОРГАНІЧНИХ ПОЛІМЕРІВ МЕТОДОМ ПОЛІКОНДЕНСАЦІЇ	38
---	----

Лабораторна робота 14.

Отримання поліефіру із фталевого ангідриду і гліцерину	38
---	----

Лабораторна робота 15.

Отримання поліетилентерефталату	41
---------------------------------------	----

Лабораторна робота 16.

Отримання еластичних пінополуретанів.....	44
---	----

Лабораторна робота 17.

Тверднення епоксидних смол.....	47
---------------------------------	----

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	49
--------------------------------	-----------

Навчальне видання

**ТЕХНОЛОГІЯ
ВИРОБНИЦТВА
ВИСОКОМОЛЕКУЛЯРНИХ
СПОЛУК**

Лабораторний практикум
для студентів спеціальності 6.091600
„Хімічна технологія високомолекулярних
сполук“

Укладачі: ІВАНОВ Сергій Віталійович
ТРАЧЕВСЬКИЙ Вячеслав Васильович
ТІТОВА Ольга Самійлівна
СТОЛЯРОВА Наталія Вікторівна
ЄФИМЕНКО Валерій Володимирович

Технічний редактор *А.І. Лавринович*
Коректор *Л.М. Романова*
Верстка *Л.А. Шевченко*

Підп. до друку 30.09.08. Формат 60x84/16. Папір офс.
Офс. друк. Ум. друк. арк. 3,02. Обл.-вид. арк. 3,25.
Тираж 100 пр. Замовлення № 173-1. Вид. № 39/ III.

Видавництво НАУ
03680. Київ-680, проспект Космонавта Комарова, 1.

Свідоцтво про внесення до Державного реєстру ДК № 977 від 05.07.2002