**«МОНОМЕРЛЕР ХИМИЯСЫ МЕН ТЕХНОЛОГИЯСЫНЫҢ НЕГІЗДЕРІ»**

**пәні бойынша зертханалық жұмыс № 1**

**СТИРОЛ 1.1 СТИРОЛДЫҢ ФИЗИКАЛЫҚ ЖӘНЕ ХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ**

* 1. **СТИРОЛДЫ ТАЗАЛАУ**

Полимеризациялаудан бұрын стиролды тазалау қажет, себебі онда мономерді сақтау кезінде полимеризациялану жүрмеу үшін қосылатын ингибиторлар (тұрақтандырғыштар) қоспа ретінде болады. Ингибиторлардан басқа қоспалар құрамында аз мөлшерде этилбензол, хлоридтер, су, күкірт, альдегидтер, сонымен қатар полимерлер болуы мүмкін.

Мономер стиролдағы қоспа одан алынатын полимердің сапасына айтарлықтай дәрежеде әсер етеді. Мысалы, этилбензолдың азғантай мөлшері полистиролдан булана отырып, жарықшақтану немесе күңгірттену туғызуы мүмкін. Этилбензолдың көп мөлшері полистиролдың молекулалық массасын төмендетеді. Мономерде еріген су полимерде лайлану туғызады және оның диэлектрлік қасиеттерін төмендетеді. Ауадағы оттек әсерінен стирол тотығып альдегид және асқын тотық түзуі мүмкін. Альдегидтер полистиролдың молекулалық массасын төмендетіп, диэлектрлік қасиеттерін нашарлатады. Асқын тотықтардың ыдырауы кезінде жоғары температурада газ тәрізді заттар түзіліп, ол блокты полистиролда көпіршіктер мен қуыстардың пайда болуына алып келеді. Күкірт алынған полимердің молекулалық массасы мен жарыққа төзімділігін төмендетеді. Ұзақ сақтау кезінде стиролда түзілетін полимердің аз мөлшері ттұтқырлықты жоғарылатады, бірақ кейінгі полимеризация процесіне кедергі келтірмейді. Стиролдағы полистирол тек мономерден сополимер алу кезінде зиянды әсерін тигізеді.

Мономер стиролды тазарту кезінде оған мыс немесе оның балқымаларының, қышқыл тамшылары, ауа және қыздыру (стиролда ингибиторлар болатын жағдайды ескермесек) әсерін тіптен жою керек.

Мономер вакуумдық айдау көмегімен тазартылады, өйткені стиролдың салыстырмалы жоғары қайнау температурасында (1450C), қалыпты қысымда айдау кезінде полимеризация жүреді. Айдау Кляйзен колбасында және құм моншасымен қыздыру жағдайында жүреді. Стиролдың айдау кезінде полимеризациялануын болдырмас үшін колбаға полимеризацияға кедергі келтіретін заттар салу керек (ингибиторлар). Көбінесе айдалатын мономердің массасынан 0,2 % жуық шамада гидрохинон, сонымен қатар алюминий ұнтағын, фенол және т.б.заттар енгізеді. Стиролдың және полимеризация мен тотығуға қарсы өте эффективті тұрақтандырғыш п-третбутилпирокатехин. Оның 0,001% стиролды ұзақ уақытқа сақтауға жеткілікті.

Вакуумдық айдау температурасы 1000C (қысым 50…100 мм сн. бғ.) жоғары болмау қажет.

Дистиллятты мұзбен немесе суық сумен 50C дейін салқындатылатын таза құрғақ ыдысқа жинайды. Айдау кезінде стиролдың тотығуын болдырмас үшін айдау колбасына капилляр арқылы азот жібереді. Айдау біркелкі және соққысыз жүру үшін айдау колбасына қыздырудан бұрын күйдірілмеген саз немесе басқа да қайнатқыштар (кипелка)салады.

Айдалып жатқан стиролды фракцияға бөліп жинайды. Бірқалыпты сирету жағдайында тұрақты қайнау температурасы жоқ немесе ылғал болғандықтан лайлы бірінші фракцияны алып тастайды. Бірқалыпты сирету жағдайында (44…460C, 40 мм сн. бғ. немесе 60...630C, 60 мм сн. бғ ) тұрақты қайнау температурасына ие екінші фракцияны таза стирол деп жинайды. Тұрақты қайнау температурасы жоқ, көбіне ингибитор болып табылатын үшінші фракцияны да алып тастайды. Алынған стиролдың тазалығына өткеннен кейін оны екінші фракциясы полимеризацияға қолданылады.

**1.2 СТИРОЛДЫҢ АНАЛИЗІ**

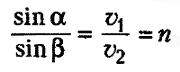
**1.2.1 СТИРОЛДЫ САПАЛЫҚ АНЫҚТАУ**

Стиролды сапалық анықтау фракциялық айдау, қайнау нүктесін анықтау немесе сыну көрсеткішін анықтау арқылы жүргізіледі.

**Сыну көрсеткішін анықтау**

Әртүрлі тығыздықты ортада жарықтың таралу жылдамдығы әртүрлі. Бір ортадан екінші ортаға өткендежарық өзінің бағытын өзгертеді, яғни сынады.

Жарықтың түсу бұрышы мен шағылу бұрышы келесі қатынаспен өрнектеледі:

,

мұндағы *v*1 және *v*2 – зерттелетін орта және ауадағы (немесе бос орта) жарықтың таралу жылдамдығы. Сыну көрсеткіші n20D деп белгіленеді. Жоғарғы индекс, анықтау жүргізілген температураны, ал төменгі индекс, анықтау натрий жарығы (натрий спектрі сызығының толқын ұзындығы 589,3 нм) жағдайында жүргізілгенін көрсетеді.

Сыну көрсеткішінің өлшемін рефрактометр деген құрылғы көмегімен анықтайды (сурет 2).

СУРЕТ

Сурет 2. УРЛ рефрактометрінің көрінісі:

1- корпус; 2 – окуляр; 3 – дисперсиялық компенсатор; 4 – жарықтандырғыш; 5 – термометр; 6 – жоғарғы призма; 7 - сөндіргіш

УРЛ рефрактометрі (сурет 2) құрылысы негізгі екі бөліктен тұрады: жоғарғы – корпус 1 және төменгі – табан. Корпусқа екі камера бекітіледі: төменгі және жоғарғы. Өлшегіш призма орнатылған төменгі камера корпусқа қатты бекітілген; жарықтандырғыш призма 6 орнатылған жоғарғы камера шарнир арқылы төменгімен байланыстырылып, оған қатысты бұрыла алады.

Төменгі және жоғарғы камераларда қақпақшамен жабылатын терезе бар. Төменгі камераның штуцерінде жылжымалы бекітілген жарықтандырғыш 4 жарығы камера терезелерінің біріне бағытталуы мүмкін. Әрбір камера термостаттаушы сұйықтықты (су) әкелу және шығаруға арналған екі штуцермен жабдықталған. Резина трубалардың көмегімен штуцер камера ішінде орналасқан каналдармен жалғанады.

Өлшенетін заттың температурасын бақылау үшін ілме гайкамен төменгі камераның штуцеріне термометр 5 бекітілген. Корпустың алдынғы қақпасынан рефрактометрдің шкаласы көрінеді.

Құрылғы осінде жарық көлеңкесінің шекарасын бақылауға арналған окуляр 2 және оны тормен қиылыстыруға арналған тұтқа; окулярдағы жарық көлеңкесі шекарасының боялуын жоюға арналған дисперсия лимбі 3; тұтқамен бірге шкала бойымен бұрыла алатын дәлдеу механизмі (корпустың ішінде орналасқан) бекітілген.

Төменгі призмаға сыналатын сұйықтың бірнеше тамшысын тамызады да, жоғарғы призма түсіріліп, бақылаушының көзіне сәйкес құрылғының окулярі ашықтыққа (ішке кіргізу және шығару арқылы) орнатылады. Жұмыстан жасардан бұрын екі призма спиртте, содан соң эфирде дымқылдатылған фланель шүберегімен сүртілуі қажет. Призмалар толығымен таза болуы қажет. Призмаларды қатты затпен сүртуге болмайды, себебі призмалардың шынысы тырналып қалуы мүмкін. Шыны бетінде май дақтарын қалдырмас үшін призмаларды қолмен ұстауға болмайды.

Құрылғы окулярында сыну көрсеткішінің шкаласы 1,200-ден 1,700 мәндері интервалында көрінеді. Құрылғының окуляр бекітілген тұтқасын шкала бойымен жоғары не төмен түсіруге болады. Бұл қара және жарық бөліктер шекарасының окуляр диаметрі бойымен орналасқан үш сызықшамен сәйкестендіріп окулярды бағыттау үшін арналған.

Егер шекаралық сызық көмескі және әр түрлі түске боялған күйде болса есептеулер жүргізілмейді. Құрылғы тұтқасындағы бұранда-компенсаторды айналдыру арқылы жарық және қара бөліктер шекарасын анық, түссіз және ашық сызылған күйге келтіруге болады.

Жұмыс алдында дистилденген судың сыну көрсеткіші (200C-та 1,3330 тең) арқылы құрылғының нольдік нүктесін анықтайды. Егер құрылғының нольдік нүктесі қате болса, құрылғының жоғарғы бөлігінде орналасқан люк арқылы қажетті шкала мәніне, сәйкес кілт көмегімен реттеуші бұранда бұралады. Құрылғы көрсеткішін тексеру үшін судан басқа, сыну көрсеткіші нақта анықталған сұйықтықтар қолданылуы мүмкін. Мысалы, төртхлорлы көміртектің сыну көрсеткіші n20D ═ 1,4607, хлороформ – 1,4490, ал бензол – 1,5011 тең.

Рефрактометрия сонымен қатар кейбір заттардың ерітінділерінің концентрациясын анықтауға пайдаланылады, егер ол заттың әрбір проценттегі ерітіндісінің сыну көрсеткіші белгілі болса. Осындай жолмен, берілген таблицаға сәйкес, осы уақыт моментінде стиролдың полистиролға айналу тереңдігін анықтайды.

Таблица 1

nD сыну көрсеткішінің стиролдың полистиролға айналу дәрежесіне тәуелділігі

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Стиролдың айналу дәрежесі, % | Сыну көрсеткіші | Стиролдың айналу дәрежесі, % | Сыну көрсеткіші | Стиролдың айналу дәрежесі, % | Сыну көрсеткіші |
| 0 | 1,5420 | 15 | 1,5495 | 29 | 1,5540 |
| 2 | 1,5429 | 16 | 1,5500 | 30 | 1,5543 |
| 3 | 1,5435 | 17 | 1,5504 | 31 | 1,5548 |
| 4 | 1,5441 | 18 | 1,5508 | 32 | 1,5552 |
| 5 | 1,5446 | 19 | 1,5511 | 33 | 1,5556 |
| 6 | 1,5451 | 20 | 1,5515 | 34 | 1,5563 |
| 7 | 1,5455 | 21 | 1,5518 | 35 | 1,5568 |
| 8 | 1,5461 | 22 | 1,5520 | 36 | 1,5574 |
| 9 | 1,5465 | 23 | 1,5523 | 37 | 1,5577 |
| 10 | 1,5468 | 24 | 1,5525 | 38 | 1,5581 |
| 11 | 1,5475 | 25 | 1,5528 | 39 | 1,5584 |
| 12 | 1,5482 | 26 | 1,5531 | 40 | 1,5589 |
| 13 | 1,5488 | 27 | 1,5534 |  |  |
| 14 | 1,5492 | 28 | 1,5537 |  |  |

**1.2.2 СТИРОЛДЫ ИДЕНТИФИКАЦИЯЛАУ**

Стиролды п-нитробензой қышқылына дейін тотықтырып және соңғыны п-аминобензой қышқылына дейін тотықсыздандыру арқылы идентификациялауға болады. П-аминобензой қышқылын β-нафтолмен диазоттау нәтижесінде ашық-қызғылт түсті бояғыш алуға болады.

Кері шарикті тоңазытқышпен жабдықталған дөңгелек түпті колбаға 0,1…0,2 г стирол салады, оған 5 мл концентрлі азот қышқылын құйып, 1сағат бойы қыздырады. Ерітіндіге 20 мл су құйып, оны құйғышқа көшіреді де, 10 мл-ден күкірт эфирімен үш рет экстрагирлейді. Экстракттарды қосып, екі-үш рет сумен жуады да, шайынды суды төгіп тастайды. Эфирлік сығындыны үш рет 5 мл-ден 5 %-дық NaOH ерітіндісімен өңдейді. Эфирлік қабаттарды алып тастап, сілтілік экстракттарды және шайынды суды қосып, концентрлі НСl- мен бейтараптандырады. Ерітіндіні су мошасыында қыздырады және 1 г гранулденген цинкті нитробензой қышқылын тотықсыздандыру үшін қосады. Цинк ерігеннен соң сұйықтық 20%-дық NaOH ерітіндісімен бейтараптандырылады, оның артық мөлшері цинк гидроксидін еріту үшін қосылады да, эфирмен экстрагирлейді. Эфирлік қабатты алып тастайды. Сілтілік ерітіндіні концентрлі НСl қышқылдандырып, бөлме температурасына дейін суытады және оған 1мл 0,5 н NaNO2 ерітіндісін құяды. Алынған қоспаны артық мөлшерде қаныққан β-нафтол ерітіндісінің 5%-дық NaOH-гі ерітіндісіне құяды. Ашық-қызғылт түстің пайда болуы, оған

20%-дық NaOH ерітіндісін қосқан сайын түстің күшейе түсуі, стиролдың бар екендігін көрсетеді.

**1.2.3. Стиролды сандық анықтау**

**Кауфман реактивімен стирол мөлшерін сандық анықтау**

Бұл әдіс стиролды бромдау реакциясына жұмсалған бром мөлшерін анықтауға негізделген. Реакция мынадай теңдеумен өрнектеледі:

C6H5CH=CH2 + Br2 → C6H5CHBr – CH2Br

**Кауфман реактивін дайындау**

Кауфман реактивін дайындау үшін алдын ала 1300C-та кептірілген 13…14 өлш. бр. калий бромидін алады да, оны айдалған метил спиртінің 100 өлш. бр. ерітеді. Ерітіндіні фильтрлеп, оның 1 л ерітіндісіне 5,1 мл бром қосып, 12…15 күнге қойып кеткен соң, оны титрге орнатады.

**Дайындалған ерітіндінің титрін анықтау**

20 мл бром ерітіндісіне бірнеше тамшы концентрлі тұз қышқылын және 20 мл 10%-дық калий йодын қосады. Қоспаны бірдей мөлшердегі сумен сұйылтып, бөлінген йодты 0,1н гипосульфитпен титрлейді. Кауфман реактиві титрінің өзгеруі тоқтағанда, оны анализ үшін қолданады.

**Анықтау жолы**

Көлемі 250мл жонылған қақпақты екі конустық колбаға аналитикалық таразыда 0,2 г стиролды өлшеп, бөреткадан 30…35 мл Кауфман реактивін құяды да, араластырып 5…10 мин қалдырып кетеді. Осыдан кейін әрбір колбаға өлшегіш цилиндрмен 10…15 мл 10%-дық калий йодын қосады, бірдей көлемдегі сумен сұйылтып араластырады. 10…15 мин өткен соң бөлінген йодты 0,1 н натрий гипосульфитімен титрлейді, индикатор ретінде бірнеше тамшы крахмал ерітіндісін тамызады. Осы жұмыспен қатарлас бақылау тәжірибесін жүргізеді (стирол өлшендісін қоспай).

Процентпен (х) стирол мөлшерін мына формуламен анықтайды:

, (1)

мұндағы а – бақылау сынамасына жұмсалған 0,1 н натрий гипосульфитінің мөлшері, мл; в – өлшендісі бар сынаманы титрлеуге кеткен 0,1 н натрий гипосульфитінің мөлшері, мл; k – 0,1 н натрий гипосульфитінің нормальдылық коэффициенті; g – стирол өлшендісі, г; 0,0052 – дәл 1 мл 0,1н натрий гипосульфитіне сәйкес келетін стирол мөлшері, г.

**Бромид – броматты әдіспен стирол мөлшерін анықтау**

Реактивтер. 1 л судағы құрамында 5,939 г KBr және 1,66 г KBrO3 бар бромид –броматты ерітінді; концентрлі тұз қышқылы (тығыздығы 1,19 г/см3); 10%-дық калий йодиді; 0,1 н натрий гипосульфиті; индикатор – крахмал ерітіндісі.

**Анықтау жолы**

Көлемі 250мл тығыз қақпақты екі конустық колбаға аналитикалық таразыда 0,1 г стиролды өлшейді. Әрбір өлшендіні 5 мл этил спирті – ректификатында ерітіп, оған пипеткамен 50 мл-ден бромид-бромат ерітіндісін құяды. Содан соң әрбір колбаға өлшегіш цилиндрмен 10 мл-ден концентрлі тұз қышқылын құйып, қақпақпен жылдам колбаны жауып араластырады да, 30 мин. қараңғы жерге қояды. Белгіленген уақыт өткен соң, жылдам әрбір колбаға өлшегіш цилиндрмен 10…15 мл 10%-дық калий йодының сулы ерітіндісін құйып, бөлінген йодты 0,1 н натрий гипосульфитімен титрлейді, индикатор ретінде бірнеше тамшы крахмал ерітіндісін тамызады. Осы жұмыспен қатарлас бақылау тәжірибесін жүргізеді (стирол өлшендісін қоспай). Стирол мөлшерін (1) формуламен анықтайды.

**СТИРОЛДАН КАТИОНДЫ ПОЛИМЕРЛЕНУ ӘДІСІМЕН ПОЛИСТИРОЛДЫ АЛУ.**

|  |  |
| --- | --- |
| **Реактивтер:** |  |
| Стирол (тазартылған)  Этанол  Хлороформ  Төртхлорлы қалайы | 3,5 мл  30 мл  18 мл  1,5 мл |
| **Қажетті құралдар:** |  |
| Үш түтікті колба  Электромеханикалық  араластырғыш  Пипетка 5 мл  Ризина сорғыш  Стакандар  Термометр  Шыны таяқша  Петри табақшасы | 1 дана  1 дана  2 дана  1 дана  2 дана  1 дана  1 дана  1 дана |

**Жұмыс істеу әдісі .**

Төртхлорлы титан ылғалдың әсерінен ыдырайды, сондықтан жұмысты істеу үшін құрғақ ыдыстар мен реактивтер қолдану қажет.

Араластырғыш пен термометрді үш түтікті колбаға орналастырып, колбаға 18 мл хлороформ құйып, сыртынан мұз салып, 00С-ке дейін суытамыз. Содан соң құрғақ пипеткамен 1,5 мл SnСl4 абайлап колбаға құямыз да, 20 минуттан кейін аз-аздан қажетті мөлшердегі стиролды құямыз. Реакция 00С-та жүргізіледі. Реакциялық қоспа полимерлеу кезінде жылынады және түсі өзгереді. Мономерді түгел құйғаннан кейін қоспаны 50-60 мин араластырып, содан соң этанолда полимерді тұндырып алып, Петри табақшасына салып кептіреміз. Келесі сабақта кепкен полимердің салмағын анықтаймыз.

**Алынған мәліметтерді өңдеу.**

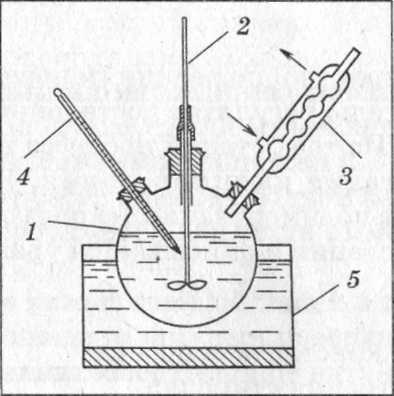
1.Стиролдың катионды полимерлену реакциясының теңдеуін жазу;

2. Полдимердің шығымын анықтау.

**СТИРОЛДАН ЭМУЛЬСИЯЛЫҚ ПОЛИМЕРЛЕНУ ӘДІСІМЕН**

**ПОЛИСТИРОЛДЫ АЛУ.**

**Құрал-жабдықтар:**  Полимерленуге арналған құрал, тамшы құйғышы, Бюхнер құйғышы, пипетка.

Эмульсиялық полимерленуге арналған құрал жылдам жұмыс істейтін араластырғышпен (2), кері тоңазытқышпен (3) жабдықталған үш- немесе төртмойынды колба (1), термометр (4). Колбаның төртінші тубусы реагенттерді енгізу және реакция барысында үлгі алу үшін арналған. Үшмойынды колбаны алғанда реагенттерді термометр орнатқан тубус арқылы енгізеді және үлгіні осы тұбыс арқылы алады. Ол үшін термометрді ұақытша шығарып алады, реагенттін қажетті мөлшерін қосқаннан немесе үлгіні алғаннан кейін қайтып термометрді тубусқа орнатады. Колба (1) терморегулятормен (контакты термометр) жабдықталған сулы моншаға (5) орнатады.

**Реактивтер:**

Стирол (жаңадан айдалған), сутегінің асқын тотығы (Н2О2, 35%-дық ерітінді); калий немесе аммоний персульфаты ((NH4)2S2O8, K2S2O8), сабын (Na олеинаты) , бромид-броматты ерітінді, калий йодиды (10%-дық ерітінді), натрий тиосульфаты (ерітінді конц. 0,1 моль/л), крахмал ерітіндісі, (индикатор; тұз қышқылы (НСІ, ρ=1,19г/см3); этанол; натрий хлориды (10% NaСІ)

**Жұмыс істеу әдісі**

Жұмысты жасау келесі сатылардан құрайды:

1) полимерлену реакциясын жүргізу;

2) реакциялық массадағы стиролдың мөлшерін анықтау;

3) нәтижелерді орындау және безендіру.

1. **Полимерлену реакциясын жүргізу**.

Суретке қарап эмульсиялық полимерленуге арналған реакциялық құрылғыны жинау қажет.

Колбаға (1) 70 мл (67 мл) дист. су құяды оған 1 г ұсақталған сабынды қосады. Сулы монша мен араластырғашты қосады және колбанын ішіндегі қоспаны 650С-дейн қыздырып толық ерігенше жылдам араластырады. Содан кейін термометр орнатылға тубус (егер үш мойынды колба қолданса) арқылы қоспаны жылдам араластырылған куйде тамшы воронкасымен 30г стиролды бір келкі эмульсия түзілгенше жылдам тамыздырады.

Стиролды толық құйып болғаннан кейін қоспаны тағы 10 минут араластырады, содан кейін колбаға пипетка арқылы инициатор құйылады. Инициатор ретінде 2 мл Н2О2 ерітіндісі немесе 0,5г калий немесе аммоний персульфатының 5 мл судағы ерітіндісі алынады. Инициатор қосылғаннан кейін температураны 80-900С жоғарлатып полимерлену үрдісін осы температурада 2,5-3 сағат бойы жүргізеді. Полимерлену барысында әр 30 минут сайын тубус арқылы градуирленген пипеткамен реакциялық массаның 3мл мөлшерін алып, оның құрамындағы полимерленбеген стиролдың мөлшерін анықтау қажет. Алынған әр үлгіні алдын ала техникалық таразыда 0,001г дәлдігіне дейін өлшенген колбаға салып аузын тығынмен жабады. Ерітіндінің түсі ақ-сарыға өзгеруі және үлгіге қышқыл құйғанда қабыршақтардың пайда болуы, полимерлену урдісі жүріп жатқанын айқындайды. (Осы анализ реакция барысын бақылауға және реакция жылдамдығын анықтауға мүмкіндік береді)

Реакция біткеннен кейін колбаның ішіндегі затты араластырып тұрған күйде салқындатамыз және тамшы воронка арқылы 100мл NaСІ ерітіндісін немесе 30 мл НСІ қосамыз, әлі де суспензия екі қабатқа бөлінгенше араластыруды жалғастырамыз. Егер суспензия екі қабатқа бөлінбесе үстінен тағы NaСІ немесе НСІ ерітіндісін полимер толығымен тұндырылғанша қосамыз.

Араластыруды тоқтатамыз, полистирол тұнбаға түсіп біраз уақыт тұрады, содан кейін сулы қабатты декантациялайды және тұнбаны 40-500С жылы сумен жуады. Жуылған полимер тұнбасын Бюхнер воронкасы арқылы фильтрде 3 рет жылы сумен жуылады және алдымен ауада фильтрмен бірге, содан кейін кептіргіш шкафта 50-600С кептіріледі. Құрғақ полимерді техникалық таразыда дәлдігі 0,01г дейін өлшейді.

1. **Стиролдын мөлшерін бромид-броматты әдісімен анықтау**

Алынған үлгілердегі полимерленбеген стиролдын мөлшерін **бромид-броматты** әдіспен анықтауға болады.

Алдын ала өлшенген қырылған тығыны бар колбадаға үлгіні 3 немесе 0,15мл) 5 мл этанолда ерітеді. Осы ерітіндіге 50мл бромид-броматты ерітіндіні пипеткамен құяды. (ЕРІТІНДІ ПИПЕТКАМЕН ТЕК ҚАНА ГРУША АРҚЫЛЫ АЛЫНАДЫ!). Содан кейін колбаға өлшеуіш цилиндр арқылы 10 мл НСІ құйылады, колбанын аузын тез жауып араластырады да шамамен 30 минутқа қалдырады. Осы уақыт өткен сон колбаға 10-15 мл КІ еретіндісі мен крахмал ерітіндісінің бір неше тамшысы тамызады және бөлінген йод натрий тиосульфатымен титрленеді. Осы әдістеме бойынша қатарынан үлгісі жоқ бақылау опыт қойылады.

Үлгідегі стиролдын мөлшерін келесі формула арқылы анықталады:

**Сстирол= [0.0052(v1-v2)’·K] / m,**

Сстирол – стиролдың мөлшері, масс.үлес.

v1 – бақылау үлгінің титрлеуіне кеткен натрий тиосульфатының мөлшері, мл.;

v2 - үлгінің титрлеуіне кеткен натрий тиосульфатының мөлшері, мл.;

К- натрий тиосульфаты ерітіндісінің молярлылық коэффициенті

0.0052 - концентрациясы 0,1моль/л натрий тиосульфатының 1 мл ерітіндісіне эквивалентті стиролдың массасы;

m - алынған үлгінің массасы.

**Есептеулер мен нәтижелерді безендіру:**

Алынған нәтижелер негізінде полистиролдың шығымы келесі формула арқылы есептеледі:

**η = mполистирол / mстирол**,

η-полистиролдың шығымы, бөл.бірлігі;

mполистирол – алынған полистирол массасы,

mстирол - полимерленуге алынған стирол массасы.

Стиролдың массасын тікелей өлшеу немесе алынған стиролдың көлемі және тығыздығы арқылы анықталады:

**mстирол = 0,905 · Vстирол,**

онда0,905- стиролдың 250С температурадағы тығыздығы, г/см3,

Vстирол – стиролдың көлемі.

Стиролдың полимерге айналу дәрежесінің мөлшерінің үрдіс уақытына тәуелділігі келесі формула арқылы есептеледі:

**Хс =[mстирол - Acтирол]/ mстирол,**

Хс – үлгіні алған уақыттағы стиролдың полистиролға айналу дәрежесі, бірлік мөлшері,

Acтирол -үлгіні алған уақыттағы реакциялық қоспадағы стиролдың мөлшері, г.

mстирол – полимерленуге алынған стиролдың мөлшері, г.

Әр үлгінің реакциялық қоспасындағы полимерленбеген стиролдың мөлшері келесі формула арқылы есептеледі:

**Acтирол  =[ v1-v2)·0.0052·K· mреакциялық қоспа] / m,**

онда

v1 - бақылау үлгінің титрлеуіне кеткен натрий тиосульфаты ерітіндісінің көлемі, мл

v2 - үлгініңтитрлеуіне кеткен натрий тиосульфаты ерітіндісінің көлемі, мл

К- натрий тиосульфатының ерітіндісінің молярлылық коэффициенті;

0.0052 - концентрациясы 0,1моль/л натрий тиосульфатының 1 мл ерітіндісіне эквивалентті стиролдың массасы;

m- алынған үлгінің массасы.

**mреакциялық қоспа** – анализдеуге алынған үлгідегі реакциялық қоспаның массасы.

Егер инициатор ретінде сутектін асқын тотығы (Н2О2) болса

mреакциялық қоспа  **=**103-3(n-1),

Аммоний немесе калий персульфаты болса mреакциялық қоспа  **=**106-3(n-1) г, онда

n - алынатын үлгінің реттік номері. Осы мәліметтер бойынша Х = *f* (t) графигін сызындар.

**Тапсырма:**

1. Стиролдың полимерлеу реакциясын жазындар.
2. Алынған реакциялық өнімдегі реакцияға түспеген стиролдын мөлшерін анықтандар.
3. Полистиролдың шығымын анықтандар.

**СТИРОЛДЫҢ МЕТИЛМЕТАКРИЛАТПЕН СОПОЛИМЕРІН СУСПЕНЗИЯЛЫҚ ӘДІСПЕН (ТҮЙІРШІКТІ) АЛУ**

**Жұмыстың мақсаты –** стирол мен метилметакрилаттың суспензиялық сополимерін алу.

**Бастапқы заттар**: 10 г жаңа айдалған стирол, 5,0 г жаңа айдалған метилметакрилат, 0,5 г бензоил пероксиді немесе азо изомай қышқылының динитрилы (ДАК), 0,5 г поливинил спирті, 70 мл дистильденген су.

**Құрал-жабдықтар мен ыдыстар**: түйіршікті полимерленуге арналған құрылғы, көлемі 50 мл және 2 л стакан, Бунзен колбасы мен Бюхнер құйғышы, термошкаф.

**Жұмыс істеу әдісі .**

Поливинил спиртінің (ПВС) үлгісін реакциялық сынауыққа салып, 70 мл дистилденген суда ерітеді. Әрі қарай, басқа ыдыста бензоил переоксидін (ДАК) мономер қоспасында ерітіп, толық еріген ерітіндіні 18-23°С температурасында салқындаған сынауықтағы поливинил спиртінің (ПВС) судағы ерітіндісіне құяды. Реакциялық қоспаға араластырғышты қосып, тоңазытқышқа суды жіберіп, сынауықты су моншасында 80°С-та қыздырады. Араластырғыш жылдамдығын сополимер жалпы масса түзбей бірнеше жеке түйіршіктерге бөлінетіндей есеппен реттейді. Реттелген тұрақты араластырғыш жылдамдығын сополимерлену процесі аяқталғанша бірқалыпты ұстау керек, яғни, реакция барысында жұмыс үзіліп, араластырғыш тоқтап қалмауы қажет. Ал су моншасындағы температураны 1 сағат бойында 80°С –та ұстайды. Әдетте, химиялық реакция 4-5 сағатта аяқталады.

Реакция аяқталуының нәтижесін сополимер түйіршігінің өзінің тығыздығының артуымен сынауық түбіне түсуінен байқауға болады. Сүзілген түйіршіктерді Бюхнер құйғышысында жылы сумен жуып, кептіріп, өлшеу керек.

**ТАПСЫРМА:**

1. Стирол мен метилметакрилат сполимерінің түзілу реакциясын жазындар.
2. Сополимер шығымын сополимерленуге алынған мономер массасына байланысты пайыз () түрінде есептеу.

**СТИРОЛДЫҢ МЕТИЛМЕТАКРИЛАТПЕН СУЛЫ ОРТАДАҒЫ СОПОЛИМЕРЛЕНУ РЕАКЦИЯСЫ**

**Жұмыстың мақсаты** – стирол мен метилметакрилаттың эмульсиялық сополимерін алу.

**Бастапқы заттар**: 15 г метилметакрилат, 15 г стирол, 0,75 г персульфат аммония немесе 10%-дық NaCl ерітіндісі.

**Құрал-жабдықтар мен ыдыстар**: кері тоңазытқыш, термометр және герметикалық түрде жабылған араластырғышпен жабдықталған көлемі 0,5 л болатын үш мойынды колба, су моншасы, Бюхнер воронкасы.

**Жұмыс істеу әдісі .**

Үш мойынды колбаға 100 мл дистилденген суда ерітілген аммоний персульфатын, метилметакрилат және стиролды құйып, араластырғышты қосып, тоңазытқышқа суды жіберіп, қоспаны су моншасында 80°С-та қыздырады. Біраз уақыттан кейін колбадағы қоспа ақ, сүт тәрізді түске ие болады. 4-5 сағат қыздырғаннан соң, колбаға 10-15 концентрлі тұз қышқылын қосып, араластыра отырып қыздыруды сополимердің толық коагуляциялануына дейін жалғастырады. Алынған ұнтақ тәрізді өнімді Бюхнер воронкасында сүзіп, бірнеше рет бейтарап орта пайда болғанша сумен жуады. Өнімді 40-50°С шамасында кептіріп, өлшейді. Сополимер шығымын алынған мономер қосындысының (жиынтығына) қатынасына байланысты анықтайды.

**ТАПСЫРМА:**

1. Стирол мен метилметакрилат сполимерінің түзілу реакциясын жазындар.
2. Сополимер шығымын сополимерленуге алынған мономер массасына байланысты пайыз () түрінде есептеу.

**ВИСКОЗИМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН ПОЛИМЕРДІҢ ПОЛИДИСПЕРСТІЛІГІН БАҒАЛАУ**

|  |  |
| --- | --- |
| **Керекті құралдар:** | 1. Вискозиметр   1. Секундомер 2. Резенкеден жасалған сорғыш 3. Пипетка мен өлшегіш цилиндр. 10 мл 4. Термостат 5. 50 мл жалпақ түпті колба |
| **Реактивтер:** | 1.Полистирол, полиметилметакрилат,  2.Толуол, этанол, ацетон, изопропанол. |

**Жұмыс істеу әдісі.**

Полистирол мен полиметилметакрилаттың полидисперстігін анықтау үшін, тұтқырлық әдіспен олардың орташа тұтқырлық молекулалық массасын нашар және жақсы ертінділерде анықтайды. Полистирол үшін, жақсы еріткіш ретінде толуолды, нашар еріткіш ретінде толуол 77% + этанолдың 23% көлемдік пайыз қоспасын, ал полиметилметакрилатқа ацетон 50% + изопропанол 50% көлемдік пайыз қоспасын нашар еріткіш ретінде, жақсы еріткіш- ацетонды қолданады.

Орташа тұтқырлық молекулалық массаны анықтау үшін концентрациясы 1 г/100 мл полистиролдың толуолдағы және толуол мен этанолдың қоспасындағы 30-40 мл ерітіндісі дайындалады. Полистиролдың толуолдағы молекулалық массасы анықталады. Ол үшін 5 мл полимердің ертіндісінің өту уақытын анықтағаннан соң, полимердің 5 мл ертіндісіне біртіндеп 1 мл , 2 мл және 2 мл толуолды құйып, өту уақыты анықталады. Сонан соң дәл солай толуол мен этанол қоспасындағы молекулалық массасы анықталады. Алынған мәндерден ηкелт. концентрацияға тәуелділік өрнегі тұрғызылады. Полиметилметакрилаттың орта тұтқырлық молекулалық массасы да осы әдіспен жақсы және нашар ертінділерде анықталады.

**Алынған мәндерді өндеу**

Келтірілген кестедегі тұрақтыларды қолданып, Марк-Кун-Хаувинг

**[η]= K Mα** тендеуін қолданып жақсы және нашар ертінділердегі полистирол мен полиметакрилаттың молекулалық массасы есептеледі.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **№** | **Полимер-еріткіш жүйесі** | **К 10-4** | **α** | **Т0С** |
| **1**  **2**  **3**  **4** | **Полистирол-толуол**  **Полистирол, толуол 77%+ этанол 23%**  **Полиметилметакрилат-ацетон**  **Полиметилметакрилат-ацетон 50%+ изопропанол 50%** | **1,18**  **9,20**  **0,71**  **5,92** | **0,72**  **0,50**  **0,72**  **0,50** | **250С**  **250С**  **250С**  **250С** |

Жақсы және нашар еріткіштегі молекулалық массалардың қатынасы полимердің полидиспертігінің өлшемі болып табылады.

Тапсырма:

1. ηкелт. - С тәуелділік графигін тұрғызу.
2. Берілген полимердің орташа тұтқырлық мол. массасын есептеу.
3. Полимердің полидисперстілік дәрежесін анықтау.

Отчеты по лабораторным занятиям должны включать следующие разделы:

* Цель задания.
* Теоретическая часть: лабораторные способы синтеза мономеров, описание существующих промышленных технологий синтеза мономера, их достоинства и недостатки.
* Описание технологической схемы получения конкретного мономера (по литературным данным).
* Физические и химические свойства мономера.
* Описание экспериментальной части.
* Выводы.

**«МОНОМЕРЛЕР ХИМИЯСЫ МЕН ТЕХНОЛОГИЯСЫНЫҢ НЕГІЗДЕРІ»**

**пәні бойынша зертханалық жұмыс № 2**

**МЕТАКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫ2.1 МЕТАКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ ХИМИЯЛЫҚ ЖӘНЕ ФИЗИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ**

**2.2. МЕТАКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫН ТАЗАЛАУ**

Метакрил қышқылын тура тоңазытқыш және дефлегматормен жабдықталған Кляйзен колбасында айдау арқылы тазалайды (сурет 1). Айдаудан бұрын колбаға 100 г метакрил қышқылына шаққанда 0,5 г мыс жоңқасын салады. Өнімді үш фракцияға бөледі. Қалыпты қысымда 1080C-қа дейін қайнаған бірінші фракцияны алып тастайды. 200 мм сн. бғ жоғары емес қалдық қысымда екінші фракция айдалады. Ал үшінші фракция 12 мм сн. бғ жоғары емес қалдық қысымда және 60...630C температурада жиналады. Үшінші фракция концентрациясы 98-100%-дық метакрил қышқылы болып табылады және оны таза өнім ретінде полимеризация үшін қолданады.

Екінші фракцияны қайта айдағанда белгілі бір мөлшерде тағы да таза өнім алуға болады.

**2.3. МЕТАКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ АНАЛИЗІ**

Метакрил қышқылын анализдеу жоғарыда сипатталған акрил қышқылын анализдеу әдісімен бірдей.

Көлемі 200…250мл тығыз қақпақты екі конустық колбаға дәлдігі 0,0001г аналитикалық таразыда 1 г метакрил қышқылын өлшеп, оған жылдам 15мл бейтараптандырылған этил спиртін құяды. Өлшенді ерігеннен соң, индикатор ретінде бірнеше тамшы фенолфталеин тамызып, қоспаны 0,5 н күйдіргіш калиймен әлсіз алқызыл түс бергенше титрлейді.

Процентпен (х) метакрил қышқылының мөлшерін мына формуламен анықтайды:

**,**

мұндағы а – титрлеуге жұмсалған 0,5 н күйдіргіш калий мөлшері, мл; k – 0,5 н күйдіргіш калийдің нормальдылықкоэффициенті; g – метакрил қышқылының өлшендісі, г; 0,043 – дәл 1 мл 0,5 н күйдіргіш калийге сәйкес келетін метакрил қышықылының мөлшері, г.

**2.4. Метакрил қышқылының метил эфирінің (метилметакрилаттың)**

Полимеризация үшін қолданылатын ММА тазалау қажет, себебі онда мономерді сақтау және тасымалдау кезінде полимеризациялану жүрмеу үшін қосылатын ингибиторлар (тұрақтандырғыштар) қоспа ретінде болады. Ингибитор ретінде негізінен гидрохинон, сонымен қатар фенол, пирогаллол, алюминий ұнтағы, мыс резинаты т.б. қолданылады.

Метилметакрилатты әдетте дефлегматормен жабдықталған Кляйзен колбасында (сурет 3) немесе Вюрц колбасында қалыпты қысымда айдау арқылы тазалайды. ММА-тың айдау кезінде полимеризациялануын болдырмас үшін колбаны қыздырардан бұрын айдалатын мономердің массасынан 0,2 %-ға жуық шамада гидрохинон салады.

СУРЕТ

Сурет 3. Метилметакрилатты тазалауға арналған қондырғы

Айдалып жатқан ММА фракция бойынша бөліп жинайды.980C-қа дейін қайнаған немесе ылғалдан лайланған бірінші фракцияны бөлек жинайды. 98…100,50C температура интервалындағы қайнайтын екінші фракцияны таза құрғақ қабылдағышқа жинайды. 100,50C-тан жоғары температурада қайнайтын үшінші фракция тұрақтандырғыштар болып табылады.

Бірінші және үшінші фракцияны алып тастайды, ал таза өнім болып табылатын екінші фракцияны анализдеп полимеризацияға қолданады.

**2.5. МЕТИЛМЕТАКРИЛАТТЫҢ АНАЛИЗІ**

**2.2.1. Метилметакрилаттағы бос метакрил қышқылының мөлшерін анықтау**

Көлемі 100…150мл жонылған қақпақты екі конустық колбаға 10 мл-ден бейтараптандырылған этил спиртін құйып, дәлдігі 0,01г аналитикалық таразыда өлшейді.

Сол қоспада 10 г метакрил қышқылының метил эфирін өлшеп, фенолфталеин қатысында 0,1 н күйдіргіш калиймен бастапқы мезетте жоғалмайтын қызғылт түске дейін титрлейді. Титрлеу кезінде колбаны қатты араластыру қажет емес.

Процентпен (х) метакрил қышқылының мөлшерін мына формуламен анықтайды:

,

мұндағы а – титрлеуге жұмсалған 0,1 н күйдіргіш калий мөлшері, мл; k – 0,1н күйдіргіш калийдің нормальдылықкоэффициенті; g – метакрил қышқылының өлшендісі, г; 0,086 – дәл 1 мл 0,1 н күйдіргіш калийге сәйкес келетін метакрил қышқылының мөлшері, г.

* + 1. **Метакрил қышқылының метил эфирінің (метилметакрилаттың) мөлшерін анықтау**

**Реактивтер:** Этил спирті (бейтараптандырылған), 0,1н күйдіргіш калий, фенолфталеин, 0,5 н күйдіргіш калийдің спирттік ерітіндісі, 0,5 н тұз қышқылы.

**Анықтау жолы**

Көлемі 250мл жонылған кері тоңазытқышпен жабдықталған екі конустық колбаны аналитикалық таразыда 1 г эфирді өлшейді. Оған 10…15мл бейтараптандырылған этил спиртін құяды және эфирдегі метакрил қышқылын фенолфталеин қатысында 0,1н күйдіргіш калиймен бастапқы мезетте жоғалмайтын ашық-қызғылт түс пайда болғанша бейтараптандырады. Содан соң әрбір колбаға бюреткадан 40 мл 0,5 н күйдіргіш калийдің спирттік ерітіндісін құйып, кері тоңазытқышпен жалғастырадыда қайнаған су банясында 3 сағат бойы қыздырады. Тоңазытқыштың жоғарғы бөлігін натрийлі әктаспен толтырылған түтікпен жабады. Осы жұмыспен қатарлас бақылау тәжірибесін жүргізеді. Колбаны қыздырып болған соң суытып, 0,5 н тұз қышқылымен титрлейді.

Процентпен (х) метакрил қышқылының метил эфирінің мөлшерін мына формуламен анықтайды:

,

мұндағы а – бақылау сынамасына жұмсалған 0,5 н тұз қышқылының мөлшері, мл; в – өлшендісі бар сынаманы титрлеуге кеткен 0,5 н тұз қышқылының мөлшері, мл; k – 0,5 н тұз қышқылының нормальдылық коэффициенті; g – эфир өлшендісі, г; 0,05 – дәл 1 мл 0,5 н күйдіргіш калийге сәйкес келетін метакрил қышқылының метил эфирінің мөлшері, г.

**2.2.3. Метилметакрилаттың тазалық дәрежесін анықтау**

Метакрил қышқылының метил эфирінің тазалық дәрежесі бромдау нәтижесінде мономерге қосылған бром мөлшерімен анықталады.

**Реактивтер:** Концентрациясы 50 %-дық сірке қышқылы; 0,1 н бромид –броматты ерітінді; тұз қышқылы (тығыздығы 1,19 г/см3); 10%-дық калий йодиді; 0,1 н натрий гипосульфиті; 2 %-дық крахмал ерітіндісі (индикатор).

**Анықтау жолы**

Аналитикалық таразыда2 г жуық затты бюкста өлшеп, оны 50 %-дық сірке қышқылының аз мөлшерінде ерітеді де, көлемі 100мл өлшеуіш колбаға құйғыш арқылы көшіреді. Бюкс пен құйғышты бірнеше рет қышқылмен шайып, шайынды сұйықтықты колбаға құяды. Қышқыл құю арқылы сұйықтық деңгейін белгіге дейін жеткізеді де, өлшеуіш колбаны тығыз қақпақпен жауып, қоспаны әбден араластырады.

Көлемі 500мл жонылған қақпақпен таза құрғақ екі конустық колбаға пипеткамен 50мл-ден бромид – броматты ерітіндісін және 10мл-ден дайындалған сірке қышқылындағы ММА ерітіндісін құяды. Оның үстінен өлшеуіш цилиндрмен жылдам 10мл-ден концентрлі тұз қышқылын қосады және қақпағын жауып 20 мин шашыранды күндізгі жарыққа қояды. Содан соң біржолы өлшеуіш цилиндрмен 10мл-ден 10%-дық калий йодидін құйып, колбаны шайқап, бөлінген йодты 0,1 н натрий гипосульфитімен титрлейді, индикатор ретінде бірнеше тамшы крахмал тамызады. Осы жұмыспен қатарлас бақылау тәжірибесін жүргізеді (өлшенді салмай).

Процентпен (х) қосылған бромның мөлшерін немесе бром санын мына формуламен анықтайды:

,

мұндағы а – бақылау сынамасына жұмсалған 0,1 н натрий гипосульфитінің мөлшері, мл; в – өлшендісі бар сынаманы титрлеуге кеткен 0,1 н натрий гипосульфитінің мөлшері, мл; k – 0,1 н натрий гипосульфитінің нормальдылықкоэффициенті; g – зат өлшендісі, г; 0,00799 – дәл 1 мл 0,1 н натрий гипосульфитіне сәйкес келетін бром мөлшері, г.

Процентпен (х1) ММА тазалық дәрежесін мына формуламен анықтайды:

х1,

мұндағы х1 – табылған бром саны; 159,8 – метилметакрилаттың теориялық бром саны.

* + 1. **Тұрақтандырғыш мөлшерін анықтау (гидрохинон)**

**Реактивтер:** 0,5н йод ерітіндісі, 5%-дық крахмал ерітіндісі, 0,1н натрий гипосульфиті.

**Анықтау жолы**

Бұл әдіс гидрохинон мен йодтың артық мөлшері әрекеттесіп, содан кейін реакцияға түспеген йод мөлшерін натрий гипосульфитімен титрлеу арқылы анықтауға негізделген. Құрамында 0,005 % гидрохинон бар ММА-ны анализдеу кезінде тығыздалған қақпақты конустық колбаға 100 г сыналатын затты салып, үстінен 100 мл дистилденген су, дәл 5 мл 0,5 н йод ерітіндісін және 5 мл 5 %-дық крахмал ерітіндісін құяды. Колбаны 1 мин бойы екпіндей шайқап, 0,1 н натрий гипосульфиті ерітіндісімен титрлейді. Осы жұмыспен қатарлас гидрохиноны жоқ ММА үлгісімен бақылау тәжірибесін жүргізеді.

Процентпен (х) гидрохинон мөлшерін мына формуламен анықтайды:

,

мұндағы а – бақылау сынамасына жұмсалған 0,1н натрий гипосульфитінің мөлшері, мл; в – өлшендісі бар сынаманы титрлеуге кеткен 0,1н натрий гипосульфитінің мөлшері, мл; k – 0,1н натрий гипосульфитінің нормальдылықкоэффициенті; g – ММА үлгісінің өлшендісі, г; 0,0055 – дәл 1мл 0,1н натрий гипосульфитіне сәйкес келетін гидрохинон мөлшері, г.

**ДИЛАТОМЕТРИЯЛЫҚ ӘДІСПЕН МЕТИЛМЕТАКРИЛАТТЫ радикалды полимерленуі**

**ВИСКОЗИМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН ПОЛИМЕТИЛМЕТАКРИЛАТТЫҢ ПОЛИДИСПЕРСТІЛІГІН БАҒАЛАУ**

|  |  |
| --- | --- |
| **Керекті құралдар:** | 1. Вискозиметр   1. Секундомер 2. Резенкеден жасалған сорғыш 3. Пипетка мен өлшегіш цилиндр. 10 мл 4. Термостат 5. 50 мл жалпақ түпті колба |
| **Реактивтер:** | 1.Полиметилметакрилат,  2.Толуол, этанол, ацетон, изопропанол. |

**Жұмыс істеу әдісі.**

Полиметилметакрилаттың полидисперстігін анықтау үшін, тұтқырлық әдіспен олардың орташа тұтқырлық молекулалық массасын нашар және жақсы ертінділерде анықтайды. Полиметилметакрилатқа ацетон 50% + изопропанол 50% көлемдік пайыз қоспасын нашар еріткіш ретінде, жақсы еріткіш- ацетонды қолданады.

Орташа тұтқырлық молекулалық массаны анықтау үшін концентрациясы 1 г/100 мл полистиролдың толуолдағы және толуол мен этанолдың қоспасындағы 30-40 мл ерітіндісі дайындалады. Полистиролдың толуолдағы молекулалық массасы анықталады. Ол үшін 5 мл полимердің ертіндісінің өту уақытын анықтағаннан соң, полимердің 5 мл ертіндісіне біртіндеп 1 мл , 2 мл және 2 мл толуолды құйып, өту уақыты анықталады. Сонан соң дәл солай толуол мен этанол қоспасындағы молекулалық массасы анықталады. Алынған мәндерден ηкелт. концентрацияға тәуелділік өрнегі тұрғызылады. Полиметилметакрилаттың орта тұтқырлық молекулалық массасы да осы әдіспен жақсы және нашар ертінділерде анықталады.

**Алынған мәндерді өндеу**

Келтірілген кестедегі тұрақтыларды қолданып, Марк-Кун-Хаувинг

**[η]= K Mα** тендеуін қолданып жақсы және нашар ертінділердегі полистирол мен полиметакрилаттың молекулалық массасы есептеледі.

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **№** | **Полимер-еріткіш жүйесі** | **К 10-4** | **α** | **Т0С** |
| **1**  **2**  **3**  **4** | **Полистирол-толуол**  **Полистирол, толуол 77%+ этанол 23%**  **Полиметилметакрилат-ацетон**  **Полиметилметакрилат-ацетон 50%+ изопропанол 50%** | **1,18**  **9,20**  **0,71**  **5,92** | **0,72**  **0,50**  **0,72**  **0,50** | **250С**  **250С**  **250С**  **250С** |

Жақсы және нашар еріткіштегі молекулалық массалардың қатынасы полимердің полидиспертігінің өлшемі болып табылады.

Тапсырма:

1. ηкелт. - С тәуелділік графигін тұрғызу.
2. Берілген полимердің орташа тұтқырлық мол. массасын есептеу.
3. Полимердің полидисперстілік дәрежесін анықтау.

**МЕТИЛМЕТАКРИЛАТТЫҢ СТИРОЛМЕН СОПОЛИМЕРІН СУСПЕНЗИЯЛЫҚ ӘДІСПЕН (ТҮЙІРШІКТІ) АЛУ**

**Жұмыстың мақсаты –** стирол мен метилметакрилаттың суспензиялық сополимерін алу.

**Бастапқы заттар**: 10 г жаңа айдалған стирол, 5,0 г жаңа айдалған метилметакрилат, 0,5 г бензоил пероксиді немесе азо изомай қышқылының динитрилы (ДАК), 0,5 г поливинил спирті, 70 мл дистильденген су.

**Құрал-жабдықтар мен ыдыстар**: түйіршікті полимерленуге арналған құрылғы, көлемі 50 мл және 2 л стакан, Бунзен колбасы мен Бюхнер құйғышы, термошкаф.

**Жұмыс істеу әдісі .**

Поливинил спиртінің (ПВС) үлгісін реакциялық сынауыққа салып, 70 мл дистилденген суда ерітеді. Әрі қарай, басқа ыдыста бензоил переоксидін (ДАК) мономер қоспасында ерітіп, толық еріген ерітіндіні 18-23°С температурасында салқындаған сынауықтағы поливинил спиртінің (ПВС) судағы ерітіндісіне құяды. Реакциялық қоспаға араластырғышты қосып, тоңазытқышқа суды жіберіп, сынауықты су моншасында 80°С-та қыздырады. Араластырғыш жылдамдығын сополимер жалпы масса түзбей бірнеше жеке түйіршіктерге бөлінетіндей есеппен реттейді. Реттелген тұрақты араластырғыш жылдамдығын сополимерлену процесі аяқталғанша бірқалыпты ұстау керек, яғни, реакция барысында жұмыс үзіліп, араластырғыш тоқтап қалмауы қажет. Ал су моншасындағы температураны 1 сағат бойында 80°С –та ұстайды. Әдетте, химиялық реакция 4-5 сағатта аяқталады.

Реакция аяқталуының нәтижесін сополимер түйіршігінің өзінің тығыздығының артуымен сынауық түбіне түсуінен байқауға болады. Сүзілген түйіршіктерді Бюхнер құйғышысында жылы сумен жуып, кептіріп, өлшеу керек.

**ТАПСЫРМА:**

1. Метилметакрилат пен стирол сополимерінің түзілу реакциясын жазындар.
2. Сополимер шығымын сополимерленуге алынған мономер массасына байланысты пайыз () түрінде есептеу.

**МЕТИЛМЕТАКРИЛАТТЫҢ СТИРОЛМЕН СУЛЫ ОРТАДАҒЫ СОПОЛИМЕРЛЕНУ РЕАКЦИЯСЫ**

**Жұмыстың мақсаты** – стирол мен метилметакрилаттың эмульсиялық сополимерін алу.

**Бастапқы заттар**: 15 г метилметакрилат, 15 г стирол, 0,75 г персульфат аммония немесе 10%-дық NaCl ерітіндісі.

**Құрал-жабдықтар мен ыдыстар**: кері тоңазытқыш, термометр және герметикалық түрде жабылған араластырғышпен жабдықталған көлемі 0,5 л болатын үш мойынды колба, су моншасы, Бюхнер воронкасы.

**Жұмыс істеу әдісі .**

Үш мойынды колбаға 100 мл дистилденген суда ерітілген аммоний персульфатын, метилметакрилат және стиролды құйып, араластырғышты қосып, тоңазытқышқа суды жіберіп, қоспаны су моншасында 80°С-та қыздырады. Біраз уақыттан кейін колбадағы қоспа ақ, сүт тәрізді түске ие болады. 4-5 сағат қыздырғаннан соң, колбаға 10-15 концентрлі тұз қышқылын қосып, араластыра отырып қыздыруды сополимердің толық коагуляциялануына дейін жалғастырады. Алынған ұнтақ тәрізді өнімді Бюхнер воронкасында сүзіп, бірнеше рет бейтарап орта пайда болғанша сумен жуады. Өнімді 40-50°С шамасында кептіріп, өлшейді. Сополимер шығымын алынған мономер қосындысының (жиынтығына) қатынасына байланысты анықтайды.

**ТАПСЫРМА:**

1. Метилметакрилат пен стирол сполимерінің түзілу реакциясын жазындар.
2. Сополимер шығымын сополимерленуге алынған мономер массасына байланысты пайыз () түрінде есептеу.

Отчеты по лабораторным занятиям должны включать следующие разделы:

* Цель задания.
* Теоретическая часть: лабораторные способы синтеза мономеров, описание существующих промышленных технологий синтеза мономера, их достоинства и недостатки.
* Описание технологической схемы получения конкретного мономера (по литературным данным).
* Физические и химические свойства мономера.
* Описание экспериментальной части.
* Выводы.

**«МОНОМЕРЛЕР ХИМИЯСЫ МЕН ТЕХНОЛОГИЯСЫНЫҢ НЕГІЗДЕРІ»**

**пәні бойынша зертханалық жұмыс № 3**

**АКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫ 3.1 МЕТАКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ ХИМИЯЛЫҚ ЖӘНЕ ФИЗИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ**

**3.1. Акрил қышқылын тазалау**

Акрил қышқылы Кляйзен колбасында, тұрақтандырғыш ретінде айдалатын заттың мөлшерінен 5 % гидрохинон қатысында вакуумдық айдаумен тазаланады (сурет 1).

Таза акрил қышқылының қайнау температурасы қысымға тәуелді:

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Р, мм сн. бғ. | 760 | 753 | 249 | 50 | 30 | 15 | 14 | 12 | 7,7 |
| Тқай, 0C | 141 | 140 | 100 | 71 | 70 | 48,5 | 42 | 39,5…40,2 | 20 |

* 1. **Акрил қышқылын анализдеу**

Көлемі 200…250мл тығыз қақпақты екі конустық колбаға дәлдігі 0,0001г аналитикалық таразыда 1 г акрил қышқылын өлшеп, оған жылдам 15мл бейтараптандырылған этил спиртін құяды. Өлшенді ерігеннен соң, индикатор ретінде бірнеше тамшы фенолфталеин тамызып, қоспаны 0,5 н күйдіргіш калиймен әлсіз алқызыл түс бергенше титрлейді. Процентпен (х) акрил қышқылының мөлшерін мына формуламен анықтайды:

,

мұндағы а – титрлеуге жұмсалған 0,5 н сілтінің мөлшері, мл; k – 0,5 н сілтінің нормальдылықкоэффициенті; g – акрил қышқылының өлшендісі, г; 0,036 – дәл 1 мл 0,5 н сілтіге сәйкес келетін акрил қышықылының мөлшері, г.

**3.1. Бутилметакрилатты тазалау**

Техникалық метакрил қышқылының бутил эфирін 450…500 г мөлшерінде биіктігі 0,5 м шыршалы дефлегматор, тура тоңазытқыш, термометр және қабылдағышпен жабдықталған дөңгелек түпті колбаға салады. Сонымен қатар колбаға айдау кезінде көмір қышқыл газын немесе азотты жіберіп тұру үшін қалың қабырғалы капилляр орнатады. Инертті газ сақтандырғыш және кептіру үшін ішінде концентрлі күкірт қышқылы бар сіңіргіш шыны сауыттар (Вульф немесе Тищенко) арқылы өтуі керек.

Бастапқыда 300-400 мм сн. бғ. қысымда 900C дейін қайнайтын фракцияны айдайды. Содан кейін 29 мм сн. бғ. қысымда, қайнау температурасы 40…530C фракцияны және 12...13 мм сн. бғ. қысымда, қайнау температурасы 52…540C фракцияны жинайды (қондырғы 3 суретте).

Екінші (негізгі) фракцияның шығымы – 131,5 г, ол теориялық шығымның 23 %-ы.

Айдалған метакрил қышқылының бутил эфирін парафинге батырылған тығыз қақпағы бар қоңыр шыны сауытта салқын жерде сақтайды. Полимеризациядан сақтану үшін эфирге гидрохинонның бірнеше кристалдарын салады.

**3.2. Бутилметакрилат анализі**

Бутилметакрилатты анализдеу әдісі ММА анализдеу әдісімен ұқсас және қарапайым эфирлік топты (шаю) және қосарланған байланысты (бромдау) анықтау реакцияларына негізделген.

Зат өлшендісін күйдіргіш калийдің спирттік ерітіндісімен шаю арқылы сыналатын өнімдегі метакрил қышқылының бутил эфирінің мөлшерін анықтау мына формуламен жүзеге асады:

,

мұндағы а – бақылау сынамасына жұмсалған 0,5 н тұз қышқылының мөлшері, мл; в – өлшендісі бар сынаманы титрлеуге кеткен 0,5 н тұз қышқылының мөлшері, мл; k – 0,5 н тұз қышқылының нормальдылық коэффициенті; g – бутилметакрилат өлшендісі, г; 0,071 – дәл 1 мл 0,5 н күйдіргіш калийге сәйкес келетін бутилметакрилат мөлшері, г.

Бутилметакрилаттың тазалық дәрежесін және бром санын анықтау формулалары метилметакрилатікімен бірдей.

**БУТИЛМЕТАКРИЛАТТЫҢ ДИНИТРИЛ АЗО-БИС-ИЗОМАЙ ҚЫШҚЫЛЫ ДАК ҚАТЫСЫНДА МАССАДА ПОЛИМЕРЛЕНУ РЕАКЦИЯСЫНЫҢ ИНИЦИАТОР БОЙЫНША РЕТІН АНЫҚТАУ**

Реактивтер: ДАК - инициатор

БМА, ММА- мономері

Құралдар мен жабдықтар: дилатометр (3 дана), секундомер,

50-мл-лік колба (3 дана),

10- мл-лік пипетка (3 дана),

капиллярлы сүзгіш (3 дана)

**Жұмысты жүргізу әдісі**

ДАК-тың концентрациясы 0,005 г/мл 30 мл көлемінде мономердің (БМА немесе ММА) ерітіндісін дайындайды. Термостаттың температурасын 60°С келтіреді. Капиллярлы сүзгіштердің көмегімен дилатометрге (менискісін шариктен кішкене көтеріліп тұратындай етіп) ерітінді құяды. Дилатометрді ұзын шыны түтікшенің көмегімен 2-5 минут аргон газымен үрлеп, тығынын жауып, шкаланы бекітіп, берілген температурада термостатқа орналастырады. Одан әрі 50 мин. бойы әpбip 3 мин. сайын менискі өзгерісін жазады. Осындай өлшеулерді ДАК-тың концентрациясы 0,004 және 0,003 г/мл БМА немесе ММА ерітінділерімен де жүргізеді. Концентрациясы көрсетілген ерітінділерді дайындау үшін тәжірибенің басында дайындалған ДАК-тың концентрациясы 0,005 г/мл БМА немесе ММА ерітіндісін пайдаланады.

**Алынған мәндерді өңдеу**

Жұмыстың негізгі мақсаты реакцияның инициатор бойынша  
ретін анықтау. Ол үшін lgV және lg [J] координаталарында реакция  
жылдамдығының инициатор концентрациясына тәуелділігінің графигін тұрғызу керек.

V = K[M][J]1/2 (1)

Мұндағы: V - полимерлену жылдамдығы,

[J] - инициатор концентрациясы.

Полимерлену жылдамдығы дилатометрия әдісі бойынша келесі теңдеумен өрнектеледі:

Vп=ΔV//V/σMΔt (2)

мұндағы: Δt - кезекті өлшеулер аралығындағы уақыт, сек;

ΔV - Δt уақыт аралығындағы реакциялық қоспаның көлем өзгерісі, мл;

ΔV/ *=* π r2 Δh(3)

Δh – менискінің бастапқы деңгейден өзгеру аралығы, см;

σ=1/ρm- 1/ρп

мұндағы: ρm = 0,895 г/см3;

ρп = 1,055 г/см3;

r - дилатометрдің түтікшесінің радиусы см;

V/ - реакциялық қоспаның көлемі, мл;

М - мономердің молекулалық массасы.

Реакция жылдамдығының орташа мәнін әрбір инициатордың концентрациясында тауып, (1) теңдеу бойынша радикалдың полимерлену жылдамдық константасы (К) табылады. Содан кейін lgVп = f(lg [J]) тәуелділігімен алынған түзу сызықтың көлбеу бұрышының тангенсі осы реакцияның инициатор бойынша ретін береді.

**Тапсырма**

**1.** Радикалдық полимерлену реакциясының инициатор бойынша ретін анықтау.

Отчеты по лабораторным занятиям должны включать следующие разделы:

* Цель задания.
* Теоретическая часть: лабораторные способы синтеза мономеров, описание существующих промышленных технологий синтеза мономера, их достоинства и недостатки.
* Описание технологической схемы получения конкретного мономера (по литературным данным).
* Физические и химические свойства мономера.
* Описание экспериментальной части.
* Выводы.

**«МОНОМЕРЛЕР ХИМИЯСЫ МЕН ТЕХНОЛОГИЯСЫНЫҢ НЕГІЗДЕРІ»**

**пәні бойынша зертханалық жұмыс № 4**

**ФЕНОЛ**

* 1. **ФЕНОЛДЫ ТАЗАЛАУ ЖӘНЕ ПОЛИМЕР АЛУҒА ДАЙЫНДАУ**

Ауадағы оттек пен жарық әсерінен фенол химиялық өзгеріске ұшырап, ашық-қызғылттан қарақошқыл түске дейін түсін өзгертеді. Лабораториялық мақсатта фенол мен резорцинді түссіз кристалл күйінде, ал крезол мен ксиленолдарды түссіз сұйықтық күйінде пайдаланған жөн.

Фенолды қоспалардан атмосфералық қысымда айдаумен, ал төмен қысымда су банясымен айдау арқылы тазалауға болады. Айдауды төмендәнекерленген бұрып жіберетін түтікшесі бар Вюрц колбасы және ауа тоңазытқышы көмегімен тартқыш шкаф астында жүргізеді. Айдалған фенолды тығыздалған қақпағы бар, қоңыр шыныдан жасалған ыдыста сақтайды. Үлкен жүктеу жағдайында кристаллдық фенолды бу немесе су банясында балқытып, сұйық күйінде реакциялық колбада өлшеген жөн.

Өлшеуді ыңғайландыру үшінкристалды фенолды сумен араластырады. Таза қатты 94 өлш. бр. фенолды 6 өлш. бр. сумен араластыруға болады. Фенол полимерлерін синтездеуде фенолды ерітінді күйінде пайдалану уақытты үнемдейді және ыңғайсыздық тудыратын қайта-қайта балқып кету сияқты мәселелер болмайды. Жүктеуді есептеген кезде су мөлшерін ескеру қажет; 100 г суландырылған фенолда 1 моль таза зат бар.

* 1. **Фенолмен жұмыс жасау кезіндегі қауіпсіздік шаралары**

Фенол уытты. Теріні күйдіреді. Теріге көп уақыт әсер етсе, фенолдың тіпті сұйылтылған ерітіндісі жазылмайтын жарақат тудырады. Ауадағы рұқсат етілген шекті концентрациясы 0,005 мг/л. Сол себепті фенолды ұсақтағанда тартқыш шкаф астында және қолғаппен жұмыс жасау керек. Фенол теріге тисе оны спиртпен дымқылдатылған тампонмен мұқият жуу қажет.

**1.3. Фенол анализі**

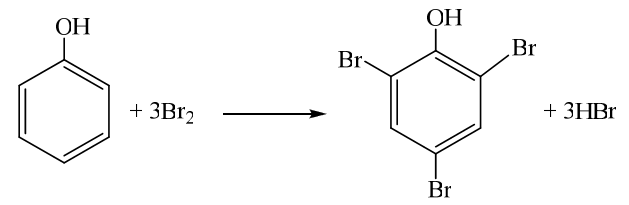
**1.3.1. Фенолға сапалық реакциялар**

Фенолға сапалық реакциялар мынадай:

* хлорлы темір ерітіндісімен – күлгін түс береді, қышқылдандыру кезінде түс жоғалады;
* бром суымен әсер еткенде – ақ түсті үшбромфенол тұнбаға түседі;
* аммиак ерітіндісіндегі натрий гипохлоритімен әсер еткенде – көк түс, береді, тұз қышқылымен қышқылдандыру кезінде ашық–қызыл түске ауысады.

**1.3.2. Коппешаар әдісі бойынша сандық анықтау**

Бұл әдіс фенол сақинасындағы гидроксил тобына қатысты орто– және пара– жағдайда орналасқан сутектерді бром орын алмастырып, үшбромфенол түзілуіне негізделген**.** Бромдаушы реагент ретінде қышқылдандырғанда бром бөлінетін калийдің бромид–бромат ерітіндісі қолданылады:

****

Бос бромның артық мөлшерінде реакция көбірек ұсталса, гидроксил тобындағы сутек атомын бром орын алмастырып, үшбромфенолбромиді түзіледі.

РЕАКЦИЯ

Реакциялық қоспаға калий йоды ерітіндісін қосса, бос бром және гидроксил тобындағы сутек атомын орын алмастырған бром калий йодымен әрекеттесіп, эквивалентті мөлшерде йодты бөліп шығарады.

РЕАКЦИЯ

Бөлінген йодты 0,1 н натрий тиосульфаты ерітіндісімен титрлейді:

РЕАКЦИЯ

**Анықтау жолы**

0,1 н калийдің бромид–бромат ерітіндісін дайындау үшін 1 л дистилденген суда 10,0 г KBr және 2,8 г KBrO3 (екі тұздың квалификациясы х. т. ) ерітеді.

Дәлдігі 0,0002 г-мен өлшенген 1 г фенолды көлемі 50 мл стаканда дистилденген судың аз мөлшерінде ерітеді. Ерітіндіні көлемі 500мл өлшеуіш колбаға көшіріп, дистилденген сумен белгіге дейін толтырады. Әбден араластырғаннан соң пипеткамен 10 мл ерітіндіні алып, көлемі 250 мл жонылған қақпақты конустық колбаға құйып, оған 50 мл 0,1 н калийдің бромид–бромат ерітіндісін және 5 мл концентрлі тұз қышқылын қосады. Колбаны қақпақпен жауып, екпіндей 1 мин бойы араластырады. Содан соң 10мл 10%-дық КІ (тұз қышқылы мен КІ ерітіндісін цилиндрмен енгізеді) ерітіндісін құйып, бірнеше минуттан соң бөлінген йодты 0,1 н Na2S2O3 ерітіндісімен 5…6 тамшы крахмал қатысында титрлейді.

Анализ үшін екі сынама алады. Осы жұмыспен қатарлас бақылау тәжірибесін колбаға сыналатын ерітіндінің орнына 10 мл дистилденген су құя отырып жүргізеді.

Процентпен (х) фенолдың мөлшерін мына формуламен анықтайды:

,

мұндағы V1 – бақылау сынамасына жұмсалған 0,1 н Na2S2O3 ерітіндісінің мөлшері, мл; V2 – жұмыстық сынаманы титрлеуге кеткен 0,1 н Na2S2O3 ерітіндісінің мөлшері, мл; F – 0,1 н Na2S2O3 ерітіндісінің түзету коэффициенті; g – фенол өлшендісі, г; 0,001567 – дәл 1 мл 0,1 н Na2S2O3 ерітіндісіне сәйкес келетін фенол мөлшері, г.

*Ескерту:* бұл әдіс құрамында бромдалуға қабілетті қоспалары жоқ фенол анализіне қолдануға негізделген.

**1.3.3. Фенолдың балқу температурасын анықтау**

Феолдың тазалығын анықтау үшін оның балқу ттемпературасын анықтау жеткілікті. Фенолдың балқу температурасын шыны капиллярда анықтайды. Таза фенолдың балқу температурасы 400C аспайды.

**ФЕНОЛ МЕН ФОРМАЛЬДЕГИТТІ СІЛТІЛІК ОРТАДА ПОЛИКОНДЕНСАЦИЯЛАУ**

**(резол шәйірін алу)**

|  |  |
| --- | --- |
| **Реактивтер:** |  |
| фенол  формалин (40% ерітіндісі)  аммиак (25% ерітіндісі)  немесе NaOH, Ва(ОH)2 |  |
| **Қажетті құралдар:** |  |
| Сынауық (пробирка)  Кері тоңазытқыш  Су қыздырғыш  Петри табақшасы | 1 дана  1 дана  1дана  1дана |

Реакция жүргізілетін сынауыққа фенол мен формалин ерітіндісін құйып араластырады, фенол еріген соң катализаторды қосады. Реакциялық қоспаны біртіндеп су қыздырғышта 90-95 0С қыздырып, реакцияны керек уақытына дейін жүргізеді. Реакция біткен кезде, сұйық екі қабатқа бөлінеді. Реакция біткеннен кейін реакциялық массаны петри табақшасына құяды, суытқан соң май қабатының үстіндегі сұйықты төгіп, полимерді сумен нейтралдық ортаға дейін жуып, нейтралданғанын лакмус қағазымен тексеру қажет.

Полимер кепкен сайын мөлдірлене бастайды. Полимердің сызықты құрылымын анықтау үшін әр түрлі (ацетон, спирт-бензол қоспасы, бензол) еріткіштерде ерігіштігін анықтайды.

Кептірілген полимерді кептіргіш шкафта, біртіндеп 60-120 0С толық қатқанша қыздырады, яғни резитке айналдырады.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| N | Фенол, моль | Формальдегид, моль | Катализатор, %фенол бойынша | | | Қыздыру уақыты, мин |
| NН3 | NаОН | Ва(ОН)2 |
| 1 | 1 | 1,16 | 1,5 | - | - | 30-45 |
| 2 | 1 | 1,25 | 1,5 | - | - | 30-45 |
| 3 | 1 | 1,2 | - | 1,0 | - | 100 |
| 4 | 1 | 1,25 | - | - | 1,5 | 40-60 |

Тапсырма:

1. түзілген полимердің резол мен резиттің алыну реакцияларының теңдеулерін жазу.
2. 1 және 2-ші сатыдағы алынған полимердің ерігіштігін анықтау.

**ФЕНОЛ МЕН ФОРМАЛЬДЕГИДТІ ҚЫШҚЫЛДЫҚ ОРТАДА ПОЛИКОНДЕНСАЦИЯЛАУ**

**(НОВАЛАК ШӘЙІРІН АЛУ)**

|  |  |
| --- | --- |
| **Реактивтер:** |  |
| фенол  формалин (40% ерітіндісі)  тұз қышқылы (ρ=1,19г/см3) |  |
| **Қажетті құралдар:** |  |
| Сынауық (пробирка)  Кері тоңазытқыш  Су қыздырғыш  Петри табақшасы | 1 дана  1 дана  1дана  1дана |

Реакция жүргізілетін сынауыққа фенол мен формалин ерітіндісін құйып араластырады, фенол еріген соң катализаторды қосады. Реакциялық қоспаны біртіндеп су қыздырғышта 90-95 0С қыздырып, реакцияны керек уақытына дейін жүргізеді. Реакция біткен кезде, сұйық екі қабатқа бөлінеді. Реакция біткеннен кейін реакциялық массаны петри табақшасына құяды, суытқан соң май қабатының үстіндегі сұйықты төгіп, полимерді сумен нейтралдық ортаға дейін жуып, нейтралданғанын лакмус қағазымен тексеру қажет.

Полимер кепкен сайын мөлдірлене бастайды. Полимердің сызықты құрылымын анықтау үшін әр түрлі (ацетон, спирт-бензол қоспасы, бензол) еріткіштерде ерігіштігін анықтайды.

Кептірілген полимерді кептіргіш шкафта, біртіндеп 60-120 0С толық қатқанша қыздырады, яғни резитке айналдырады.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| N | Фенол, моль | Формальдегид, моль | Катализатор, %фенол бойынша | | Қыздыру уақыты, мин |
| НCl | Н2SO4 |
| 1 | 1,12 | 1 | 1,0 | - | 40-60 |
| 2 | 1,14 | 1 | - | 0,3 | 40-60 |
| 3 | 1,16 | 1 | 1,5 | - | 40-60 |
| 4 | 1,18 | 1 | - | 0,3 | 40-60 |
| 5 | 1,2 | 1 | 1,0 | - | 40-60 |
| 6 | 1,42 | 1 | 1,0 | - | 40-60 |

Тапсырма:

1. Конденсация реакциясының бастапқы және соңғы өнімдерін (резол және резиттерді) алу реакцияларының теңдеулерін жазу.
2. 1 және 2-ші сатыдағы алынған полимердің ерігіштігін анықтау.

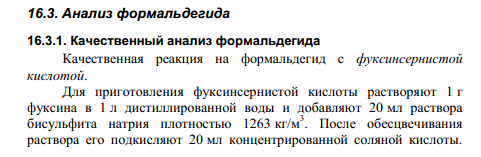
Отчеты по лабораторным занятиям должны включать следующие разделы:

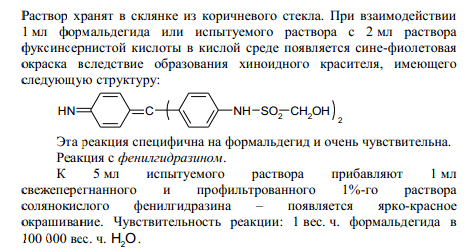
* Цель задания.
* Теоретическая часть: лабораторные способы синтеза мономеров, описание существующих промышленных технологий синтеза мономера, их достоинства и недостатки.
* Описание технологической схемы получения конкретного мономера (по литературным данным).
* Физические и химические свойства мономера.
* Описание экспериментальной части.
* Выводы.

**«МОНОМЕРЛЕР ХИМИЯСЫ МЕН ТЕХНОЛОГИЯСЫНЫҢ НЕГІЗДЕРІ»**

**пәні бойынша зертханалық жұмыс № 5**

**ФОРМАЛЬДЕГИД**







**ФЕНОЛ МЕН ФОРМАЛЬДЕГИТТІ СІЛТІЛІК ОРТАДА ПОЛИКОНДЕНСАЦИЯЛАУ**

**(резол шәйірін алу)**

|  |  |
| --- | --- |
| **Реактивтер:** |  |
| фенол  формалин (40% ерітіндісі)  аммиак (25% ерітіндісі)  немесе NaOH, Ва(ОH)2 |  |
| **Қажетті құралдар:** |  |
| Сынауық (пробирка)  Кері тоңазытқыш  Су қыздырғыш  Петри табақшасы | 1 дана  1 дана  1дана  1дана |

Реакция жүргізілетін сынауыққа фенол мен формалин ерітіндісін құйып араластырады, фенол еріген соң катализаторды қосады. Реакциялық қоспаны біртіндеп су қыздырғышта 90-95 0С қыздырып, реакцияны керек уақытына дейін жүргізеді. Реакция біткен кезде, сұйық екі қабатқа бөлінеді. Реакция біткеннен кейін реакциялық массаны петри табақшасына құяды, суытқан соң май қабатының үстіндегі сұйықты төгіп, полимерді сумен нейтралдық ортаға дейін жуып, нейтралданғанын лакмус қағазымен тексеру қажет.

Полимер кепкен сайын мөлдірлене бастайды. Полимердің сызықты құрылымын анықтау үшін әр түрлі (ацетон, спирт-бензол қоспасы, бензол) еріткіштерде ерігіштігін анықтайды.

Кептірілген полимерді кептіргіш шкафта, біртіндеп 60-120 0С толық қатқанша қыздырады, яғни резитке айналдырады.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| N | Фенол, моль | Формальдегид, моль | Катализатор, %фенол бойынша | | | Қыздыру уақыты, мин |
| NН3 | NаОН | Ва(ОН)2 |
| 1 | 1 | 1,16 | 1,5 | - | - | 30-45 |
| 2 | 1 | 1,25 | 1,5 | - | - | 30-45 |
| 3 | 1 | 1,2 | - | 1,0 | - | 100 |
| 4 | 1 | 1,25 | - | - | 1,5 | 40-60 |

Тапсырма:

1. түзілген полимердің резол мен резиттің алыну реакцияларының теңдеулерін жазу.
2. 1 және 2-ші сатыдағы алынған полимердің ерігіштігін анықтау.

**ФЕНОЛ МЕН ФОРМАЛЬДЕГИДТІ ҚЫШҚЫЛДЫҚ ОРТАДА ПОЛИКОНДЕНСАЦИЯЛАУ**

**(НОВАЛАК ШӘЙІРІН АЛУ)**

|  |  |
| --- | --- |
| **Реактивтер:** |  |
| фенол  формалин (40% ерітіндісі)  тұз қышқылы (ρ=1,19г/см3) |  |
| **Қажетті құралдар:** |  |
| Сынауық (пробирка)  Кері тоңазытқыш  Су қыздырғыш  Петри табақшасы | 1 дана  1 дана  1дана  1дана |

Реакция жүргізілетін сынауыққа фенол мен формалин ерітіндісін құйып араластырады, фенол еріген соң катализаторды қосады. Реакциялық қоспаны біртіндеп су қыздырғышта 90-95 0С қыздырып, реакцияны керек уақытына дейін жүргізеді. Реакция біткен кезде, сұйық екі қабатқа бөлінеді. Реакция біткеннен кейін реакциялық массаны петри табақшасына құяды, суытқан соң май қабатының үстіндегі сұйықты төгіп, полимерді сумен нейтралдық ортаға дейін жуып, нейтралданғанын лакмус қағазымен тексеру қажет.

Полимер кепкен сайын мөлдірлене бастайды. Полимердің сызықты құрылымын анықтау үшін әр түрлі (ацетон, спирт-бензол қоспасы, бензол) еріткіштерде ерігіштігін анықтайды.

Кептірілген полимерді кептіргіш шкафта, біртіндеп 60-120 0С толық қатқанша қыздырады, яғни резитке айналдырады.

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| N | Фенол, моль | Формальдегид, моль | Катализатор, %фенол бойынша | | Қыздыру уақыты, мин |
| НCl | Н2SO4 |
| 1 | 1,12 | 1 | 1,0 | - | 40-60 |
| 2 | 1,14 | 1 | - | 0,3 | 40-60 |
| 3 | 1,16 | 1 | 1,5 | - | 40-60 |
| 4 | 1,18 | 1 | - | 0,3 | 40-60 |
| 5 | 1,2 | 1 | 1,0 | - | 40-60 |
| 6 | 1,42 | 1 | 1,0 | - | 40-60 |

Тапсырма:

1. Конденсация реакциясының бастапқы және соңғы өнімдерін (резол және резиттерді) алу реакцияларының теңдеулерін жазу.
2. 1 және 2-ші сатыдағы алынған полимердің ерігіштігін анықтау.

**АНИЛИН-ФОРМАЛЬДЕГИДТІ ПОЛИМЕРЛЕРДІҢ СИНТЕЗІ**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Реактивтер:** | Анилин | 5,7 г |
|  | Формалин (37 % ерітіндісі) | 5,6 г |
|  | Сірке қышқылы (80%) | 1 мл |
|  | Этил спирті | 10 мл |

**Қажетті құралдар:**

|  |  |
| --- | --- |
| Жалпақ түпті колба | 1 дана |
| Резеңке тығын | 1 дана |
| Өлшеуіш цилиндр | 1 дана |
| Фарфор табақша | 1 дана |

**Жұмыс істеу әдісі**

Анилин мен формальдегидтің көрсетілген мөлшерін көрсетілген кең мойынды шыны ыдысқа (100 мл) салып, тығынмен жауып, 1-2 сағат бөлме температурасында үздіксіз шайқайды. Осы кезде сұйық қоспа аморфты ақ ұнтаққа айналады, ұнтақты фарфор табақшаға ауыстырып, декантация әдісімен бірнеше рет сумен, спиртпен жуады.

Ұнтақты сүзіп алып, тағы да фарфор табақшаға ауыстырып, ылғал ұнтаққа 1 мл сірке қышқылын қосып, табақшаны асбест торында біртіндеп 130-140 0С қыздырады. Реакция экзотермиялық, көбіктеніп кетуі мүмкін. 10-20 минут қыздырғаннан кейін қоспа балқып сары, сонан соң, алқызыл түске боялады. Балқығаннан соң мөлдір полимер алынады, бірақ қаттылығы әлі де төмен. Қаттылығын көбейту үшін полимерді осы температурада әлі де 2-3 сағат қыздырып, әрбір жарты сағат сайын сынама алып, қатырып, қаттылығын тексереді. Сынамалардың балқу темпертураларын анықтайды. Сонан соң белгілі бір қаттылығын алған соң полимерді қаңылтырға құйып қатырады.

**ЖҰМЫС ӨТЕ ҚАУІПТІ!**

Ауа сорғыш кебеженің астында жүргізу керек!

**Тапсырма:**

1. Мүмкін реакцияның теңдеуін жаз;
2. Полимер шығымын анықтау;
3. Полимердің ерігіштігі мен жұмсару температурасын анықтау;
4. Балқу температурасын 4 сынама бойынша анықтау. Сынамаларды қатаю уақыты бойынша алып тұру қажет;
5. Балқу температурасының қыздыру уақыты бойынша тәуелділік графигін тұрғызу.

**ПОЛИВИНИЛФОРМАЛЬДЫ АЛУ ЖӘНЕ ҚҰРАМЫНДАҒЫ АЦЕТАЛЬДЫ ТОПТАРДЫҢ МӨЛШЕРІН АНЫҚТАУ**

**ЖҰМЫСТЫҢ МАҚСАТЫ –** спирттік ортада поливинилспирттің полимераналогтық айналуы арқылы поливинилформальды алу.

**БАСТАПҚЫ ЗАТТАР:** 10 г поливинил спирті, 45 г этил спирті, 4,1 г формальдегид, 0,15 г күкірт қышқылы (ρ=1,84 см3), 10%-дық барий хлориді.

**ҚҰРАЛ-ЖАБДЫҚТАР МЕН ЫДЫСТАР**: көлемі 250 мл болатын үш мойынды колба, кері тоңазытқыш, 50 см3 стакан, Бюхнер құйғышы, Бунзен колбасы, Петри табақшасы.

**ЖҰМЫСТЫ ОРЫНДАУ ӘДІСТЕМЕСІ**

**Поливинилформальдың алынуы**

Реакциялық колбаға этил спиртін, формалинді (формалин мөлшері 4,1 г формальдегид құрамына сәйкес келу керек) және катализатор ретінде – күкірт қышқылы салынады. Қоспаны араластыра отырып, поливинил спиртін қосады. Пайда болған суспензияны 5 минут бойында араластырып, 70-75°С шамасында су моншасында біртіндеп қыздырады. Дәл осы жағдайда ацетальдауды түссіз ерітінді түзілгенше жүргізеді. Суытылған ерітіндіден поливинилформальды сумен араластыра отырып, тұнбаға түсіреді де, түзілген тұнбаны құрамынан SO42--ионы жойылғанша жуады (SO42—ионын BaCl2-ерітіндісімен анықтау). Алынған полимерді ауада, одан кейін вакуумдық шкафта 50-55°С кептіреді.

**Поливинилформальдың құрамындағы ацетальды топтардың мөлшерін анықтау әдісі**

0,0002 г дейінгі дәлдікпен өлшенген 1,5-2,0г ұнтақталған және кептірілген поливинилформальдың үлгісін колбаға салып, 50 мл спирт құяды. Кері тоңазытқыш қосылған колбаны су моншасында қоспа ерігенге дейін немесе полимердің қатты ісінуіне дейін қыздырады. Қоспадағы спирт пен судың оңтайлы қатынасын тәжірибелік жолмен алады. Содан кейін 25 мл тұз гидроксиламинның тұз қышқылды ерітіндісін және араластырғышты іске қосып, тоңазытқышқа су жіберіліп, 80°С-тағы су моншасында қыздырады. Температураны 1 сағат бойында ұстау қажет. Поливинил спиртінің тұнбасын еріту үшін тоңазытқыштың жоғары жағынан колбаға 100 мл су қосады. Колбадағы қоспаны араластырып, поливинил спиртінің толық еріп кетуіне дейін 10-15мин аралығында қыздырады. Ерітіндіні суытып, 0,5н сілті ерітіндісімен бромфенол көгінің 4-5 тамшысы қатысында сары түстен сұр түске өзгергенше титрлейді. Паралелді түрде бақылау тәжірибесін қояды.

Екі үлгіні талдау керек. Алынған нәтижелердің орташа мәнін алады. Алдын-ала поливинилформальдың қышқылдық санын анықтап, сәйкесінше түзетулер енгізеді.

Ацетальды топтардың құрамын [O-CHR-O] X (%) келесі формула бойынша есептейді:

**Х = [(V2-V1)·F·K·100] / g,**

Винилацетальді топтардың мөлшерің (%) келесі формула арқылы есептеледі:

**Х = [(V2-V1- V3)·F·K´·100] / g,**

онда

V1 - бақылау үлгінің титрлеуіне жұмсалған 0.5н NaOH ерітіндісінің көлемі, мл;

V2 – полимер үлгісінің титрлеуіне жұмсалған 0.5н NaOH ерітіндісінің көлемі, мл;

V3 – ацетальдың қышқылдығына түзету: V3 =g·KЧ/28;

F - 0.5н NaOH ерітіндісінің түзеті коэффициенті;

g – ацеталь үлгісінің салмағы, г;

K және K´ - 0.5н NaOH ерітіндісінің 1 мл сәйкес ацетальды және винилацетальдің мөлшері, г;

**К=0,5М/1000 (0,023); K´ =0,5М´/1000 (0,050),**

онда М және М´- ацетальды және винилацетальді топтардың молекулалық массалары

**Тапсырма:**

1. Поливинилформальдың грамға есептегендегі шығымын және теориялық мәнге байланысты проценттік шығымын есептеңіз.

2. Ацетальды топтардың құрамын анықтаңыз.

3. Поливинилформальдың мольдік және массалық құрамын есептеңіз.

Отчеты по лабораторным занятиям должны включать следующие разделы:

* Цель задания.
* Теоретическая часть: лабораторные способы синтеза мономеров, описание существующих промышленных технологий синтеза мономера, их достоинства и недостатки.
* Описание технологической схемы получения конкретного мономера (по литературным данным).
* Физические и химические свойства мономера.
* Описание экспериментальной части.
* Выводы.