**№ 1 (2) жұмыс**

**Метилметакрилатты (ММА) (1) немесе (стиролды) (2) массада радикалды полимерледің кинетикасын азо-бисс-изомай қышқылының (ДАҚ) қатысында дилатометрлік әдіспен зерттеу**

**Реактивтер:**

(ММА) немесе стирол (ингибиторлардан тазартылған)- 10мл.

ДАҚ – ММА немесе стирол 0,5 – 1 % салмақтық мөлшерінде

Этанол 25мл.

**Қажетті құралдар:**

Термостат 1 дана

Секундомер 1 дана

Дилатометр шкаласымен 1 дана

Тығыны бар өлшеуіш цилиндр 1 дана

Капилярлы сүзгіш 1 дана

Стакан 1 дана

Шыны таяқша 1 дана

Петри табақшасы 1 дана

Аргон газы

**Жұмыс істеу тәртібі:**

Монемердің 10 мл көлемінде ДАК ерітіндісін дайындайды. Термостаттың температурасын 600С-қа келтіреді. Капиллярлы варонканың көмегімен дилатометрге (минискісін шариктен кішкене көтеріліп тұратындай етіп) ерітінді құяды. Дилатометрдің ішіндегі ерітіндіні ұзын шыны түтікшенің көмегімен 2-5 минут аргон газымен үрлеп, тығынмен жауып, шкаланы бекітіп, берілген температурада термостатқа орналастырып, 5 минут өткен соң шкала бойынша дилатометрдің деңгейін өлшейді. Келесі өлшемдерді әрбір 5 мин. сайын ММА-қа, ал стиролға әр 10 минут сайын 40-60 мин. бойы минискі өзгерісін жазады.

**Алынған мәндерді өңдеу.**

1. Мономердің ДАҚ-тың қатысындағы радикалды полимерлену реакциясын жазыңыз.
2. Мономердің ДАҚ қатысындағы радикалды (полимерлену) түрлендіру дәрежесін уақытқа тәуелділік графигін тұрғызыңыз. Дилатометрлік әдістің негізінде полимерлену кезіндегі реакциялық ортаның көлемінің уақытқа байланысты өзгеруі жатады. Полимерлер түзілгенде олардың тығыздығы өсіп, соның әсерінен реакциялық ортаның көлемі азаяды.

Түрлену дәрежесін (U%)төмендегі теңдецуден табады:

**U%=(ΔV/(V●К))●100%**

V-монемердің бастапқы көлемі;

ΔV=πr2h-көлемнің өзгеруі;

r-дилатометрдің түтікшесінің радиусы (см);

h-деңгейдің түтікше шкаласы бойынша өзгеруі (см).

К = - контракция коэффициенті

 - мономерлердің меншікті көлемі

 - полимерлердің меншікті көлемі

ММА үшін, мономердің (ρм=0,937 г/см3), полимердің (ρп=1,19 г/см3) тығыздығы; БМА үшін, мономердің (ρм=0,895 г/см3), полимердің (ρп=1,055 г/см3) тығыздығы; стирол үшін, мономердің (ρм=0,906 г/см3), полимердің (ρп=1,07 г/см3) тығыздығы;

1. Бірнеше (кезінде үш) өлшемдер үшін полимерлеу жылдамдығының орташа мәнін табу. Полимерлеу реакциясының жылдамдығын төменгі өрнекпен табуға болады:

**V=ΔV/VδmΔţ .**

Мұндағы:

ΔV-реакциялық ортаның көлемінің уақытқа байланысты өзгеруі ;

Δţ-көлемді өзгертуге кеткен уақыт;

V-мономердің бастапқы көлемі;

δ=1/ρм-1/ρп

мұндағы: м- мономердің молекулалық массасы.

**Полимердің молекулалық массасын тұтқырлық әдісімен анықтау.**

Тұтқырлық әдіспен анықталған полимердің молекулалық массасы орташа тұтқырлық молекулалық масса (Мп)деп аталады. Полимердің сипаттамалы тұтқырлығының молекулалық массасымен байланыстылығыМарк-Кун-Хаувинктің теңдеуімен өрнектеледі**:[η]=К●Мα.** Мұндағы К және α параметрлері еріткіштің сапасына және макромолекуланың конформациясына тәуелді болады. Көбінесе α-константасы 0,5 пен 0,8 аралығында жатады. Тұтқырлық полимерлердің молекулалық массасын анықтаудың абсолютті әдісі емес. К мен α-ны анықтау үшін, басқа да дәлірек, атап айтқанда седиментация, сәуле шашырату т. б. әдістер қолданылады.

Полимерлердің орта салмақтық (Мw) және орта сандық (Мn) молекулалық массаларының қатынастары (Мw/Мn) олардың полидисперстілігін көрсетеді. Полимердің тұтқырлығын анықтау үшін, еріткіш (τ0) пен полимер ерітіндісінің (τ) капиллярлы вискозиметр түтікшесінен өту уақыттарын белгілі бір температурада анықтайды.

**Салыстырмалы тұтқырлық** - ерітіндінің капиллиярлы вискозиметр түтікшесінен өту уақытының, еріткіштің өту уақытының (бірдей жағдайда өлшенген) мәндерінің қатынасына тең болады:

ηсал=τ/τ0

**Меншікті тұтқырлық** ерітінді мен еріткіштің тұтқырлықтарының айырмасының еріткіш айырмасының еріткіш тұтқырлығына қатынасын көрсетеді:

η**мен=(τ─τ0)/τ0=ηсал -1**

**Келтірілген тұтқырлық** деп, полимердің меншікті тұтқырлығының оның концентрациясына байланыстылығын айтады.

**ηкелт  = ηмен/С = (ηсал – 1)/С**

**Өзіндік (сипаттамалы) тұтқырлық [η]** деп, полимер ерітіндісінің концентрациясы нольге ұмтылған кезде, келтірілген тұтқырлықтың ηмен/С мәнін айтады.

Өзіндік тұтқырлықтың мәні графиктен (өрнектеп) полимердің концентрациясы нольге ұмтылған кездегі ηмен/С мәнін экстрополяциялау арқылы табады. Демек,

**(ηмен/С)с→0=[η]**

Ерітіндінің концентрациясы 100 г еріткіште еріген полимер мөлшерінде көрсетіледі. Тұтқырлықты анықтау үшін вискозиметрлер қолданылады, белгілі (тұрақты) температурада полимердің әр түрлі концентрациясы мен еріткіштің вискозиметрдің дөңгелек көлемінен өту уақытын анықтайды есептелу арқылы ηсал, η**мен, ηмен/С** мәндерін тауып, **ηмен/С** қатынасының концентрацияға (С) байланысты өрнегін тұрғызып, С нольге ұмтылғандағы түзу сызықты экстрополяциялау арқылы **[η]** мәнін қойып, 2-кестеде келтірілген К мен α-ның мәндерін қойып, полимердің молекулалық массасын анықтайды.

**Қажетті құралдар:**

Термостат 1дана

В искозиметр 1 дана

Секундомер 1 дана

Ризинадан жасалған сорғыш 1 дана

Жалпақ түпті колба, көлемі 50 мл 1 дана

**Реактивтер** Полимердің ерітіндісі 30-40 мл C=1г /100мл

Еріткіш 50 мл

**Жұмысты істеу тәртібі:**

**Тұтқырлықты Убеллоде вискозиметрінде өлшеу тәсілі**

Убеллоде вискозиметрі

1. резервуар

2,3,6-тутіктер

4- өлшеуіш шарик

5- капилляр

А,Б- белгілер .

Еріткіштің ағып шығу (біту) уақытын анықтау үшін құрғақ вискозиметрге 2 түтікше арқылы (суретті қара) 5 мл еріткіш құяды, вискозиметрді термостатқа вертикал орналастырып, температураны 0,01 0С дәлдікті сақтай отырып 10-15 минут термостациялайды. Шыны түтікшені резеңке түтікше арқылы қысқышпен жауып тастайды. Сонан соң 3 түтікшеге жалғанған «резеңке алмұрттың пайдаланып, еріткішті 5 капилляр арқылы 4 өлшеуіш шарикке сорып алады. Содан кейін еріткішті өлшеуіш 4 шариктен І резервуарға айдайды. Операцияны 2-3 рет қайталайды да 5 капилляр мен 4 өлшеуіш шарикті жаңадан толтырады. 6 түтікшеден қыстырғышты алып тастайды да, еріткіштің өлшеуіш шариктің жоғарғы А белгісінен төменгі Б белгісіне ағып шығу уақытын секундомермен анықтап алады. Ағып шығу уақытын кем дегенде үш рет анықтайды, орта мәнін алады. Уақыт аралығындағы айырма 0,2 секундтан аспауы керек. Еріткіштің ағып шығу уақыты ~100 с болуы керек.

Еріткіштің ағып шығу уақытын анықтау керек, анықтағаннан соң вискозиметрді термостаттан шығарады, еріткішті төгіп тастайды, «резеңке алмұрттыңң көмегімен капиллар арқылы таза еріткішпен (бензол) шаяды да ауасын су сырғымалы насос арқылы сорып алып, кептіреді.

Құрғақ вискозиметрге 2 түтікше арқылы 5 мл полимердің 1 пайыздық ерітіндісін құяды (ерітіндіні даярлағанда қайта тұндырылған және тұрақты массаға дейін кептірілген полимерді пайдаланады), вискозиметрді термостатқа бекітеді де термостатталғаннан кейін ерітіндінің ағып шығу уақытын анықтайды (алдыңғыдай, кем дегенде 3 рет). Алдын ала 5 капилляр мен 4 өлшеуіш шарикті бірінші рет ерітіндімен жуады. Содан соң визкозиметрге бірінен соң бір 1,2,2 мл еріткіш құяды, әрбір сұйылтудан кейін ерітіндінің ағып шығу уақытын анықтайды.

Өлшеулер біткен соң ерітіндіні вискозиметрден төгіп тастайды, бірнеше рет еріткішпен шаяды. Еріткіштің ағып шығу уақытының орташа мәні 0,2-0,3 с дәлдікпен қайталанатындай болуы қажет.

Әр полимердің өлшеу нәтижелерін мынадай кестеге жазады:

1-кесте

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Ерітіндінің концентрациясы, г/дл | τ-ерітіндінің ағып шығу уақыты, сек | η=τ/τ0 | ηмен=τ-τ0/τ0 | ηкел=η/с | С |
|  |  |  |  |  | |

**Алынған мәндерді өңдеу:**

1. Вискозиметрлік әдістердің мәндеріне байланысты, Марк-Кун-Хаувинк теңдеуі мен 2-ші кестедегі мәндерін қолданып, полимердің молекулалық массасын табыңыздар.

2-кесте

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| полимер | Еріткіш | Т0С | К⋅104 | α |
| полиметилметакрилат | бензол  ацетон  хлороформ  толуол | 25  25  25  25 | 0,468  0,575  0,49  0,71 | 0,77  0,70  0,82  0,73 |
| полибутилметакрилат | ацетон  хлороформ | 25  25 | 1,84  0,437 | 0,62  0,8 |
| полистирол | бензол  бензол  толуол | 20  25  25 | 1,23  1,06  1,70 | 0,72  0,74  0,69 |

**№ 3 Жұмыс**

**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.

**№ 4 жұмыс**

**Полиамфолиттің (желатин) изоэлектрлі нүктесін анықтау**

**Керекті құралдар:** Универсалды иономер

Вискозиметр 1 дана

Секундомер 1 дана

Ризина грушасы 1 дана

Өлшегіш цилиндр 20 мл,50 мл 2 дана

Стакан 2 дана

**Реактивтер:** Желатина

NaOH 0,02 н судағы ерітіндісі

HCl 0,03 н судағы ерітіндісі

## Жұмыс істеу әдісі

Желатинаны қышқылмен және сілтімен титрлеген кезде ерітіндінің тұтқырлығының өзгеруі бойынша оның изоэлектрлік нүктесі анықталады. Желатинаны 400С температурада суда ерітіп, 1℅-тік 50 мл ерітіндісі дайындалады. Осы дайындалған ерітіндінің 20 мл стаканға құйып алып, 0,03 н HCl ерітіндісімен титрлей отырып, ерітіндінің рН тарын және тұтқырлығын өлшейміз. Ерітіндінің рН тары 4,75; 4,5; 4,25; 4,0; 3,5; 3,0; 2,5; 2,0. Титрлеу біткен соң электродты дистилденген сумен жуып, фильтр қағазымен құрғаты, желатина ерітіндісінің екінші жартысын 20 мл ерітіндіні ΝaOH судағы ерітіндісімен титрленеді. NaOН ерітіндісімен титрлеп әрбір рН мәніне келтірген сайын рН-ын және тұтқырлығын өлшеп отырамыз. Тұтқырлық бастапқы ерітінді және рН: 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 нүктелеріндегі ерітінділер үшін анықталады. Алынған мәліметтер мына кестеге жазылады.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| РН | Ерітіндінің өту уақыты /сек/ | ηс═t/t0 | ηм═(t-t0)/t0 |

# Алынған мәндерді өңдеу

**Е**рітіндінің меншікті тұтқырлығының рН байланыстылығының қисығы тұрғызылады. Желатинаның изоэлектрлік нүктесі анықталады.

**Тапсырма:**

1. Ерітіндінің рН-ына полимерлі амфотерлі электролит ерітіндісінің тұтқырлығының тәуелділігін түсіндіріңіз .
2. Полиамфолиттің изоэлектрлік нүктесіне анықтама беріңіз.

**№ 5 жұмыс**

**Полиамфолиттің (желатин) изоионды нүктесін анықтау**

**Керекті құралдар:** Универсалды иономер

Өлшегіш цилиндр 1 дана

Стакан 50 мл 6 дана

**Реактивтер:** Желатина

HCІ судағы 0,01 н ерітіндісі.

**Жұмыс істеу әдісі**

рН – тары 6,5; 6,0; 5,5; 5,0; 4,5; 4,0 болатын алты ерітінді дайындалады. Ол үшін, әрбір стаканға 20 мл дистилденген су құйып, әрқайсысын жеке-жеке HCІ-дың 0,01 н ерітіндісін қосу арқылы қажетті рН-қа келтіп рН-ді өлшейміз.Сонан соң осы ерітінділерден 1%-тік ерітінді алу үшін әр стаканға желатинаның есептелген мөлшері салынады. Желатинаны 40С температурада араластыра отырып ерітіп, ерігеннен кейін бөлме температурасында суытып алып барлық ерітіндінің рН-ын өлшейміз, яғни (рН). Алынған мәндер кестеге жазылады.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| рН1 |  |  |  |  |  |  |
| рН2 |  |  |  |  |  |  |
| ΔрН = рН1 - рН2 |  |  |  |  |  |  |

**Алынған мәндерді өңдеу.**

Кестедегі мәндер бойынша, (ΔрН)-тың бастапқы рН1-ге байланыстылығының өрнегі салынады (желатинасыз). ΔрН дегеніміз желатинасыз ерітіндімен желатина қосылған ерітінділерінің рн-тарының айырмашылығы. Изоиондық нүкте анықталады.

**Тапсырма:**

1. Полиамфолиттің изоионды нүктесі (ИИН) дегеніміз не?

2. Оны қалай сипаттаймыз?

3. ИИН қандай факторларға тәуелді?

**№ 6 жұмыс**

**Метилметакрилат-стирол жүйесінің радикалды сополимерленуінің кинетикасын зерттеу**

|  |  |
| --- | --- |
| **Реактивтер:** | Метилметакрилат (ММА) |
|  | Стирол (Ст) |
|  | Азоизомайқышқылының динитрилі |
|  | Этанол 150 мл |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Қажетті құралдар:** | | | |
| Термостат | 1 дана |
| Ампула | 3 дана |
| Өлшегіш цилиндр | 2 дана |
| Пипетка 10 мл | 2 дана |
| Жалпақ түпті колба | 3 дана |
| Стакандар | 3 дана |

**Жұмыс істеу жолдары:**

Ампулаларды толтырудан бұрын төменгі кестені толтырыңыздар

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **№** | Қоспаның мольдік ММА-Ст құрамы | Көлем, мл | |
| ММА | Ст |
| 1 | 3:1 |  |  |
| 2 | 1:1 |  |  |
| 3 | 1:3 |  |  |

ММА (ρМ) тығыздығы = 0,936 г/см3

Ст(ρМ) тығыздығы = 0,906 г/см3

Таза нөмірленген ампулалардың әрқайсысына 5 мл ММА-пен Ст қоспасын құяды (қоспалардың әрқайсысында 0,01 г ДАҚ ерітілген), ампулаларды тығындармен жауып, 600С температурада термостатта 1,5 сағат ұстайды. Уақыт өткен соң ампулаларды алып, бөлме температурасына дейін суытып, полимерлерді этанолда (30 мл) араластыра отырып тұндырады.

Тұнбаны декантация әдісімен жуып, кептіргіш кебежелерде тұрақты салмаққа дейін кептіріп, шығымын анықтайды. Сополимерлердің құрамын көміртегінің % (элементтік талдау) мөлшері арқылы анықтайды.

**Алынған мәндерді өңдеу**

1. ДАҚ-ың қатысында ММА пен Ст-дың сополимерлену реакциясының теңдеуін жазыңыз.
2. Сополимердің шығымын аныөтап, соның нәтижесінде мономерлердің бастапқы құрамдарының (мөлшерінің) реакция жылдамдығына байланыстылығын анықтап көрсетіңіз.
3. Сополимердің құрамын көміртегінің % мөлшерін элементтік талдау арқылы анықтау нәтижесінде (мәндерін оқытушы береді), төменгі теңдеулерді қолданып, сополимерлердің құрамын анықтаңыздар:





С-сополимердегі көміртегінің салмақтық пайызы (элементтік талдау).

С1, мен С2 – бастапқы мономерлердегі көміртегінің мөлшері, г.

Х1 мен У1 – сополимерлердегі М1 және М2 мономерлерінің мольдік мөлшері.

m 1 және m2 - М1 және М2 мономерлерінің молекулалық массалары.

4. Бастапқы молекулалық қоспалармен сополимерлердің құрамын біле отырып, процестің бастапқы қолданылатын Майо-Льюис пен Файман-Росс дифферинциалды теңдеулерін қолдана отырып, сополимерлердің константасын есептеңіздер.

**Майо-Льюис теңдеуі**

****

Мұнда [m1] және[m2]-мономерлік буындардың сополимерлердегі мөлшері (анықталған Х1 мен У2);

[M1] және [M2]- мономердің бастапқы қоспадағы мөлшері.

Осы теңдеуді түрлендірсек төмендегідей өрнек аламыз:

****

β мәні α-дан сызықты байланыста болады, [m1], [m2], [M1], [M2]-параметрлер. α-ға әр түрлі мәндер бере отырып және жұмыс кезінде есептелінген [m1] және[m2], [M1] және [M2] мәндерін қолданып, β- шамасын табуға болады.

Бір тәжірибе нәтижесінде α және β мәндері арқылы координат жүйесінен түзу сызық алуға болады. Осындай есептеулер басқа да өлшеулерге қолданылады. Осының нәтижесінде 2-ші немесе 3-ші түзулер алынады да, графиктен α мен β болады-ау деген мәндерді табуға болады.

**Файман-Росс әдісі**

[Μ1]/[Μ2]=F; [m1]/[m2]=f деп белгілеп,

, 

теңдеуін қарапайым өзгертіп, келесі теңдеу аламыз:



Тәжірибе нәтижелерінең У= f(x) тәуелділігінің графигін тұрғызады, мұнда

У= F/f(f-1), X=F2/f.

әрбір тәжірибе осы графиктен нүкте береді, ал көптеген тәжірибелерден координат өсін қиып өтетін түзу аламыз, ордината кесіндісі β-мәнін көрсетеді, ал сызықтың еңкею бұрышының таңгенсі (tg α) − α-ның мәнін береді.

**№ 7 жұмыс**

**Катионды сополимерлеу әдісі бойынша 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. Монемерді 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.

**№ 8 жұмыс**

**Термореактивті және термопласты фенолформальдегид шәйірлерін 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.

**№9 жұмыс**

**Фенолсульфоқышқыл мен формальдегид негізіндегі катионалмасқыш шәйір синтезі**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Реактивтер:** | |  |
| Фенол  Н2SO4 конц.  Формалин 40/  Сода | 4,7 г  0,3 мл  4,15 мл |
| **Қажетті құралдар:** | |  |
| Араластырғыш  Кері тоңазытқыш  Термометр  Үш түтікті колба  Сулы қыздырғыш  Химиялық стакан  Шыны таяқша | 1 дана  1 дана  1 дана  1 дана  1 дана  1 дана  1 дана |

**Жұмыс істеу әдісі**

Араластырғышпен, кері тоңазытқышпен және термометрмен жабдықталған, сиымдылығы 250 мл үш мойынды колбаны сулы қыздырғышқа қояды. Содан кейін араластырғышты қосады да,колбаға алдын ала балқытылған 4,7 г фенол мен 0,3 мл концентрлі күкірт қышқылын құяды /аз-аздап/. Қоспаны 3 сағ. бойы 950С ұстайды.

Алынған п-окси – бензолсульфоқышқылын 500С дейін суытып, химиялық стаканға ауыстырып құяды, содан кейін сақтықпен араластырып тұрып стаканға 4,15 мл 40/ формалин енгізеді. Қоспаның температурасы тез көтеріледі, стакандағы зат қоңыр-қызыл түсті гельге айналады. Гельді ұсақ бөлшектерге уатып қаныққан сода ерітіндісімен нейтралдаймызда, кептіргіш шкафта 1050С-та 12 сағат бойы қатайтады.

Ұнтақты сүзіп алып, фарфор табақшаға ауыстырып, ылғал ұнтаққа 1 мл. сірке қышқылын қосып,табақшаны асбест торында біртіндеп 130-1400С қыздырады.Реакция экзотермиялық, көбіктеніп кетуі мүмкін. 30-40 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 әліде 2-3 сағ.қыздырып, әрбір жарты сағат сайын сынама алып, қатырып, сынамалардың балқу температурасын анықтаймыз, яғни қаттылығын тексереміз.

**Жұмысты**  **жел тартқыштың астында істеу керек.**

Ионалмастырғыш шайырдың сиымдылығын анықтау.

Алмасу сиымдылығы – ион алмастырғыш заттардың сапасын сипаттайтын негізгі көрсеткіштерінің бірі. Алмасу сиымдылығы Мг-экв-пен берілген 1 гр құрғақ ионитке келетін белсенді ионоген топтарының мөлшерімен Бірнеше (анықталады. Алмасу сиымдылығын анықтайтын екі негізгі әдіс бар: статикалық және динамикалық. Статистикалық әдісте сиымдылық /САС/ ионит әрдайым электролит ерітіндісіне жанасып /тұрақты/ тұрғанда анықталады. Ал динамикалық әдісте электролит ерітіндісін бағанаға салынған ионит қабатынан үздіксіз өткізеді. Иониттің сапасын бағалаку үшін көбінесе алмасу сиымдылығын анықтаудың статистикалық әдісі қолданылады. Статистикалық алмасу сиымдылығы 1 гр ионитке сіңірілген ионның мг-экв-тің көрсетеді.

**Анықтау әдісі.**

Реактивтер: 0,1 н NaOH NaOH NaOH NaOH ерітіндісі, 0,1 н HCІ ерітіндісі, аралас индикатор. Құрғақ өнімнің Н формасына есептелінген 0,1 гр катионитті аналитикалық таразыға өлшеніп, сиымдылығы 250 мл жалпақ түпті колбаға салынады, үстіне бюреткадан 200 мл 0,1 н NaOH құяды да, қоспаны әлсін-әлсін араластырып, бір тәулікке қалдырады. Келесі күні катионитті сұйық фазадан сүзіп алады, пипеткамен 25 мл фильтрат алып,0,1 н HCІ-мен титрлейді, бірнеше тамшы аралас индикатор алдын ала қосып алады.

Статистикалық алмасу сиымдылығын (САС) төмендегі теңдеумен есептейді:

САС= 

Аралас индикаторлардан басқа метилоранж пайдалануға болады /метилоранжбен ерітінді сары түстен қызыл түске ауысуын титрлейді/.

v-титрлеуге кеткен 0,1 н HCІ мөлшері, мл,

К-0,1 н NaOH ерітіндісінің нормалдылығына түзету коэффициенті,

К1 -0,1 н HCІ ерітіндісінің нормалдығына түзету коэфициенті,

0,004-0,1 н NaOH ерітіндісінің титрі,

q- катиониттің өлшендісі, гр,

**тапсырма:**

1. реакция теңдеуін жазу.
2. шайырдың алмасу сиымдылығын анықтау.

**Жұмыс өте қауіпті !**

Ауа сорғыш кебеженің ішінде істеңіз!

**Тапсырма:**

1. Мүмкін реакцияның теңдеуін жазу.
2. полимер шығымын анықтау.
3. Балқу температурасын 4 сынама бойынша анықтау. Сынамаларды қатаю уақыты бойынша алып тұру қажет.
4. Балқу температурасының қыздыру уақыты бойынша тәуелділік графигін тұрғызу.

**№ 10 жұмыс**

**Полиэфир шайырын фтал ангидриді мен глицеринді поликонденсациялау арқылы алу. Процестің кинетикасын зерттеу.**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Реактивтер:** | |  |
| Фталь ангидриді  глицерин  спирт-бензол қоспасы (1:1)  КОН 0,1н спирттегі ерітіндісі  фенолфталейн 1% спирттегі ерітіндісі | 0,03 моль  0,02 моль  10 мл |
| **Қажетті құралдар:** | |  |
| Үш түтікті колба  Электромеханикалық  араластырғыш  өлшеуіш цилиндр  Жалпақ түпті колбалар  Стакандар  Термометр  Шыны таяқша  Кері тоңазытқыш | 1 дана  1 дана  2 дана  5 дана  1 дана  1 дана  1 дана  1 дана |

**Жұмыс істеу әдісі:**

Жоғарыда көрсетілген құралдармен жабдықталған колбаға фталь ангидриді мен глицеринді салып, біртіндеп араластырып, ауа немесе май қыздырғышта 2-3 сағат бойында 150-1600С-қа дейін қыздырады.

Процестің кинетикасын анықтау үшін алдын ала өлшенген колбаларға 15, 30, 45, 60 мин уақыт аралықтарында, мөлшері 0,3-0,4 г. Болатын сынамаларды біркелкі реакциялық ортадан алып, қышқылдық санын анықтайды. Поликанденсация біткен соң шәйірді фарфор табақшасына құяды.

**Жұмыс өте қауіпті!**

Ауа сорғыш кебеженің астында жүргізу керек!

**Тапсырма:**

1.Реагенттердің мөлшерін \*г\* есептеу.

2.Поликанденсациялау реакциясының теңдеуін жазу.

3.Поликанденсациялау процесінің кинетикасын (қышқылдық санның уақытқа байланысты өзгеруін) түсіндіру.

Полиэтерификация реакциясы жүре түскен сайын, реакциялық ортада қышқылдық саны азайып, ортадан бөлінген су мөлшері көбейеді. Поликанденсациялаудың әр сатысында қышқылдық саны мен бөлінген судың мөлшерін анықтау, процестің кинетикасын толық зерттеуге мүмкіндік береді.

Қышқылдық сан стандартты әдіспен, яғни реакциялық ортадан алынған сынаманы 10 мл. (бензол мен спирт 1:1 көлемі бойынша) қоспасында ерітіп, бір-екі тамшы фенолфталей тамызып, ерітіндіні 0,1 н. КОН ерітіндісімен титрлеу арқылы анықталады. Қышқылдық санның уақытқа байланысты өзгеруінің графикалық өрнегін тұрғызады. Қышқылдық санды мына теңдеу бойынша анықтайды.



Мұндағы, а – зерттелетін заты бар колбаны 0.1н КОН ерітіндісімен титрлеуге кеткен мөлшері, мл;

Т – 0.1н КОН ерітіндісінің титрі, г/мл;

g – зерттелетін заттың мөлшері, г.

**№ 11 жұмыс**

**Жалғанған сополимерлену әдісі бойынша *соққыға төзімді* полистиролды алу**

**Реактивтер***:* 4% табиғи каучуктың толуолдағы ерітіндісі -12,5 мл

метилметакрилат -7 мл

азоизомайқышқылының динитрилі (ДАҚ) -0,007 г

этанол -50 мл

ацетон - 30 мл

бензол - 7 мл

бензин -40 мл

инертті газ (аргон немесе азот)

**Құралдар мен жабдықтар:**

электромеханикалы араластырғыш, су моншасы, ЛАТР,

кері тоңазытқыш, үш мойынды колба 150 мл, бір

мойынды колба 150 мл, екі Петри табақшасы.

**Жұмысты жүргізу әдісі**

үш түтікті колбаға 12,5 мл каучуктың толуолдағы 4%-ті ерітіндісі, 7 мл метилметакрилат құйылады және 7 мг ДАҚ салынады. Инертті газды жіберіп қоспаны 20 мин. аралығында араластырады. Содан соң су моншасында 1000С температурада 1,5 сағат қыздырылады. Реакция аяқталған соң инертті газды және араластырғышты тоқтатып, қоспа 30 мл этанолы бар стаканға аударылады. Түскен тұнба 10-15 минуттан кейін үстіндегі еріткіштен айырылтып, 10 мл этанолмен жуылады. Реакциялық қоспаны этанолға аздаған мөлшермен құйған жөн және араластыру қажет сол жағдайда түзілген гомополимерді оңай бөліп алуға болады. Егер полимер біртұтас бөлшек ретінде тұнбаға түссе, онда оны қайта толуолда ерітіп, екінші рет этанолға тұнбаға түсіреді.

Гомополимерді жалғанған полимерден айыру. Түзілген полимерге 30 мл ацетон құйып, колба кері тоңазытқышпен жабдықталып қайнағанша 20 мин аралықында қыздырылады, қалған қоспаға 15 мл бензол құйылып қыздырып ерітіледі. Содан соң Петри табақшасына 20 мл этанол құйып абайлап түзілген ерітіндінің жартысы құйылады, ал екінші жартысы 20 мл бензин құйылған Петри табақшасына құйылады. Көрінген өзгерістерді байқап, түзілген полимер бетіндегі еріткіштер буландырылады. Алынған полимерлердің физика-механикалық қасиеттері салыстырылады (эластикалық) .

Тапсырма:

1. Жалғанған сополимердің түзілу реакциясын жазу және оның механизмін түсіндіру.
2. Тұндырғыштың табиғатына байланысты сополимер макромолекуласының конформациясының өзгеруін көрсету.
3. Тұндырғыштың табиғатына байланысты сополимер үлгілерінің физика-механикалық қасиеттерінің айырмашылығын түсіндіру.