Kemijsko-tehnološki fakultet u Splitu

Zavod za organsku tehnologiju

Stručni studij – zaštita i oporaba materijala

# PROCESI POLIMERIZACIJE

Laboratorijske vježbe

Akad. god. 2018./2019.

Studenti:**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

 **\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

 **\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

**Vježba 1: Poliesterifikacija adipinske kiseline s dietilen-glikolom**

Datum izvođenja:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

ZADATAK

1. Provesti poliesterifikaciju adipinske kiseline s dietilen-glikolom pri\_\_\_\_\_\_\_ °C i uz katalizator\_\_\_\_\_\_\_\_\_% p-toluensulfonsku kiselinu.
2. U određenim vremenskim razmacima odrediti kiselinski broj reakcijske smjese.
3. Odrediti konstantu brzine poliesterifikacije i aktivacijsku energiju grafičkom metodom.
4. Pratiti tijek reakcije (prema tablici u rezultatima rada).
5. Izvesti zaključak.

REZULTATI RADA

I. Poliesterifikacija adipinske kiseline s dietilen-glikolom:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1. | Adipinskakiselina: ………….…………………….…………. | g |
| 2.3.4. | Dietilen-glikol:....……………………………….……………Dekalin:……...……………………………………………….p-toluensulfonska kiselina: .………………………………... | ggg |
| 5. | Reakcijska temperatura: ...………………………………...… | ºC |

II. Aparatura:

III. Praćenje tijeka reakcije:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| t/min | H2O / ml | Tkupelji/°C | Treakc./°C | m(uzorka) za K.B. / g | VKOH/ml | Napomena |
|  |  |  |  |  |  |  |

IV. Rezultati proračuna:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| t/min | K.B. /mg KOHg-1 | P / % | 1/(1-P) | k2·102 / mol-1kgmin-1 | Ea/kJmol-1 |
|  |  |  |  |  |  |

V. Grafičko određivanje konstante brzine poliesterifikacije i aktivacijske energije:

VI. Zaključak:

**Vježba 6: Sinteza Nylona 6-10 ((poli(heksametilensebacamida)) polimerizacijom na granici faza**

Datum izvođenja:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

ZADATAK

1. Sintetizirati Nylon 6-10 polimerizacijom na granici faza.
2. Izvesti zaključak.

REZULTATI RADA

I.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1. | Sebacoil diklorid\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ | ml |
| 2. | Heksametilendiamin\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ | g |
| 3. | Tetrakloretilen\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ | ml |

II. Aparatura:

III. Zaključak:

**Vježba 3: Sinteza modificirane alkidne smole**

Datum izvođenja:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

ZADATAK

1. Izvršiti sintezu modificirane akidne smole

|  |  |
| --- | --- |
| Modifikator: | Količina modifikatora: |
|  |  |
| 1. Sojino ulje | 70% |
| 2. Suncukretovo ulje | 75% |
| 3. Kukuruzno ulje | 80% |
| 4. Laneno ulje | 85% |
| 1. Kokosovo ulje
2. Biljno ulje
 | 90% |
|  |  |
|  |  |
| Katalizator: |  |
|  |  |
| 1. LiOH | 0,05% |
| 2. PbO | 0,07% |
| 3. Ca - naftenat | 0,08% |
|  | 0,10% |
|  |  |
| Reakcijska temperatura / °C |
| alkoholiza | kondenzacija |
| 1) 190 | 1) 200 |
| 2) 200 | 2) 210 |
| 3) 210 | 3) 220 |
| 4) 220 | 4) 230 |
| 5) 240 | 5) 250 |

1.2. Tijekom alkoholize uzimati uzorak svakih 5 minuta i odrediti:

* miješanje u bezvodnom metanolu do stvaranja mliječno bijele emulzije
* % monoglicerida

1.3. Tijekom kondenzacije uzimati uzorak svakih 15 minuta i odrediti:

* kiselinski broj
* pH - vrijednost

1.4. Izvršiti analizu konačnog produkta:

* kiselinski broj
* boja
* viskoznost
* % - nehlapivog

1.5. Grafički prikazati ovisnost:

* omjera miješanja metanol - uzorak o vremenu reakcije
* kiselinskog broja uzorka smole o vremenu reakcije
* brzine reakcije o:

 a) količini modifikatora

 b) vrsti katalizatora

 c) % katalizatora

 d) temperaturi reakcije

* utjecaj nezasićenosti ulja na:

 a) brzinu alkoholize

 b) količinu formiranja monoglicerida

* utjecaj kiselinskog broja vegetabilnog ulja na:

 a) brzinu alkoholize

 b) količinu formiranja monoglicerida

REZULTATI RADA

I. Sinteza modificirane alkidna smole

Tip smole:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | Sirovina:………………………….…………………….…………. | g |
|  |  …………......……………………………….…………… …….……...……………………………………………….Katalizator: ……………………..………………………………... | ggg |
|  | Otapalo: ……………………....………………………………...… | mL |
|  | Temperatura: …………………………………………………….. | °C |

II. Aparatura:

III. Praćenje tijeka reakcije:

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Vrijeme/ min | Temp. reakcije /°C | N2(L/h) | H2O(mL) | Topljivost u metanolu | Monogliceridi | Kiselinski broj | Napomena |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

IV. Grafička ovisnost:

V. Zaključak:

**Vježba 4: Suspenzijska polimerizacija stirena**

Datum izvođenja:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

ZADATAK

1. Izvršiti sintezu polistirena.

2. Odrediti konverziju monomera u polimer.

3. Odrediti staklište polistirena metodom diferencijalne pretražne kalorimetrije.

REZULTATI RADA

1.1. Kemikalije:

 Monomer:­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 Sredstvo za stabilnost suspenzije:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 Katalizator:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1.2. Temperatura reakcije:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1.3. Praćenje tijeka reakcije:

| Vrijeme / min | Temperatura u reaktoru / °C | Napomena |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |

1.4. Aparatura:

2. Određivanje konverzije monomera u polimer:

RAČUN:

3. Određivanje staklišta (Tg) polistirena metodom diferencijalne pretražne kalorimetrije:

4. Zaključak:

**Vježba 5: Emulzijska polimerizacija vinil-acetata**

Datum izvođenja:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

ZADATAK

1. Izvršiti sintezu poli(vinil-acetata).

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Inicijator: |  | **Inicijator:** |  |
| H2O2 | 60 % | (NH4)2S2O8 | 40 % |
| H2O2 | 60 % | Na2S2O8 | 40 % |
| H2O2 | 50 % | Na2S2O8 | 50 % |

1. Pratiti tijek reakcije (prema tablici u rezultatima rada).
2. Izvesti zaključak.

REZULTATI RADA

I. Sinteza poli(vinil-acetata)

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1. | Monomer: ………….…………………………….…………. | g |
| 2.3.4. | Emulgator: ....……………..…………………….……………Inicijator: …………………………………………………….Pufer: ………………………………………………………... | ggg |
| 5. | Reakcijska temperatura: ...………………………………...… | ºC |

II. Aparatura:

III. Praćenje tijeka reakcije:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Vrijeme | Temperatura / °CKupelj Reaktor | Napomena |
|  |  |  |  |

IV. Zaključak:

**Vježba 2: Priprava poli(vinil-alkohola) alkoholizom poli(vinil-acetata)**

Datum izvođenja:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

ZADATAK

1. Izvršiti akoholizu poli(vinil-acetata).

2. Odrediti staklište poli(vinil-alkohola) metodom diferencijalne pretražne kalorimetrije.

REZULTATI RADA

1.1. Kemikalije:

 Polazna sirovina: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 Otapalo: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

 Katalizator: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1.2. Temperatura reakcije: \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1.3. Praćenje tijeka reakcije:

| Vrijeme / min | Temperatura u reaktoru / °C | Napomena: |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |

1.4. Aparatura:

2. Određivanje staklišta poli(vinil-alkohola) metodom diferencijalne pretražne kalorimetrije:

3. Zaključak: