

# KOLEJNOŚĆ CZYNNOŚCI DO ĆWICZENIA NR 5 (kopolimeryzacja styrenu i bezwodnika maleinowego)

student A:.....student B: .....student C:.....

lp.	Czynności do wykonania	osoba	CZAS	
			Start	Stop
1	Zapoznanie się z kartami charakterystyk	wszyscy		
2	Przygotowanie roztworu monomerów i inicjatora w acetonie.	A, C		
3	Sprawdzenie zamknięć.	B		
4	Odkręcenie wody chłodzącej.	B		
5	Dozowanie roztworu reakcyjnego do reaktora.	A		
6	Włączenie mieszadła.	B		
7	Uruchomienie płaszczu grzejnego (temp 70°C).	B		
8	Przepłukanie węża pompy perystaltycznej acetonem.	A		
9	Rozruch procesu <b>(1 godzina, w tym czasie proszę wykonywać czynności z punktów 19-23)</b>	wszyscy		
10	Wyłączenie ogrzewania i mieszadła, odstawienie płaszczu grzejnego.	wszyscy		
11	Zmontowanie układu do wytrącania.	B		
12	Przygotowanie wytrącalnika, włączenie mieszadła.	B		
13	Odbiór pierwszej frakcji polimeru.	wszyscy		
14	Wykrojenie sączka i skompletowanie zestawu do sączenia.	A		
15	Sączenie pierwszej frakcji.	B		
16	Odbiór i sączenie drugiej frakcji polimeru.	B		
17	Mycie reaktora.	A		
18	Suszenie polimeru.	wszyscy		
19	<i>Przygotowanie zestawu do miareczkowania.</i>	C		
20	<i>Nastawianie miana roztworu NaOH na 0.500 M kwas solny.</i>	C		
21	<i>Pobranie dwóch frakcji kopolimeru po 0.500 g.</i>	A,B		
22	<i>Hydroliza w roztworze NaOH na gorąco.</i>	A,B		
23	<i>Studzenie i miareczkowanie polimeru.</i>	C		
24	Wyłączenie wody chłodzącej.	B		
25	Mycie szkła.	wszyscy		
26	Obliczenie zawartości BM w kopolimerze.	wszyscy		
27	Rozliczenie szkła i sprzętu.	wszyscy		
28	Wypełnienie arkusza wyników.	wszyscy		
29	Kontrola stanu wag analitycznych.	wszyscy		

# ĆWICZENIE 5

## KOPOLIMERYZACJA STYRENU Z BEZWODNIKIEM MALEINOWYM

(polimeryzacja w roztworze)

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z metodą polimeryzacji w roztworze oraz badaniem składu powstałego kopolimeru. Kopolimeryzację styrenu z bezwodnikiem maleinowym przeprowadza się wykonując kolejno czynności wymienione w punktach opisanych poniżej.

**Dokumentacja ćwiczenia zawiera również arkusz wyników oraz arkusz w którym zaznaczane będą wszystkie wykonywane czynności.**

- 1) Przygotować roztwór styrenu, bezwodnika maleinowego i nadtlenku benzoilu w acetonie (ilości substancji i stężenia poda asystent).
- 2) Przy pomocy pompy perystaltycznej przepompować roztwory monomerów do szklanego reaktora zaopatrzonego w wymienną pokrywę, mieszadło, chłodnicę zwrotną i łaźnię wodną.
- 3) Włączyć mieszadło oraz ogrzewanie. Ogrzać do temperatury 60°C
- 4) Polimeryzację prowadzić w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika przez 1.5 godziny.. Podczas polimeryzacji musi być zapewnione równomierne mieszanie.

**UWAGA: podczas realizacji punktu 4 należy przejść do wykonywania punktów 11-12 a potem kontynuować realizację punktów 5-10**

- 5) Po 2 godzinach wyłączyć i odstawić łaźnię wodną. Jeżeli mieszanina reakcyjna jest gęsta, dodać aceton (zanotować objętość dodanego acetonu)
- 6) Po ostygnięciu mieszaniny reakcyjnej zatrzymać mieszadło i wprowadzić szklaną końcówkę węża od pompy perystaltycznej.
- 7) Rozpocząć pompowanie mieszaniny reakcyjnej do zlewki zaopatrzonej w mieszadło, zawierającej 500 mL metanolu (wytrącalnik powstałego kopolimeru). Pompować w tempie umożliwiającym powolne wkraplanie mieszaniny reakcyjnej.
- 8) Po zakończeniu wkraplania (wytrąceniu się kopolimeru) kontynuować mieszanie wytrąconego kopolimeru w metanolu przez następne 10 minut.
- 9) Wytrącony kopolimer odsączyć na lejku w zestawie pracującym pod zmniejszonym ciśnieniem, przepłukując osad na sączku metanolem. W razie konieczności podzielić mieszaninę na 2-3 frakcje.
- 10) Odsączony produkt (kopolimer) umieścić na zważonym uprzednio arkuszu bibuły filtracyjnej, podpisać nazwiskami osób wykonujących ćwiczenie, zważyć i pozostawić do wysuszenia. Po wysuszeniu zważyć ponownie. Obliczyć wydajność polimeryzacji w % (w oparciu o zsumowane masy monomerów oraz masę suchego produktu) . Sporządzić (na papierze milimetrowym) wykres Sankey'a dla 1 kg produktu, uwzględniając proces suszenia

sporządzić bilans materiałowy procesu wg Tabeli:

Lp.	Substancja	Przychód [g]	Rozchód [g]
1	bezwodnik maleinowy		
2	styren		
3	inicjator		
4	rozpuszczalnik		
5	wytrącalnik (MeOH)		
6	kopolimer		
7	przesącz		
		Σ=	Σ=

- 11) Około 3 gramy produktu umieścić na szalce Petriego lub szkiełku zegarkowym i wysuszyć w suszarce w temp. 50°C.
- 12) Odważyć na wadze analitycznej dwie naważki wysuszonego kopolimeru (po ok. 0,5 g z dokładnością do 1 mg), umieścić w kolbkach stożkowych, dodać po 20.00 ml 0,5 M NaOH i ogrzewać na łaźni wodnej aż do rozpuszczenia polimeru. Ostudzić. Zmiareczkować roztwory 0,5 M kwasem solnym wobec fenoloftaleiny. Obliczyć zawartość bezwodnika maleinowego (w % wagowych i molowych) w kopolimerze na podstawie objętości NaOH i HCl zużytych podczas miareczkowań, zakładając, że cały bezwodnik maleinowy w polimerze uległ hydrolizie do kwasu maleinowego podczas ogrzewania z roztworem NaOH.

$$n_{BM} = 0,5 * (n_{NaOH} - n_{HCl})$$

gdzie:

$n_{BM}$  - liczba moli bezwodnika maleinowego w miareczkowanej próbce

$n_{NaOH}$  - liczba moli NaOH zawarta w dwudziestu mililitrach dodanych do próbki

$n_{HCl}$  - liczba moli HCl zużyta na odmiareczkowanie nadmiaru NaOH

$$m_{BM} = n_{BM} * M_{BM} = 0,5 * (n_{NaOH} - n_{HCl}) * M_{BM}$$

gdzie:

$m_{BM}$  - masa bezwodnika maleinowego w odważonej próbce

$M_{BM}$  - masa molowa bezwodnika maleinowego

$$\%_{wag\ BM} = m_{BM} / m_{naważki} * 100 \%$$

gdzie:

$m_{naważki}$  - masa naważki kopolimeru

# ĆWICZENIE 5

## KOPOLIMERYZACJA STYRENU Z BEZWODNIKIEM MALEINOWYM (polimeryzacja w roztworze)

nazwiska wykonujących:

### BILANS MATERIAŁOWY PROCESU:

Lp.	Substancja	Przychód [g]	Rozchód [g]
1	bezwodnik maleinowy		
2	styren		
3	inicjator		
4	rozpuszczalnik		
5	wytrącalnik (MeOH)		
6	kopolimer		
7	przesącz		
		$\Sigma=$	$\Sigma=$

13) nastawianie miana NaOH :

objętość wzięta do miareczkowania:

objętość zużytego 0.500 M HCl: 1. ....mL 2. ....mL

obliczenie miana:

14) masa naważek kopolimeru 1. .... 2. ....

15) objętość HCl zużyta na zmiareczkowanie nadmiaru NaOH w roztworach naważek:

1. .... 2. ....

16) Obliczyć zawartość bezwodnika maleinowego (w % wagowych i molowych) w kopolimerze:

ZAPROPONOWANA STRUKTURA KOPOLIMERU:

Podpis asystenta

## **Opis do ćwiczenia powinien zawierać:**

### **1. Cel ćwiczenia**

### **2. Opis eksperymentu zawierający**

- a. schemat aparatury (wg zasad wykonania zamieszczonych na stronie www)
- b. wykonywane czynności.
- c. wyniki pomiarów (arkusz wyników).

### **3. Opracowanie wyników - w tym:**

- a. równania reakcji,
- b. rachunkowe opracowanie otrzymanych wyników,
- c. wykres Sankey'a (wg zasad zamieszczonych na stronie www)
- d. wykres Gantta (wg zasad zamieszczonych poniżej)

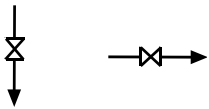
### **4. Dyskusję otrzymanych wyników.**

- a. źródła błędów,
- b. wydajność,
- c. zaproponowana struktura otrzymanego kopolimeru.

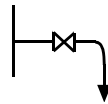
### **5. Wnioski. W szczególności należy skomentować**

- a. wady i zalety tej metody polimeryzacji,
- b. stronę ekonomiczną procesu (zaproponować sposób regeneracji niezużytych reagentów)
- c. stronę toksykologiczną (patrz: karty charakterystyk)
- d. wpływ sposobu prowadzenia tego procesu przemysłowego na środowisko + sugestie poprawy
- e. czy cel ćwiczenia został osiągnięty

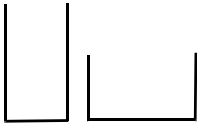
## SYMBOLE STOSOWANE DO WYKONANIA SCHEMATU APARATURY



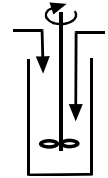
zawory



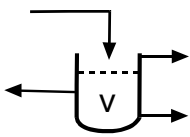
zawór probierczy



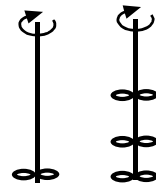
zbiornik otwarty  
(pionowy i poziomy)



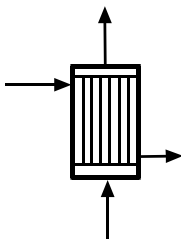
wytrącalnik



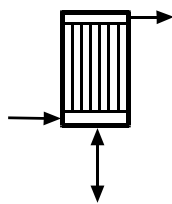
nucza filtracyjna



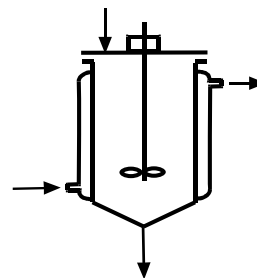
mieszadła



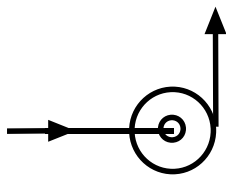
wymiennik  
ciepła



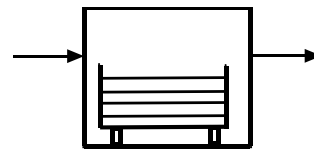
chłodnica  
zwrotna



reaktor z płaszczem grzejnym i mieszadłem



pompa



szuszarka komorowa



szuszarka

### Instrukcja wykonania wykresu Gantta

Wykres Gantta jest diagramem dwuwymiarowym stanowiącym metodę wizualnego opisu projektu.

Na prawidłowo wykonanym wykresie można szybko odczytać podział projektu na zadania oraz ich rozplanowanie w czasie (czas rozpoczęcia i zakończenia działań, czas ich trwania i kolejność). Wykres Gantta może być wykonany odręcznie (na papierze milimetrowym) lub komputerowo. Zawsze konieczne jest jednoznaczne określenie przedziałów czasowych. Wykres wykonywany jest na podstawie arkusza, w którym zanotowano początek i koniec każdej czynności:

nazwa czynności	początek	koniec
A	8:30	8:45
B	8:35	8:45
...	....	....
...	....	....
N	12:25	12:50
O	12:50	13:00

Na osi rzędnych proszę umieścić nazwy czynności a na osi odciętych skalę czasu (np. godziny z podziałem na minuty, kwadransy itp):

