

O`ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O`RTA MAXSUS TA`LIM
VAZIRLIGI

TOSHKENT KIMYO – TEXNOLOGIYA INSTITUTI

YOQILG`I ISHLAB CHIQRISH, ORGANIK BIRIKMALAR
TEXNOLOGIYASI FAKULTETI

"YUQORI MOLEKULALI BIRIKMALAR VA PLASTMASSALAR
TEXNOLOGIYASI" KAFEDRASI

"QOPLAMA HOSIL QILUVCHI MATERIALLAR TEXNOLOGIYASI "
FANIDAN LABORATORIYA ISHLARINI BAJARISH UCHUN



USLUBIY QO`LLANMA

5522400-Kimyoviy texnologiya (Yuqori molekulali birikmalar, plastmassalar va elastomerlar ishlab chiqarish bo`yicha) yo`nalishida o`quvchi talabalar uchun.

Toshkent-2010

Tuzuvchilar: t.f.n dots. A.T.Tillaev
t.f.n dots. B.B.Ayxodjaev

KIRISH.

“QOPLAMA HOSIL QILUVCHI MATERIALLAR TEXNOLOGIYASI” fanini o`rganishda dastur bo`yicha laboratoriya mashg`ulotlari o`tkaziladi.

Har bir laboratoriya mashg`ulotlarini o`tkazishdan avval, talaba ushbu laboratoriya ishini o`tkazish uchun laboratoriya ishi yozmasi, so`ngida keltirilgan darslik va ma`ruza matnidan kerakli nazariy bilimlarni, o`tkazish lozim bo`lgan laboratoriya ishini o`tkazish uslubini, topshiriqda keltirilgan tekshirish usullarini egallab olishi va laboratoriya mashg`ulotlarini o`tkazuvchi o`qituvchiga kollokvium topshirishi kerak. Olingan oligomer va polimer topshiriqda keltirilgan tekshirish usullarini barchasi Сорокин М.Ф., Шоде Л.Г., Кочнова З.А., Химия и технология пленкообразующих веществ. – М. Химия 1981 ва М.Ф. Сорокин, К.А. Лялюшко К.А. Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. – М. darsliklarida keltirilgan.

Laboratoriya mashg`ulotlarini bajarish jarayonida talaba sintetik va tabiiy birikmalardan lok-buyoq materiallarni sintez qilishning turli texnologik usullari bilan tanishadi va bu texnologik usullarni bir – biri bilan solishtirish, ularning natijalarini tahlil qilishni o`rganadi. Laboratoriya ishlarini bajarish jarayonida talaba sintetik va tabiiy yuqori molekulali birikmalar asosida turli hil lok-buyoq materiallarni olish texnologiyasi, hamda olingan materiallardan qoplamalar olib, ularning ayrim xossalarini o`rganish usullari bilan xam tanishadi.

Mashg`ulot tugaganidan so`ng talaba hisobot tayyorlaydi, unda bajarilgan ishlarning nazariyasi va qisqacha mazmuni, ish jarayonida qo`llanilgan asbob va uskunalarning rasmi hamda sxemasi beriladi, tekshirilgan kattaliklarni grafigi chiziladi, olingan natijalar tahlil qilinib, tekshirilayotgan masalaning nazariy holatini tasdiqlaydigan xulosa beriladi. Foydalanilgan adabiyotlar ro`yxati keltiriladi.

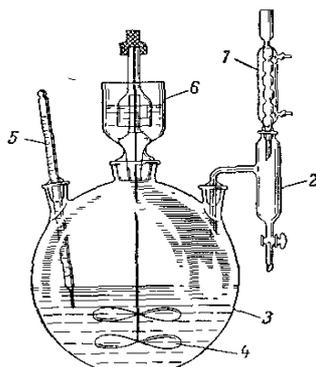
Laboratoriya ishi –1

Dimetiltereftalat asosida modifitsirlanmagan poliefir sintezi va uning asosida lok olish.

Ishdan maqsad: Qayta efirlash usuli bilan poliefir sintezi jarayonlari va hosil bo`lgan poliefir xususiyatlari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% hisobida): dimetiltereftalat – 31.4; glitserin – 9.7; dietilenglikol – 5.5; etilenglikol - 39.5; solvent – 9.5; tetrabutoksititan -1.1

Jihozlar: Qurilma (1 rasm); Viskozimetr (soplo 5.4); Sekundomer; Qurish davomiyligini aniqlovchi asbob.



1 rasm: Poliefir sintez qilish qurilmasi.

- 1 - Sharli sovutgich;
- 2 - Din-Stark tutqichi;
- 3 - Uch bo`yinli kolba;
- 4 - Mexanik aralashtirgich;
- 5 - Termometr;
- 6 - Moyli zatvor.

Ishni bajarish: Kolbaga ko`p atomli spirtlar solib mexanik aralashtirgich yoqiladi va uni 150-160°C gacha qizdiriladi. Shu haroratda kolbaga dimetiltereftalat va tetrabutoksititan (umumiy miqdoridan 30%) qo`shiladi. eterifikatsiya reaksiyasi haroratni pog`onama-pog`ona oshirib haydalib chiqayotgan metil spirti miqdori va reaksiya massasini nazorat qilgan holda olib boriladi. eterifikatsiya reaksiyasi o`tkazish sharoiti quyida keltirilgan.

| Reaksiya massasi harorati, °C | Qizdirish davomiyligi, soat |
|-------------------------------|-----------------------------|
| 130 – 160 | 7 – 8 |
| 160 – 180 | 7 – 8 |
| 180 – 200 | 5 – 6 |
| 200 – 210 | 8 - 9 |

Qovushoqlikni aniqlash uchun birinchi namuna kolbadan metil spirtining 80–85 % miqdori (nazariy) haydalgach, so`ngra esa har soatda olinadi. eterifikatsiya mahsulotining trikrezoldagi 50% - li eritmasining qovushoqligi 4–5 minutga etgach (VZ–1 bo`yicha 25°C da) kolbaga trikrezol qo`shiladi (umumiy miqdoridan 28%). Reaksiya massasi 200–210°C gacha qizdiriladi va eterifikatsiya jarayoni mahsulotning trikrezoldagi 50% - li eritmasi qovushoqligi 5–6 min (VZ–1 bo`yicha 25°C da) bulgunicha davom ettiriladi. Bundan so`ng reaksiya massasi 160 °C gacha sovutiladi va unga trikrezolning qolgan qismi (umumiy miqdoridan 62%) o`shiladi.

Trikrezoldagi eritma hosil bo`lganidan so`ng u 80–100°C gacha sovutiladi va unga tetrabutoksitanning qolgan qismi (umumiy miqdoridan 70%), solvent va trikrezolning qolgan qismidan (umumiy miqdoridan 10%) iborat qismi quyiladi.

Topshiriq

1. Poliefir hosil bo`lishi reaksiya tenglamasini yozing.
2. Poliefir tarkibiga nima uchun tetrabutoksititan qo`shilganini tushuntirib bering.
3. Olingan lokning quruq qoldig`ini toping.

- Lokni (mo`yqalam) bilan alyumin folga yuzasiga surting va uni 200°C haroratda to`la qurishi davomiyligini aniqlang.
- Olingan lokning qoplamasini 220°C da issiq va chidamliligini aniqlang.

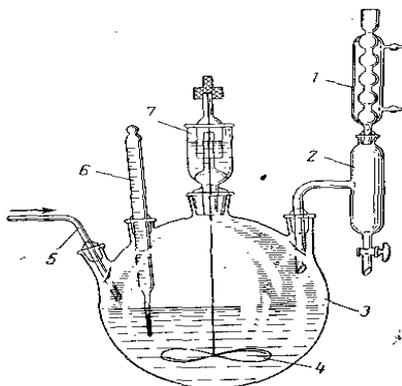
Laboratoriya ishi – 2

Ftal anhidridi asosida modifitsirlanmagan poliefir sintezi.

Ishdan maqsad: Modifitsirlanmagan poliefir sintezi jarayonida polikondensatsiya kinetikasi o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Ftal anhidridi – 28.1; dietilenglikol - 28.1; glitserin – 20.8;

Jihozlar: Qurilma (2 rasm); Konussimon kolbalar (250 ml), 3 dona; Shliflangan sovutgich quyilgan konussimon kolbalar(250 ml), 3 dona.



Rasm. 2. Inert gaz oqimida poliefirlar sintez qilish qurilmasi:

- 1 - Sharli sovutgich;
- 2- Din-Stark tutqichi;
- 3 -Turtbuyinli kolba;
- 4 - Mexanik aralastirgich;
- 5 - Inert gaz uzatuvchi quvurcha;
- 6 - Termometr;
- 7 - Moyli zatvor.

Ishni bajarish: Kolbaga dietilenglikol va glitserin solib mexanik aralastirgich yoqiladi va asta-sekinlikda ftal anhidridi qushiladi. Keyin inert gaz ulanadi, ko`lba ichidagi massa $200 \pm 3^\circ\text{C}$ gacha qizdiriladi (tezligi 1 soatda $30-35^\circ\text{C}$) va shu haroratda poliefirning kislota soni 8-15 bo`lgunicha ushlab turiladi (namuna ftal anhidridi solinishi bilan darxol olinadi, so`ngra har 10 minutda olinadi).

Topshiriq .

- Poliefir hosil bo`lishi reaksiya tenglamasini yozing.
- Reaksiya jarayonida kislota soni o`zgarishi bo`yicha polikondensatsiya kinetikasini o`rganing.
- Poliefirdagi gidroksil guruhlar (g.s.) sonini aniqlang (Fisher usuli bo`yicha).
- Olingan poliefir eruvchanligini etil spirti–reaktifkatida (1:1) $50-60^\circ\text{C}$ haroratda aniqlang.

Laboratoriya ishi – 3

Modifitsirlanmagan poliefir sintezi va mebel loki asosini olish.

Ishdan maqsad: Mebel loki asosini olish jarayonida turli xil monomerlar aralashmasida boradigan sintez o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% hisobida): Ftal anhidridi – 25.7; malein anhidridi - 11.3; etilenglikol - 12.6; dietilenglikol - 12.4; sintetik yog` kislotalar – 6.6; stiroi – 30.0; atseton – 1.4; gidroksinon (lok massasidan 0.01%)

Jihozlar: Qurilma (2 rasm); Konussimon kolbalar (250 ml), 3 dona; Viskozimetr (soplo 5.4); Sekundomer; Quruq qoldiq va qoplama qattiqligini (M-3) aniqlovchi asbob;

Ishni bajarish: Kolbaga etilenglikol, dietilenglikol, ftal va malein anhidridi solinadi, inert gazi ochiladi va qizdiriladi. Anhidridlar suyulganidan so`ng mexanik aralastirgich yoqiladi va kolbani 180°C gacha asta-sekin qizdirishni davom ettiriladi. Bu sharoitda reaksiya massasi 3 soat davomida turadi, keyin harorat 210° C gacha oshiriladi va eterifikatsiya jarayoni kislota soni (k.s.) ~ 40 va qovushoqligi 90 – 100 sek. (VZ-4 bo`yicha) bo`lgan poliefir olingunicha davom ettiriladi.

So`ng reaksiya massasi 70° C gacha sovutiladi va asta-sekin stiroil bilan gidroksinon qo`shiladi. Stirolda poliefir erigandan keyin unga sintetik yog` kislotalarning stiroldagi 10 %-li eritmasi qo`shiladi, endi massa 10 min. davomida aralastiriladi va quruq qoldig`i 61 % bo`lgan poliefir eritmasi hosil bo`lgunicha stirolning qo`shimcha miqdori qo`shiladi. Keyin atseton qo`shiladi va massani yana aralastiriladi.

Topshiriq

1. Poliefir hosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Quyidagi retseptura asosida uch komponentli lok tayyorlang (gramm xisobida).
To`yinmagan poliefir eritmasi – 100
Kobalt naftenatining (Co miqdori 1.5 %) stiroldagi eritmasi - 0.65
Kumol gidroperoksidi va tsiklogeksanon peroksidi (6.8:1 nisbatda) aralashmasi
3. Olingan uch komponentli lokni mo`yqalam bilan shisha va tunuka plastinkalariga surting va xona haroratida uning to`la qurish davomiyligini va lok qoplamasi qattiqligini aniqlang.

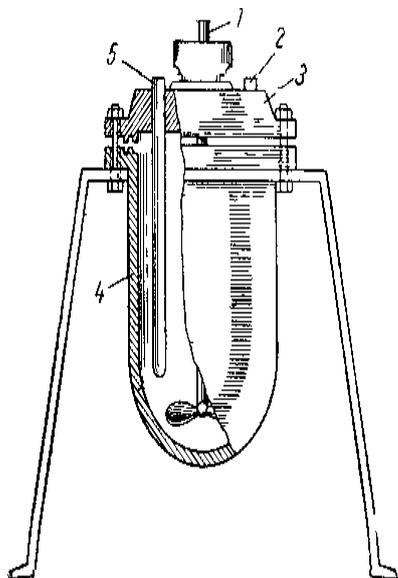
Laboratoriya ishi – 4

Kungaboqar moyi bilan modifitsirlangan “o`rta” gliftal poliefir sintezi

Ishdan maqsad: “o`rta” gliftal poliefir sintezi natijasida olingan moddadan tayyorlangan lok xususiyatlari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Kungaboqar moyi – 48.3; glitserin – 17.8; qo`rg`oshin linoleat – 0.1; ftal anhidridi – 33.8;

Jihozlar: Qurilma (3 rasm); Konussimon kolbalar (250 ml), 3 dona; Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Probirkali shtativ; Iodometrik shkala; ebulioskopik usulda molekula og`irligini aniqlovchi qurilma; Qoplama qattiqligini (M-3), zarbga mustahkamligi (U-1) va egilishga mustahkamligini (SHG) aniqlovchi asbob.



Rasm. 3. Poliefir sintez qilish reaktori:

- 1 - Mexanik aralastirgich;
- 2 - Inert gaz uzatuvchi quvurcha;
- 3 - Reaktor qopqog`i;
- 4 - Reaktor korpusi;
- 5 - Termometra uchun vtulka.

Ishni bajarish. Reaktorga kungaboqar moyi va qo`rg`oshin linoleati solib mexanik aralastirgich yoqiladi va 5 min. davomida aralastiriladi. Keyin glitserin qo`shiladi, inert gaz

o'tkaziladi va asta-sekin (100-110°S da reaksiya massasi ko'pirib ketishi mumkin) harorat 250°C ga yetguncha qizdiriladi. Shu haroratda moyning pereeterifikatsiya jarayoni etil spirti rektifikati bilan 1:3 nisbatda eriydigan modda (namuna har 15–20 minutda olinsin) hosil bo'lguncha olib boriladi. So'ng reaksiya massasi 180-190° C gacha sovutiladi va unga ftal anhidridi qo'shiladi. Hosil bo'lgan aralashmani 230° C gacha qizdiriladi va polieterifikatsiya jarayoni k.s. 25 (namuna har 15–20 minutda olinsin) va qovushoqligi 48–50 sek (VZ–4 bo'yicha) bo'lgan poliefir olingunicha davom ettiriladi.

Topshiriq.

1. Poliefir hosil bo'lishi reaksiyasini yozing.
2. Ebullioskopik usulda poliefirning molekula og'irligini aniqlang.
3. Poliefirning organik erituvchilardagi chiqimi va eruvchanligini (sifat tahlili) aniqlang.
4. 3–5 % sikkativ qo'shib 55 %-li konsentratsiyadagi lokni tayyorlang va uning qovushoqligini va rangini aniqlang.
5. Olingan lokni mo'yqalam bilan plastinkalarga surting va uning qurish tezligini 20° C va 100° C haroratda aniqlang.
6. Olingan qoplamlarni qattiqligi, zarb va egilishga mustahkamligini aniqlang.

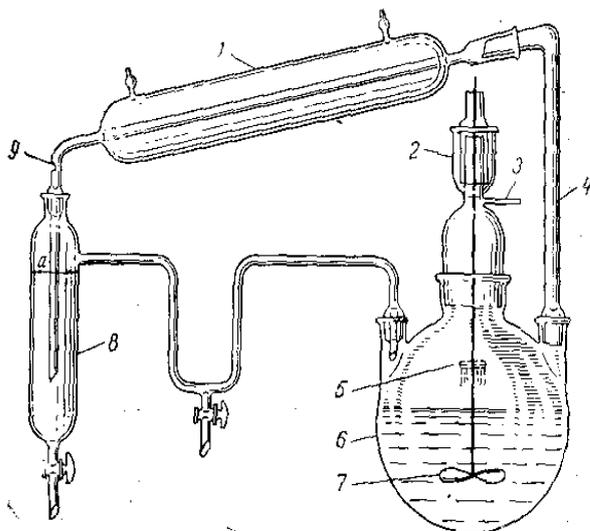
Laboratoriya ishi – 5

Kungaboqar moyi va kanifol' bilan modifitsirlangan pentaftal poliefirini azeotrop usulida sintez qilish

Ishdan maqsad: modifitsirlangan poliefirni azeotrop usulida sintez qilish jarayoni va olingan moddaning xossalari o'rganiladi

Xom-ashyo: (% hisobida): Kungaboqar moyi – 49.0; kanifol – 11.1; pentaeritrit (100%) – 15.3; ftal anhidridi – 24.6; natriy karbonat (moy massasidan 0.05%); ksilol (dastlabki moddalar massasidan 1.5%):

Jihozlar: Qurilma (4 rasm); Viskozimetr VZ-4; Sekundomer; Iodometrik shkala; ebullioskopik usulda molekula og'irligini aniqlovchi qurilma; Quruq qoldiqni aniqlovchi asbob.



Rasm. 4. Poliefirlarni azeotrop usulida sintez qilish qurilmasi:

- 1 - Libix sovutgichi;
- 2 - Moyli zatvor;
- 3 - Inert gaz uzatuvchi quvurcha;
- 4 - Ko'tarish quvurchasi;
- 5 - Termometr uchun bo'yin;
- 6 - To'rtbuyinli kolba;
- 7 - Mexanik aralastirgich;
- 8 - Kuyiluvchi quvurchali ajratish idishi

Ishni bajarish. Kolbaga kungaboqar moyi va maydalangan kanifol solinadi, inert gaz yoqiladi va kolba 150-170°C gacha qizdiriladi. Kanifol suyulganidan so'ng mexanik

aralashtirgich yoqiladi va 200°C gacha qizdirish davom ettiriladi. Keyin kolbaga natriy karbonat solinadi va reaksiya massasi 245° C gacha qizdiriladi. Shu haroratda asta-sekin pentaeritrit qo`shiladi va moyning qayta etefikatsiya jarayoni olinayotgan mahsulot (modda)ning etil spirti–rektifikati bilan 1:1 nisbatda eriydigan bo`lgunicha davom etadi. Bundan keyin kolbadagi massa 180° C gacha sovutiladi, ftal angidridi qo`shiladi va sovutish 130° C gacha davom ettiriladi. Keyin ajratuvchi idish ksilol bilan to`ldiriladi, kolbaga xam ksilol solinadi va massani 245° C gacha qizdiriladi. Shu haroratda polieterifikatsiya jarayoni k.s. 16 dan yuqori bo`lmagan poliefir olingunicha davom etadi.

Topshiriq.

1. Poliefir xosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Poliefirning molekula og`irligini ebulioskopik usulda aniqlang.
3. Poliefirning uayt–spirit yoki nefrasni solvent bilan 1:1 nisbatdagi aralashmasida eriting va 50%-li lokni tayyorlang.
4. Olingan lokni qovushoqligi, rangi va quruq qoldig`ini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 6

Sintetik yog` kislotalar (SJK) bilan modifitsirlangan pentaglftal poliefirini azeotrop usulda sintez qilish

Ishdan maqsad: Azeotrop usulda sintez qilish erdamida sintetik yog` kislotalar bilan modifitsirlangan pentaglftal oligomerining xususiyatlari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% hisobida): glitserin – 19.8; pentaeritrit – 10.2; ftal angidridi – 40.0; SJK S₁₀-S₁₆ – 30.0; ksilol (xom ashyo massasidan 3%):

Jihozlar: Qurilma (4 rasm); Konussimon kolbalar; Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Probirkali shtativ; ebulioskopik usulda molekula og`irligini aniqlovchi qurilma.

Ishni bajarish. Xomashyoning xammasi kolbaga solinadi, ajratuvchi idish “α” belgisigacha (4-rasmga qarang) ksilol solib to`ldiriladi, mexanik aralashtirgich yoqiladi va kolba 200°C gacha qizdiriladi. Shu haroratda polieterifikatsiya jarayoni k.s. 10 dan yuqori bo`lmagan va toluoldagi 50%-li eritmasining qovushoqligi 125-200 sekund (V3 – 4 bo`yicha) bo`lgan poliefir hosil bo`lgunicha davom etadi.

Topshiriq.

1. Poliefir xosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Ebulioskopik usulda poliefirning molekula og`irligini aniqlang.
3. Poliefirning organik erituvchilardagi eruvchanligini (sifat tahlili) aniqlang.

Laboratoriya ishi – 7

Zig`ir moyi bilan modifitsirlangan, suvda suyuluvchan pentaftal poliefiri sintezi

Ishdan maqsad: Suvda suyuluvchan pentaftal poliefiri sintezi natijasida xosil bulaetgan poliefir xususiyatlari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Rafinirlangan zig`ir moyi - 29.0; pentaeritrit – 12.3; ftal angidridi – 16.7; butil spirti – 25.5; izopropil spirti – 12.7; ammiak – 3.8; natriy karbonat (xom-ashyo miqdoridan 0.06%):

Jihozlar Qurilma (3 rasm); Uch bo`yinli kolbalar; Qaytar sovutgich; Mexanik aralashtirgich; Konussimon kolbalar (250 ml), 3 dona; Viskozimetr; Sekundomer; Probirkali shtativ; Quruq qoldiqni aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Reaktorga zig'ir moyi va pentaeritrit (umumiy miqdoridan 70%) solinadi, mexanik aralashtirgich, inert gaz (barbotaj) yoqiladi va reaktordagi massa 180° C gacha qizdiriladi. Keyin reaktorga natriy karbonat solinib, harorat 245°C gacha ko'tariladi va moyning qayta eterifikatsiya jarayoni etil spirti rektifikat bilan 1:10 nisbatda (namuna xar 20 minutda olinadi va eritishdan avval issiq xolda yig'ma fil'tr orqali fil'trlansin) eriydigan modda hosil bo'lgunicha olib boriladi. Bundan so'ng massa 180-200° C gacha sovutiladi va aralashtirib turgan xolda pentaeritrit va ftal angidridining qolgan qismi qo'shiladi. Agar reaksiya massasi sovib qolgan bo'lsa, uni yana 180° C gacha qizdiriladi va shu haroratda polieterifikatsiya jarayoni k.s. 54 dan yuqori bo'lmagan (namuna xar 10-15 minutda olinsin) poliefir hosil bo'lgunicha olib boriladi. Olingan poliefir 100°C gacha sovutiladi va qaytar sovutgich va mexanik aralashtirgich ulangan uch bo'yinli kol'baga quyiladi, u erda butil spirti va izopropil spirti bilan aralashtiriladi. Olingan eritma 20 ° C gacha sovutiladi va 25% - li ammiak eritmasi qo'shiladi.

Topshiriq.

1. Poliefir hosil bo'lishi reaksiyasini yozing.
2. Nima uchun poliefir suvda erishini tushuntiring.
3. Poliefir eritmasining quruq qoldig'ini aniqlang.
4. Poliefirning suv bilan 1:3 nisbatdagi eruvchanligini aniqlang.
5. Poliefir suvdagi eritmasining pH ko'rsatkichini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 8

Sintetik yog` kislotalari bilan modifitsirlangan, suvda suyuluvchan pentaglifital poliefiri sintezi

Ishdan maqsad: Modifitsirlangan, suvda suyuluvchan pentaglifital poliefiri sintezi jaraenlari va xosil bulgan poliefir xususiyatlari o'rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Sintetik yog` kislotalar S₁₀-S₁₃ - 29.44; pentaeritrit – 10.27; glitserin (98% - li) – 10.86; ftal angidridi – 23.03; izobutil spirti – 17.60; izopropil spirti – 8.80; ammiak.

Jihozlar: Qurilma (3 rasm); Uch bo'yinli kolbalar (500 ml); Qaytar sovutgich; Mexanik aralashtirgich; Konussimon kolbalar(250 ml), 3 dona; Probirkali shtativ; Quruq qoldiqni aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Reaktorga glitserin, pentaeritrit, sintetik yog` kislotalar, ftal angidridi solinadi, mexanik aralashtirgich yoqiladi va asta-sekin 180°C gacha (ko'pirishi mumkin!) qizdiriladi. Shu haroratda polieterifikatsiya jarayoni k.s. ~ 63-67 (namuna xar 10-15 minutda olinsin) bo'lgan poliefir xosil bo'lgunicha olib boriladi. Keyin olingan poliefir 75°C gacha sovutiladi va qaytar sovutgich va mexanik aralashtirgich ulangan uch bo'yinli kol'baga o'tkaziladi, u erda izobutil va izopropil spirtlari aralashmalari bilan eritiladi. Bundan so'ng poliefir eritmasi 30°C gacha sovutiladi va unga muhit pH = 6,5 -7,2 bo'lgunicha 25% - li ammiak eritmasi qo'shiladi, bunda eritma harorati oshib ketmasligiga e'tibor kilish kerak.

Topshiriq.

1. Poliefir hosil bo'lishi reaksiyasini yozing.
2. Poliefir nima uchun suvda erishini tushuntiring.
3. Olingan poliefir eritmasining quruq qoldig'ini aniqlang.
4. Poliefirning suv bilan 1:3 nisbatdagi eruvchanligini aniqlang.
5. Poliefir suvdagi eritmasining pH ko'rsatkichini aniqlang

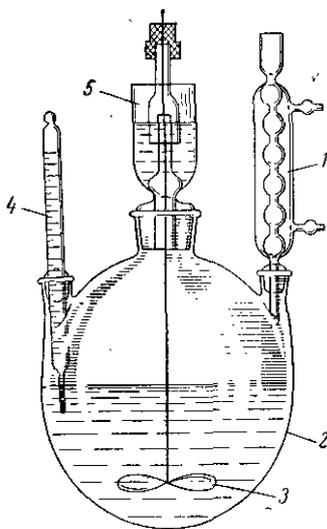
Laboratoriya ishi – 9

Perxlorvinil polimerini blok usulida sintez qilish

Ishdan maqsad: Blok polimerlanish usulida olinayotgan perxlorvinil polimerining xususiyatlarini o'rganish

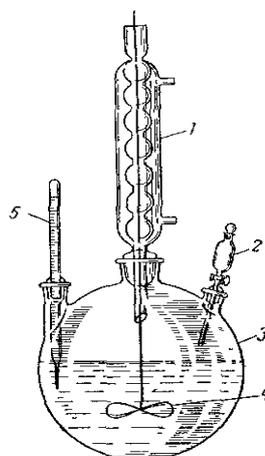
Xom-ashyo: (% hisobida): Polivinilxlorid - 91; tetraxloreten – 9; xlor:

Jihozlar: Qurilmalar (5, 7- rasmlar); Xlorator (10 -rasm); Byuxner voronkasi; Chinni likobchalar; Probirkali shtativ; Viskozimetrik usulda molekula og'irligini aniqlovchi asbob.



Rasm. 5. Kondensatsion turdagi oligomerlar sintezi qurilmasi:

- 1 - Sharli sovutgich;
- 2- Uch buyinli kolba;
- 3 - Aralashtirgich;
- 4 - Termometr;
- 5 - Movli zatvor

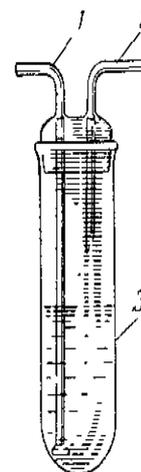


Rasm. 7. Glitsidil efirlari sintezi qurilmasi:

- 1- Sharli sovutgich;
- 2 - Tomchilatgich voronka;
- 3 - Uch buyinli kolba;
- 4 - Aralashtirgich;
- 5 - Termometr.

Rasm. 10. Barboter:

- 1 - Xlor uzatish quvurchasi;
- 2 - Chiqarish quvurchasi;



Ishni bajarish. Kolbaga 2 (5- rasmga qarang) tetraxloreten, polivinilxlorid solinadi, mexanik aralashtirgichni yoqib, kol'bani 50°C gacha qizdiriladi va polivinilxlorid to'la erib bo'lguncha shu harorat saqlab turiladi. Olingan eritma xona haroratigacha sovutiladi va xloratorga (10- rasmga qarang) o'tkaziladi, trubka 1 orqali 1 soat davomida xlor xaydaladi, bunda reaksiya massasining harorati 20°C dan oshmasligi kerak. Keyin xlor xaydash to'xtatiladi, reaksiya massasi 110 - 112°C gacha qizdiriladi va yana 30 min davomida xlor xaydaladi. Xlorlash jarayoni tugatilganidan so'ng polimer eritmasi 60°C gacha sovutiladi, ortiqcha xlor va vodorod xloridni trubka 1 orqali siqilgan xavo bilan xaydaladi. Keyin polimer eritmasi kol'baga quyiladi (7 rasmga qarang), 0°C gacha sovutiladi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi va tomchilatgich voronka orqali polimer eritmasiga asta– sekin metil spirti qo'shiladi. Metil spirti aralashib bo'lgach mexanik aralashtirgich to'xtatiladi va idish tubiga cho'kkan polimer Byuxner voronkasi orqali filtrlanadi, bundan so'ng uni metil spirti bilan o'sha joyida yuviladi. Polimer chinni chashkaga quyiladi va vakuum–quritish shkafida 45°C dan yuqori bo'lgan haroratda o'zgarmas og'irlikkacha quritiladi.

Topshiriq.

1. Polivinilxloridni xlorlash reaksiyasini yozing.
2. Polimerni organik erituvchilarda eruvchanligini (sifat tahlili) aniqlang.
3. Polimerdagi xlor miqdorini aniqlang.
4. Viskozimetrik usulda polimerning molekula og'irligini aniqlang.

Laboratoriya ishi –10

Blok polimerlanish usulida polibutilmetakrilat sintezi

Ishdan maqsad: Ampulada blok polimerlanish usulida olinatgan polimerning xususiyatlarining initsiator konsentratsiyasiga bog'liqligini o'rganish

Xom-ashyo: (% hisobida): Butilmetakrilat - 99; benzoil peroksid – 1:

Jihozlar: Ampulalar (20 ml), 3 dona; Termometr (0°S - 100°C); Suv xammomi; Konussimon kolbalar(250 ml), 3 dona; Probirkali shtativ; Yorug'lik yoyilishi usulida molekular og'irligini o'lchovchi qurilma.

Ishni bajarish. Ampulaga butilmetakrilat va benzol peroksidi solinadi. Keyin ampula kavsharlanadi va 80°C gacha qizdirilgan suv hammomiga (suv xammomi extiyot oynasi bilan yopilishi shart) tushiriladi. Shu haroratda polimerlanish jarayoni 2 soat davom etadi.

Topshiriq.

1. Polimer hosil bo'lishi reaksiyasini yozing.
2. Benzoil peroksidi miqdorini 2 va 4 marta kamaytirib polimer oling.
3. Polimerning chiqimini aniqlang.
4. Yorug'lik yoyilishi usulida polimer molekulasi og'irligini aniqlang.
5. Polimerni organik erituvchilarda eruvchanligini aniqlang.

Laboratoriya ishi –11

Eritmada polimerlash usulida polivinilbutiral sintezi

Ishdan maqsad: eritmada polimerlash usulida olingan polivinilbutiral polimerining xususiyatlari va polimerlanish jarayoni o'rganiladi.

Xom-ashyo: (% hisobida): Polivinil spirti -10.6; moy al'degidi – 25.5; sul'fat kislotasi – ($\rho=1.83\text{g}/\text{sm}^3$) – 0.2; benzol – 63.7.

Jihozlar: Qurilma (7- rasmlar); Shliflangan sovutgich ulangan konussimon kolbalar (250ml), 3 dona; Shliflangan sovutgich ulangan aylana tubli kolbalar (200ml), 3 dona; Probirkali shtativ; Suv bug'i bilan haydovchi asbob; Viskozimetrik usulda molekula og'irligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Kolbaga benzol va sul'fat kislotasi solinadi, uni muz solingan xammomga 3-5°C gacha sovutiladi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi va asta – sekin polivinil spirti qo'shiladi. Reaksiya massasi 10 minut aralashtirilgandan so'ng unga tomchilatib voronkadan moy al'degidi qo'shiladi va 30 minut davomida massani aralashtiriladi. Keyin muzli xammomni yig'ishtirib, reaksiya massasi harorati xona haroratiga etguncha kutib turiladi va harorat asta–sekin 70-75°C gacha oshiriladi, shu sharoitda xosil bo'lgan polivinilbutiral benzolda to'la erigunicha (~ 4 soat) saqlab turiladi. Olingan eritmadagi benzolni suv bug'i bilan haydaladi, cho'kmaga tushgan polivinilbutiral yaxshilab suvda yuviladi va vakuum–quritgich shkafida 40°C dan yuqori bo'lgan haroratda quritiladi.

Topshiriq.

1. Polimerning hosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Polimerning chiqimini aniqlang.
3. Polimer molekulasi og`irligini viskozimetrik usulda aniqlang; fraktsiyalarga ajrating va xar bir fraktsiyani molekula og`irligini aniqlang.
4. Polimerdagi gidroksil guruhlar sonini aniqlang.
5. Polimerning organik erituvchilardagi eruvchanligini aniqlang.

Laboratoriya ishi –12

Eritmada polimerlanish usulida polivinilatsetat sintezi

Ishdan maqsad: Polivinilatsetat sintezini eritmada utkazib xosil bulgan polimer xususiyatlari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Vinilatsetat – 49.7; benzoil peroksidi – 0.6; benzol - 49.7:

Jihozlar: Qurilma (5 rasm); Chinni idish; Probirkali shtativ; Viskozimetrik usulda molekula og`irligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Ko`lbaga vinilatsetat, benzoil peroksidi, benzol solinadi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi va reaksiya aralashmasi 80°C gacha qizdiriladi. Shu haroratda polimerlanish jarayoni 3 soat davom etadi, so`ng polimer eritmasi chinni idishchaga quyiladi va erituvchini yo`qotish uchun tortgich shkafga joylashtiriladi. erituvchini botamom yo`qotish uchun polimerni 60°C haroratda va 200 – 300 mm s.u. qoldiq bosim sharoitida vakuum – quritgich shkafida quritiladi.

Topshiriq.

1. Polimer hosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Polimerning chiqimini, molekula og`irligi va organik erituvchilardagi eruvchanligini aniqlang.

Laboratoriya ishi –13

Emulsiya usulida vinilxloridning vinilatsetat bilan sopolimerini sintez qilish

Ishdan maqsad: Sopolimerlarni sintez qilish jarayoni va olingan maxsulotning xossalari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Vinilxlorid – 21.1; vinilatsetat – 3.6; distillangan suv – 74.5; sulfanol - 0.7: ammoniy persulfat – 0.1:

Jihozlar: Qurilma 5- rasm); Avtoklav; Byuxner voronkasi; Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Probirkali shtativ; Namlik miqdorini o`lchovchi asbob.

Ishni bajarish. Avtoklavga suv, sulfanolning distillangan suvdagi 20% - li eritmasi, ammoniy persulfatning 5% - li eritmasi va vinilatsetat solinadi. Avtoklav qopqog`i yopilib, 11 at bosim yig`iladi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi va avtoklav tashkarisiga reaksiya massasini sovutish uchun sovuq suv berib turiladi. Keyin avtoklavga asta – sekin ballondagi vinilxlorid beriladi, bunda massa harorati 20°C dan oshmasligi, bosim esa 12 at dan yuqori bo`lmasligi lozim. Avtoklav ichi 70-72°C gacha qizdiriladi va shu haroratda avtoklav ichidagi bosim 1.0–1.5 at bo`lgunicha (~2.5-3 soat) sopolimerlanish jarayoni olib boriladi. Jarayon tugashi bilan emul'siya 20-25°S gacha sovutiladi va kolbaga 2 (5 rasmga qarang) quyib olinadi, uni ustiga distillangan suv qo`shiladi (emulsiya massasidan 100%), mexanik aralashtirgichni yoqiladi va asta– sekin 5%-li alyumokaliy kvastslar eritmasi qo`shiladi (suyultirilgan emulsiya massasidan 100%) . Koagulyatsiyalangan massani asta–sekin (1 soat davomida) 80-85°C gacha qizdiriladi, 30 minutdan so`ng 20–25°C gacha sovutiladi. Keyin sopolimer Byuxner voronkasiga solinadi, filtrlanadi, sopolimerni esa yuvindi suvida SO²⁻₄ ioni (BaCl₂ bo`yicha tekshiriladi) qolmagunicha

yuviladi. Yuviq tozalangan sopolimer chinni idishga solinadi va 55°C da quritgich shkafda o`zgarma massagacha quritiladi.

Topshiriq.

1. Sopolimer hosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Sopolimerdagi xlor va namlik miqdorini aniqlang
3. Sopolimerni organik erituvchilardagi eruvchanligini (sifat tahlili) aniqlang.

Laboratoriya ishi – 14

Stirolni oksidlangan zig`ir moyi bilan sopolimeri sintezi

Ishdan maqsad: Stirolni oksidlangan zig`ir moyi bilan sopolimeri sintezi jarayoni va olingan lok qoplamasi xususiyatlari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Stirol – 55.0; zig`ir moyi (chala oksidlangan) – 45.0; kumol gidroperoksidi – (stirol massasidan 3 %); uayt - spirti; ksilol:

Jihozlar: Qurilma (3,5 -rasmlar); Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Quruq qoldiqni va qurish davomiyligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Kolbaga oksidlangan zig`ir moyi solinadi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi, uni 135–140°C gacha qizdiriladi va asta–sekin kumol gidroperoksidining stirolidagi avvaldan tayyorlangan eritmasini tomchilatgich voronkadan quyiladi. Keyin shu haroratda quruq qoldig`i 95 % dan kam bo`lmagan (namuna har 2 soatda olib turiladi) modda hosil bo`lguncha sopolimerlanish reaksiyasi olib boriladi. Sopolimerlanish tugaganidan so`ng reaksiya massasi reaksiyaga kirishmagan stirolni yo`qotish uchun ehtiyotlik bilan puflanadi, keyin esa sopolimer ksilolni uayt–spirti bilan (70:30) aralashmasida 70–75% quruq qoldiq miqdoriga yetguncha eritiladi.

Topshiriq.

1. Sopolimerlanish reaksiyasini sxemasini yozing.
2. Shisha plastinkaga mo`yqalam bilan lokni surting va lok qoplamasining 20°C da qurish davomiyligini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 15

Stirolning epoksiefir bilan sopolimeri sintezi

Ishdan maqsad: Stirolning epoksiefir bilan sopolimeri sintezi natijasida xosil bulgan polimerdan lok tayyorlanadi va uning xossalari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% hisobida): Stirol – 37; epoksiefir – 63; kumol gidroperoksidi (stirol massasidan 2%); sikkativ 7640; ksilol:

Jihozlar: Qurilma (5 rasm); Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Quruq qoldiqni va qurish davomiyligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Kolbaga epoksiefirning ksiloldagi 50 %-li eritmasi solinadi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi va epoksiefir eritmasi 140°C gacha qizdiriladi. Keyin unga stirolning ksiloldagi 50 % - li eritmasi (umumiy mikdorning 33.3%), kumol gidroperoksidi qo`shiladi va 140°C da 1 soat davomida ushlab turiladi. Bundan so`ng yana stirolning ksiloldagi 50 % - li eritmasi (umumiy mikdorning 33.3%), solinadi, 1 soat ushlab turiladi, 50 % - li ksiloldagi eritmasining qolgan qismi qo`shiladi, aralashma harorati 145 - 150°C ga ko`tariladi va 11 soat sopolimerlanish jarayoni davom etadi. Sopolimer 50 – 60°C gacha sovutiladi, 30% - li quruq

qoldiqqa ega boʻlgan lok hosil boʻlguncha ksilol bilan suyultiriladi va 3 % miqdorda sikkativ 7640 qoʻshiladi.

Topshiriq.

1. Sopolimerlanish reaksiyasi sxemasini yozing.
2. Lokning qovushoqligini viskozimetr V3 - 4 boʻyicha aniqlang.
3. Lokni shisha plastinkaga moʻyqalam bilan surtib 20°C da qurish vaqtini aniqlang.

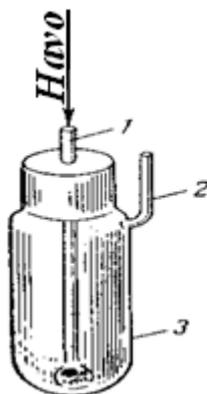
Laboratoriya ishi – 16

Oksidlangan moylar olish

Ishdan maqsad: Oksidlangan moylarning va dastlabki moylarning xossalari oʻrganiladi va solishtiriladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Zigʻir moyi:

Jihozlar: Oksidator (8 rasm); Qum xammomi; Havo xaydagich; Termometr; Konussimon kolbalar (250 ml), 3 dona; Burama probkali konussimon kolbalar (250 ml), 3 dona; Kansyuletkalar, 2 dona; Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Refraktometr; Iodometrik shkala;



Rasm 8. Oksidator:

- 1 - Havo uchun barbotyor;
- 2 - Chiqarish quvurchasi;
- 3- Oksidator korpusi.

Ishni bajarish. Ishni oʻtkazish sharoitlari quyidagi jadvalda keltirilgan.

Jadval 1. Zigʻir moyining oksidlash jarayoni sharoitlari

| Misol № | Harorat, °C | Davomiylik, soat |
|---------|-------------|------------------|
| 1 | 105 | 15 |
| 2 | 130 | 10 |
| 3 | 150 | 8 |

Oksidator hajmining $\frac{1}{3}$ qismiga moy solinadi, uni qum xammomiga joylashtiriladi, va moyni oksidlash haroratigacha qizdiriladi. Keyin havoxaydagich yoqiladi va 0.5 l/min tezlikda maʼlum vaqt mobaynida moy orqali havo xaydaladi. Keyin havo xaydagich oʻchiriladi, qizdirish toʻxtatiladi va moyni havo haroratigacha sovutiladi.

Topshiriq.

1. Moylar oksidlanishidagi kimyoviy jarayonlarni tushuntirib bering.
2. Dastlabki va oksidlangan moylarni Qovushoqlik, reaksiya koeffitsenti, rangi, kislota soni, sovunlanish soni va yod sonini aniqlang.

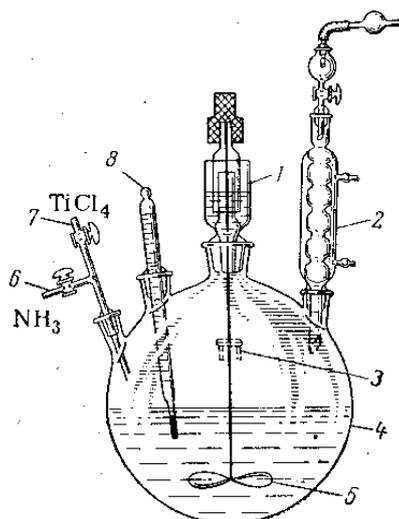
Laboratoriya ishi – 17

Epoksidlangan soya moyini chumoli kislotasi usulida olish

Ishdan maqsad: Sintez qilingan soya moyidan lok tayyorlanadi va uning xossalari o'rganiladi.

Xom-ashyo: (% xisobida): Soya moyi – 26.3; vodorod peroksidi (30% - li konts.); chumoli kislotasi – 5.5; toluol – 39.2:

Jihozlar: Qurilma (9- rasm); Ajratuvchi voronka; Chinni idishcha; Shliflangan probkali konussimon kolbalar (250ml), 3 dona; Kapsyuletkalar, 2 dona;



Rasm 9. Polibutiltitanat sintez qilish qurilmasi:

- 1- Moyli zatvor;
- 2 - Sharli sovutgich;
- 3 - Tomchilatgich voronka uchun buyin;
- 4 - Besh buyinli kolba;
- 5 - Aralastirgich;
- 6 - Ammiak uzatish quvurchasi;
- 7 - Titan (IV) xlorid uzatish quvurchasi;
- 8 - Termometr.

Ishni bajarish. Kolbaga soya moyi, toluol (umumiy miqdorining 15%) va vodorod peroksidi solinadi, mexanik aralastirgichni yoqiladi va aralashma 70°C gacha qizdiriladi. Shu haroratda tomchilatgich voronkadan asta – sekin chumoli kislotasi quyiladi va reaksiya massasi 7 soat ushlab turiladi. Jarayon suv qatlamidagi vodorod peroksidi va chumoli kislotasi bo'yicha nazorat qilinadi. Vodorod peroksid va chumoli kislotasi miqdori deyarli kamaymay qolgach, reaksiya tugatiladi. Bundan so'ng qizdirish to'xtatiladi, massani 20°C gacha sovutiladi va ajratuvchi voronkaga quyib olinadi. Tinib qolgan pastki suv qatlami tukib tashlanadi, epoksidlangan moyni eritish uchun toluolning qolgan qismi qo'shiladi va moy eritmasi bir necha marta yuvindi suvda vodorod peroksid va chumoli kislotasi qolmagunicha suv bilan yuviladi. Buning uchun 3 ml yuvindi suv chinni idishga solinadi va bir necha tomchi xrom angidridining konsentrlangan sul'fat kislotadagi eritmasi qo'shiladi. Agar vodorod peroksid bo'lsa, u holda namuna yashil ranga bo'yaladi. Chumoli kislotasi bor yo'qligi universal indikator qog'oz yordamida aniqlanadi.

Yuvilgan epoksidlangan moyni vakuum ostida xaydovchi asbobga quyib olinadi va 660 mm s.u. qoldiq bosim va 100°C da suv-toluol distillyat xaydab ajratiladi. Bundan so'ng qoldiq bosim 720–740 mm s.u. yetkaziladi va 100°C da moyni 2 soat mobaynida quritiladi. Moy namunasi tiniqlashgach quritish to'xtatiladi

Topshiriq.

1. Soya moyining epoksidlanish reaksiyasi sxemasini yozing.
2. Epoksidlangan moydagi epoksid kislorod miqdori, iod va kislotasi sonlarini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 18

Cho'ktirilgan qo'r g'oshin rezinati va linoleati olish

Ishdan maqsad: Sikkativ sintezi va uning zigir moyini qotirishini o'rganish.

Xom-ashyo: (% hisobida):

| | I | II | III |
|---|------|------|-----|
| Kanifol | 66,0 | - | 60 |
| Zig`ir moyi | - | 66,0 | - |
| Kaustik soda (10 % - li suvdagi eritma). | 6,7 | 6,7 | - |
| Kal`tsinirlangan soda (10 % - li suvdagi eritma). | - | - | 15 |
| Sirka kislotaning qo`r g`oshinli tuzi (7.5 % - li suvli eritma) | 27,3 | 27,3 | 25 |

Jihozlar: Chinni stakan; Mexanik aralashtirgich; Termometr; Byuxner voronkasi; Chinni idishcha; Qurish davomiyligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Chinni stakanga kanifol yoki zig`ir moyi solinadi, aralashma 100°C gacha qizdiriladi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi va kaustik yoki kal`tsinirlangan soda 10 % - li eritmasi qo`shiladi. Sovunlanish reaksiyasi tugagandan so`ng (namunaning suvda eruvchanligi) massa sovutiladi va unga sirka kislota qo`rg`oshinli tuzining 7.5 % - li eritmasi qo`shiladi. Bunda almashinib parchalanish reaksiyasi bo`lib o`tadi va hosil bo`lgan qo`rg`oshinli tuz cho`kma holatda cho`kadi. Cho`kma tinganidan so`ng eritma to`kib tashlanali, cho`kma Byuxner voronkasiga o`tkaziladi, bir necha marta iliq suv bilan yuviladi, chinni idishchaga solib quritgich shkafida 70 -80°C da surtiladi.

Topshiriq.

1. Sikkativ xosil bo`lishdagi kimyoviy reaksiyalarni yozing.
2. Zig`ir moyiga sikkativ eritmasidan 10 % qo`shing (1 qism sikkativ va 3 qism skipidar) va qurish tezligini o`rganing.
3. Sikkativ chiqimini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 19**Cho`ktirilgan marganets linoleati olish**

Ishdan maqsad: Sikkativning xossalari o`rganiladi.

Xom-ashyo: (% hisobida): Zig`ir moyi – 66.3; kaustik soda (10 % - li eritma) - 6.7; marganets xlorid (7.5 % - li eritma) – 27.0; uayt – spirit :

Jihozlar: Chinni stakan; Mexanik aralashtirgich; Termometr; Ajratuvchi voronka; Probirkali shtativ; Vakuum ostida xaydovchi asbob:

Ishni bajarish. Chinni stakanga zig`ir moyi solinadi, mexanik aralashtirgichni yoqiladi, 100°C gacha qizdiriladi, kaustik sodaning 10% - li eritmasi qo`shiladi va namunasi suvda eruvchan holga etguncha sovunlanish reaksiyasi olib boriladi. Keyin massa sovutiladi, marganets xloridning 7.5 % - li eritmasi qo`shiladi va cho`kma hoida cho`kib koluvchi sikkativ hosil bo`lgunicha aralastiriladi. Stakanga uayt–spirit qo`shiladi (1:1), sikkativ eritiladi va ajratuvchi voronkagacha o`tkaziladi, u erda massa ikki qatlamga ajraladi. Suv qatlami to`kib yuboriladi, sikkativ eritmasi esa iliq suvda (50°C) yuviladi, uni vakuum ostida xaydovchi asbobga quyiladi va 100 mm s.u. qoldiq bosim va 80°C haroratda toluol xaydab chiqariladi.

Topshiriq.

1. Sikkativ hosil bo`lishi reaksiyasini yozing.
2. Sikkativning skipidar, uayt – spirit va zig`ir moyidagi (130°C da) eruvchanligini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 20**Bitum loki sintezi**

Ishdan maqsad: Neft bitumidan lok olish va uning xossalari o`rganish.

Xom-ashyo: (% hisobida): Neft bitumi – 32.5; Asfal'tit - 8.1; uayt – spirit – 37.8; solvent – 21.6:

Jihozlar: Qurilma (5 rasm); Viskozimetr V3 - 4; Sekundomer; Qurish davomiyligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Kolbaga bitum, asfaltit solinadi, kolbani 120 -130°C gacha qizdiriladi, (ko'pirishi mumkin), keyin esa 280°C gacha, va shu harorat bir jinsli massa hosil bo'lgunicha saqlab turiladi. Olingan maxsulot 135°Cgacha sovutiladi, uayt – spirit va solvent qo'shiladi va aralastiriladi.

Topshiriq.

1. Lokni qovushoqligini aniqlang.
2. Olingan lokni shisha plastinkaga surting va uni qurish davomiyligini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 21

Shellak loki tayyorlash

Ishdan maqsad: Shellak loki tayyorlash va uning kurishini kuzatish.

Xom-ashyo: (% hisobida): Shellak – 28.5; kanifol' - 4.8; etil spirti – 66.7:

Jihozlar: Qurilma (5rasm); Qurish davomiyligini aniqlovchi asbob.

Ishni bajarish. Kolbaga etil spirti quyiladi, mexanik aralastirgichni yoqiladi va asta – sekin shellak qo'shiladi (shellak yaxshi erish uchun kol'bani 30°C gacha qizdirish mumkin). Tayyor bo'lgan eritmaga avvaldan maydalangan kanifol qo'shiladi va u to'la erib ketgunicha massani aralastiriladi.

Topshiriq.

Olingan lokni shisha plastinkaga surting va uni to'la qurishi davomiyligini aniqlang.

Laboratoriya ishi – 22

Oq rangli pentaftal emalini tayyorlash

Ishdan maqsad: emal tayyorlashni o'rganish va undan olingan qoplamalarning xossalarini kuzatish.

Xom-ashyo: (% xisobida): Pigment pastasi – 44.5; lok PFL - 64 - 50.5; sikkativ 63 – 3.0; uayt – spirit – 2.0; Pigment pastasi: Titan (II) oksidi R-02 -68.6; lak PFL-64 -17.7; uayt – spirit – 6.8; Solvent – 6.9:

Jihozlar: Laboratoriyaviy aralastirgich; Kraskoterka mashinasi; Chinni stakan; Mexanik aralastirgich; Viskozimetr V3-4; Sekundomer; “Klin bo'yicha maydalash darajasi qurish davomiyligi (M-3), zarbga (U-1) va egilishga mustahkamlikni aniqlovchi asboblar.

Ishni bajarish. emal tayyorlash uchun avval pigment pastasi olinadi, keyin emal tayyorlanadi.

Pigment pastasi olish. Laboratoriyaviy aralastirgichga (yoki mexanik aralastirgichli chinni stakan) pigment, lok va erituvchi solinadi, mexanik aralastirgich yoqiladi va aralashmani bir jinsli massa holga kelgunicha aralastiriladi. Keyin aralastirgich ichidagi massa kraskoterka mashinasiga quyiladi, u erda maydalash darajasi 10 - 20 mkm (“Klin” bo'yicha) bo'lgunicha ediriladi.

Emal tayyorlash. Mexanik aralastirgichli chinni stakanga pigment pastasi solinadi, aralastirgich yoqiladi va asta – sekin lok va erituvchi qo'shiladi. Massa yaxshilab aralastiriladi va metall to'rdan (1600 teshiklar /sm²) o'tkazib filtrlanadi.

Topshiriq.

Olingan emalni texnikaviy shartlarga mosligini tekshiring.

1. Qovushoqlik, sek. 80
2. Qurish davomiyligi, 18 - 22°C da,
soat, ko`p emas 48
3. Zarbga mustaxkamlik, kgs · sm,
ko`p emas 40
4. Egilishga mustaxkamlik, mm,
ko`p emas 1
5. Qattiqlik, kam emas 0.2

Adabiyotlar:

1. Сорокин М.Ф., Шоде Л.Г., Кочнова З.А.,
Химия и технология пленкообразующих веществ. – М. Химия 1981 – 448 бет.
2. М.Ф. Сорокин, К.А. Лялюшко.
Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. – М. 1971.
3. Мағмуров Ф.А.
“Синтетик va tabiiy yuqori molekulyar birikmalar kimyoviy texnologiyasi” fanidan
maxruzalar matni. Toshkent 2007
4. Мағмуров Ф.А.
“Polimer va plastik massalar texnologiyasidan laboratoriya amaliyoti”, Toshkent 2007
(elektron variant).

КИРИШ.

“ҚОПЛАМА ХОСИЛ ҚИЛУВЧИ МАТЕРИАЛЛАР ТЕХНОЛОГИЯСИ” фанини ўрганишда дастур бўйича лаборатория машғулоти ўтказилади.

Хар бир лаборатория машғулоти ўтказишдан аввал, талаба ушбу лаборатория ишини ўтказиш учун лаборатория иши ёзмаси, сўнгида келтирилган дарслик ва маъруза матнидан керакли назарий билимларни, ўтказиш лозим бўлган лаборатория ишини ўтказиш услубини, топшириқда келтирилган текшириш усуллари эгаллаб олиши ва лаборатория машғулоти ўтказувчи ўқитувчига коллоквиум топшириши керак. Олинган олигомер ва полимер, топшириқда келтирилган текшириш усуллари барчаси Сорокин М.Ф., Шоде Л.Г., Кочнова З.А., Химия и технология пленкообразующих веществ. – М. Химия 1981 ва М.Ф. Сорокин, К.А. Лялюшко К.А. Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. – М. дарсликларида келтирилган.

Лаборатория машғулоти бажариш жараёнида талаба синтетик ва табиий бирикмалардан лок-буёқ материалларни синтез қилишнинг турли технологик усуллари билан танишади ва бу технологик усуллари бир – бири билан солиштириш, уларнинг натижаларини таҳлил қилишни ўрганади. Лаборатория ишларини бажариш жараёнида талаба синтетик ва табиий юқори молекулали бирикмалар асосида турли хил лок-буёқ материалларни олиш технологияси, ҳамда олинган материаллардан қопламалар олиб, уларнинг айрим хоссаларини ўрганиш усуллари билан ҳам танишади.

Машғулоти тугаганидан сўнг талаба ҳисобот тайёрлайди, унда бажарилган ишларнинг назарияси ва қисқача мазмуни, иш жараёнида қўлланилган асбоб ва ускуналарнинг расми ҳамда схемаси берилади, текширилган катталикларни графиги чизилади, олинган натижалар таҳлил қилиниб, текшириладиган масаланинг назарий ҳолатини тасдиқлайдиган хулоса берилади. Фойдаланилган адабиётлар рўйхати келтирилади.

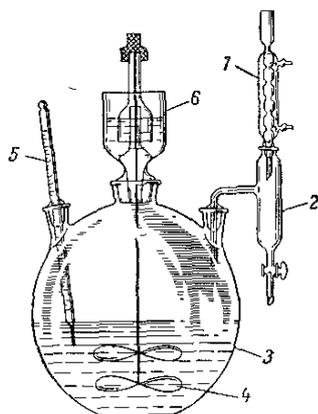
Лаборатория иши –1

Диметилтерефтлат асосида модифицирланмаган полиэфир синтези ва унинг асосида лок олиш.

Ишдан мақсад: Қайта эфирлаш усули билан полиэфир синтези жараенлари ва хосил бўлган полиэфир хусусиятлари ўрганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): диметилтерефтлат – 31.4; глицерин – 9.7; диэтиленгликол – 5.5; этиленгликол 39.5; солвент – 9.5; тетрабутоксититан -1.1

Жихозлар: Қурилма (1 расм); Вискозиметр (сепло 5.4); Секундомер; Қуриш давомийлигини аниқловчи асбоб.



1 расм: Полиэфир синтез қилиш қурилмаси.

- 1 - Шарли совутгич;
- 2 – Дин-Старк тутқичи;
- 3 – Уч - бўйинли колба;
- 4 – Механик аралаштиргич;
- 5 – Термометр;
- 6 – Мойли затвор.

Ишни бажариш: Колбага қўпатомли спиртлар солиб механик аралаштиргич ёқилади ва уни 150-160 °С гача қиздирилади. Шу ҳароратда колбага диметилтерефтлат ва тетрабутоксититан (умумий миқдоридан 30%) қўшилади. Этерификация реакцияси ҳароратни поғонама–поғона ошириб ҳайдалиб чиқаётган метил спирти миқдори ва реакция массаини назорат қилган ҳолда олиб борилади. Этерификация реакцияси ўтказиш шароити қуйида келтирилган.

| Реакция массаси ҳарорати, °С | Қиздириш давомийлиги, соат |
|------------------------------|----------------------------|
| 130 – 160 | 7 – 8 |
| 160 – 180 | 7 – 8 |
| 180 – 200 | 5 – 6 |
| 200 – 210 | 8 - 9 |

Қовушоқликни аниқлаш учун биринчи намуна колбадан метил спиртининг 80–85 % миқдори (назарий) ҳайдалгач, сўнгра эса ҳар соатда олинади. Этерификация маҳсулотининг трикрезолдаги 50% - ли эритмасининг қовушоқлиги 4–5 минутга етгач (ВЗ–1 бўйича 25°С да) колбага трикрезол қушилади (умумий миқдоридан 28%). Реакция массаси 200–210°С гача қиздирилади ва этерификация жараёни маҳсулотнинг трикрезолдаги 50% - ли эритмаси қовушоқлиги 5–6 мин (ВЗ–1 бўйича 25°С да) булғунича давом эттирилади. Бундан сўнг реакция массаси 160 °С гача совутилади ва унга трикрезолнинг колган қисми (умумий миқдоридан 62%) қўшилади.

Трикрезолдаги эритма хосил бўлганидан сўнг у 80–100°С гача совутилади ва унга тетрабутоксититаннинг колган қисми (умумий миқдоридан 70%), солвент ва трикрезолнинг колган қисмидан (умумий миқдоридан 10%) иборат қисми қуйилади.

Топшириқ.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакция тенгламасини ёзинг.
2. Полиэфир таркибига нима учун тетрабутоксититан қўшилганини тушунтириб беринг.

3. Олинган локнинг куруқ қолдиғини топинг.
4. Локни (мўйкалам) билан алюмин фолга юзасига суртинг ва уни 200°C ҳароратда тўла қуриши давомийлигини аниқланг.
5. Олинган локнинг қопламасини 220°C да иссиққа чидамлилигини аниқланг.

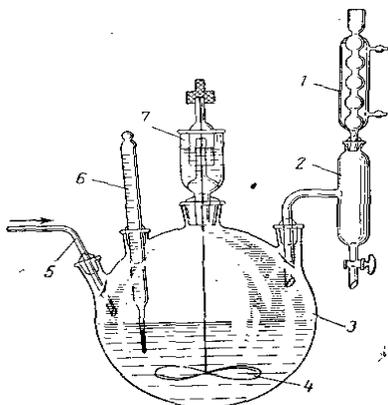
Лаборатория иши – 2

Фтал ангидриди асосида модифицирланмаган полиэфир синтези.

Ишдан мақсад: Модифицирланмаган полиэфир синтези жараенида поликонденсация кинетикаси ўрганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Фтал ангидриди – 28.1; диэтиленгликол 28.1; глицерин –20.8;

Жихозлар: Курилма (2 расм); Конуссимон колбалар (250 мл), 3 дона; Шлифланган совутгич қуйилган конуссимон колбалар(250 мл), 3 дона.



Расм. 2. Инерт газ оқимида полиэфирлар синтез қилиш қурилмаси:

- 1 - Шарли совутгич;
- 2- Дин-Старк тутқичи;
- 3 –Турт–буйинли колба;
- 4 - Механик аралаштиргич;
- 5 – Инерт газ узатувчи қувурча;
- 6 – Термометр;
- 7 - Мойли затвор.

Ишни бажариш: Колбага диэтиленгликол ва глицерин солиб механик аралаштиргич ёқилади ва аста-секинликда фтал ангидриди қушилади. Кейин инерт газ уланади, колба ичидаги масса 200±3°C гача қиздирилади (тезлиги 1 соатда 30-35°C) ва шу ҳароратда полиэфирнинг кислота сони 8-15 бўлгунича ушлаб турилади (намуна фтал ангидриди солиниши билан дарҳол олинади, сўнгра ҳар 10 минутда).

Топшириқ.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакция тенгламасини ёзинг.
2. Реакция жараёнида кислота сони ўзгариши бўйича поликонденсация кинетикасини ўрганинг.
3. Полиэфирдаги гидроксил гуруҳлар (г.с.) сонини аниқланг (Фишер усули бўйича).
4. Олинган полиэфир эрувчанлигини этил спирти–реактивкатида (1:1) 50-60°C ҳароратда аниқланг.

Лаборатория иши – 3

Модифицирланмаган полиэфир синтези ва мебел локи асосини олиш.

Ишдан мақсад: Мебель локи асосини олиш жараенида турли хил мономерлар аралашмасида борадиган синтез ўрганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Фтал ангидриди – 25.7; малеин ангидриди - 11.3; этиленгликоль - 12.6; диэтиленгликоль - 12.4; синтетик ёғ кислоталар – 6.6; стирол – 30.0; ацетон – 1.4; гидрохинон (лок массасидан 0.01%)

Жихозлар: Қурилма (2 расм); Конуссимон колбалар (250 мл), 3 дона; Вискозиметр (сопло 5.4); Секундомер; Қуруқ қолдиқ ва қоплама қаттиқлигини (М-3) аниқловчи асбоб;

Ишни бажариш: Колбага этиленгликоль, диэтиленгликоль, фтал ва малеин ангидриди солинади, инерт гази очилади ва қиздирилади. Ангидридлар суюлганидан сўнг механик аралаштиргич ёқилади ва колбани 180°C гача аста-секин қиздиришни давом эттирилади. Бу шароитда реакция массаси 3 соат давомида туради, кейин ҳарорат 210°C гача оширилади ва этерификация жараёни кислота сони (к.с.) ~ 40 ва қовушоқлиги 90 – 100 сек. (ВЗ–4 бўйича) бўлган полиэфир олингунича давом эттирилади.

Сўнг реакция массаси 70°C гача совутилади ва аста-секин стирол билан гидрохинон қўшилади. Стиролда полиэфир эригандан кейин унга синтетик ёғ кислоталарнинг стиролдаги 10 %-ли эритмаси қўшилади, энди масса 10 мин. давомида аралаштирилади ва қуруқ қолдиғи 61 % бўлган полиэфир эритмаси ҳосил бўлгунича стиролнинг қўшимча миқдори қўшилади. Кейин ацетон қўшилади ва массани яна аралаштирилади.

Топшириқ.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Қуйидаги рецептура асосида уч компонентли лок тайёрланг (грамм ҳисобида).
Тўйинмаган полиэфир эритмаси – 100
Кобалт нафтенатининг (Со миқдори 1.5 %) стиролдаги эритмаси - 0.65
Кумол гидропероксиди ва циклогексанон пероксиди (6.8:1 нисбатда) аралашмаси
3. Олинган уч компонентли локни мўйқалам билан шиша ва тунока пластинкаларига суртинг ва хона ҳароратида унинг тўла қуриш давомийлигини ва лок қопламаси қаттиқлигини аниқланг.

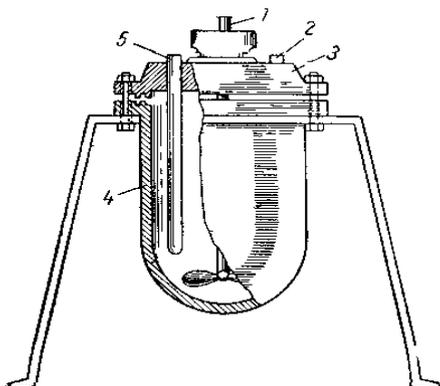
Лаборатория иши – 4

Қунгабоқар мойи билан модифицирланган “ўрта” глифтал полиэфир синтези

Ишдан мақсад: “ўрта” глифтал полиэфир синтези натижасида олинган моддадан тайёрланган лок хусусиятлари ўрганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Қунгабоқар мойи – 48.3; глицерин – 17.8; кўрғошин линолеат – 0.1; фтал ангидриди – 33.8;

Жихозлар: Қурилма (3 расм); Конуссимон колбалар (250 мл), 3 дона; Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Пробиркали штатив; Йодометрик шкала; Эбуллиоскопик усулда молекула оғирлигини аниқловчи қурилма; Қоплама қаттиқлигини (М-3), зарбга мустаҳкамлиги (У-1) ва эгилишга мустаҳкамлигини (ШГ) аниқловчи асбоб.



Расм. 3. Полиэфир синтез қилиш реактори:

- 1 - Механик аралаштиргич;
2 - Инерт газ узатувчи қувурча;
3 – Реактор копкоғи;

Ишни бажариш. Реакторга кунгабоқар мойи ва кўрғошин линолеати солиб механик аралаштиргич ёкилади ва 5 мин. давомида аралаштирилади. Кейин глицерин кўшилади, инерт газ ўтказилади ва аста-секин (100-110°C да реакция массаси кўпириб кетиши мумкин) ҳарорат 250°C га етгунча қиздирилади. Шу ҳароратда мойнинг переэтерификация жараёни этил спирти ректификати билан 1:3 нисбатда эрийдиган модда (намуна ҳар 15–20 минутда олинсин) ҳосил бўлгунча олиб борилади. Сўнг реакция массаси 180-190°C гача совутилади ва унга фтал ангидриди кўшилади. Ҳосил бўлган аралашмани 230°C гача қиздирилади ва полиэтерификация жараёни к.с. 25 (намуна ҳар 15–20 минутда олинсин) ва қовушоқлиги 48–50 сек (ВЗ–4 бўйича) бўлган полиэфир олингунча давом эттирилади.

Топшириқ.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Эбуллиоскопик усулда полиэфирнинг молекула оғирлигини аниқланг.
3. Полиэфирнинг органик эритувчилардаги чиқими ва эрувчанлигини (сифат таҳлили) аниқланг.
4. 3–5 % сиккатив кўшиб 55 %-ли концентрациядаги локни тайёрланг ва унинг қовушоқлигини ва рангини аниқланг.
5. Олинган локни мўйқалам билан пластинкаларга суртинг ва унинг қуриш тезлигини 20°C ва 100°C ҳароратда аниқланг.
6. Олинган қопламаларни қаттиқлиги, зарб ва эгилишга мустаҳкамлигини аниқланг.

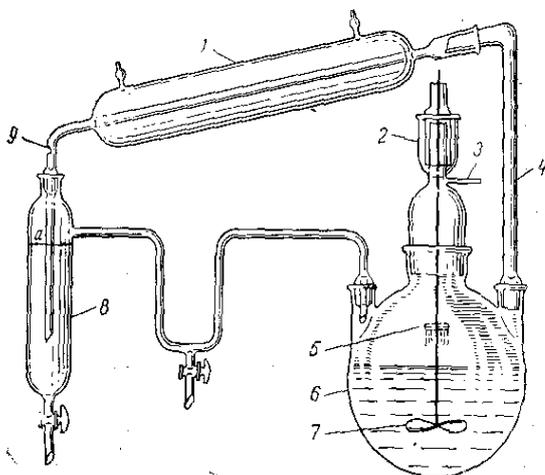
Лаборатория иши – 5

Кунгабоқар мойи ва канифоль билан модифицирланган пентафтал полиэфирини азеотроп усулида синтез қилиш

Ишдан мақсад: модифицирланган полиэфирни азеотроп усулида синтез қилиш жараёни ва олинган модданинг хоссалари урганилади

Хом-ашё: (% ҳисобида): Кунгабоқар мойи – 49.0; канифоль – 11.1; пентаэритрит (100%) – 15.3; фтал ангидриди – 24.6; натрий карбонат (мой массасидан 0.05%); ксилол (дастлабки моддалар массасидан 1.5%);

Жихозлар: Қурилма (4 расм); Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Йодометрик шкала; Эбуллиоскопик усулда молекула оғирлигини аниқловчи қурилма; Қуруқ қолдикни аниқловчи асбоб.



Расм. 4. Полиэфирларни азеотроп усулида синтез қилиш қурилмаси:

- 1 - Либих совутгичи;
- 2 - Мойли затвор;
- 3 - Инерт газ узатувси қувурча;
- 4 - Кўтариш қувурчаси;
- 5 - Термометр учун бўйин;
- 6 - Тўрт-буйинли колба;
- 7 - Механик аралаштиргич;
- 8 - Қуйилувчи қувурчали ажратиш идиши

Ишни бажариш. Колбага кунгабоқар мойи ва майдаланган канифоль солинади, инерт газ ёкилади ва колба 150-170°C гача қиздирилади. Канифоль суюлганидан сўнг механик аралаштиргич ёкилади ва 200°C гача қиздириш давом эттирилади. Кейин колбага

натрий карбонат солинади ва реакция массаси 245°C гача қиздирилади. Шу ҳароратда аста-секин пентаэритрит қўшилади ва мойнинг переэтефикация жараёни олинаётган маҳсулот (модда)нинг этил спирти–ректификати билан 1:1 нисбатда эрийдиган бўлгунича давом этади. Бундан кейин колбадаги масса 180°C гача совутилади, фтал ангидриди қўшилади ва совутиш 130°C гача давом эттирилади. Кейин ажратувчи идиш ксилол билан тўлдирилади, колбага ҳам ксилол солинади ва массани 245°C гача қиздирилади. Шу ҳароратда полиэтерификация жараёни к.с. 16 дан юқори бўлмаган полиэфир олингунича давом этади.

Топшириқ.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Полиэфирнинг молекула оғирлигини эбуллиоскопик усулда аниқланг.
3. Полиэфирнинг уайт–спирит ёки нефрасни солвент билан 1:1 нисбатдаги аралашмасида эритинг ва 50%-ли локни тайёрланг.
4. Олинган локни қовушоқлиги, ранги ва қуруқ колдиғини аниқланг.

Лаборатория иши – 6

Синтетик ёғ кислоталар (СЖК) билан модифицирланган пентаглифтал полиэфирини азеотроп усулда синтез қилиш

Ишдан мақсад: Азеотроп усулда синтез қилиш ердамида синтетик ёғ кислоталар билан модифицирланган пентаглифтал олигомерининг хусусиятлари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): глицерин – 19.8; пентаэритрит – 10.2; фтал ангидриди – 40.0; СЖК C₁₀-C₁₆– 30.0; ксилол (хом ашё массасидан 3%):

Жихозлар: Қурилма (4 расм); Конуссимон колбалар; Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Пробиркали штатив; Эбуллиоскопик усулда молекула оғирлигини аниқловчи қурилма.

Ишни бажариш. Хом–ашёнинг хаммаси колбага солинади, ажратувчи идиш “α” белгисигача (4-расмга қаранг) ксилол солиб тўлдирилади, механик аралаштиргич ёкилади ва колба 200°C гача қиздирилади. Шу ҳароратда полиэтерификация жараёни к.с. 10 дан юқори бўлмаган ва толуолдаги 50%-ли эритмасининг қовушоқлиги 125-200 секунд (ВЗ – 4 бўйича) бўлган полиэфир ҳосил бўлгунича давом этади.

Топшириқ.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Эбуллиоскопик усулда полиэфирнинг молекула оғирлигини аниқланг.
3. Полиэфирнинг органик эритувчилардаги эрувчанлигини (сифат таҳлили) аниқланг.

Лаборатория иши – 7

Зиғир мойи билан модифицирланган, сувда суюлувчан пентафтал полиэфирини синтези

Ишдан мақсад: Сувда суюлувчан пентафтал полиэфирини синтези натижасида ҳосил булаётган полиэфир хусусиятлари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Рафинирланган зиғир мойи -29.0; пентаэритрит – 12.3; фтал ангидриди – 16.7; бутил спирти – 25.5; изопропил спирти – 12.7; аммиак – 3.8; натрий карбонат (хом-ашё миқдоридан 0.06%):

Жихозлар: Курилма (3 расм); Уч бўйинли колбалар; Қайтар совутгич; Механик аралаштиргич; Конуссимон колбалар(250 мл), 3 дона; Вискозиметр; Секундомер; Пробиркали штатив; Курук қолдиқни аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Реакторга зиғир мойи ва пентаэритрит (умумий микдоридан 70%) солинади, механик аралаштиргич, инерт газ (барботаж) ёқилади ва реактордаги масса 180°C гача қиздирилади. Кейин реакторга натрий карбонат солиниб, ҳарорат 245°C гача кўтарилади ва мойнинг перээтерификация жараёни этил спирти ректификат билан 1:10 нисбатда (намуна ҳар 20 минутда олинади ва эритишдан аввал иссиқ холда йиғма фильтр орқали филтрлансин) эрийдиган модда ҳосил бўлгунича олиб борилади. Бундан сўнг масса 180-200°C гача совутилади ва аралаштириб турган ҳолда пентаэритрит ва фтал ангидридининг қолган қисми кўшилади. Агар реакция массаси совиб қолган бўлса, уни яна 180°C гача қиздирилади ва шу ҳароратда полиэтерификация жараёни к.с. 54 дан юқори бўлмаган (намуна ҳар 10-15 минутда олинсин) полиэфир ҳосил бўлгунича олиб борилади. Олинган полиэфир 100°C гача совутилади ва қайтар совутгич ва механик аралаштиргич уланган уч бўйинли колбага қуйилади, у ерда бутил спирти ва изопропил спирти билан аралаштирилади. Олинган эритма 20 °Сгача совутилади ва 25% - ли аммиак эритмаси кўшилади.

Топширик.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Нима учун полиэфир сувда эришини тушунтиринг.
3. Полиэфир эритмасининг қурук қолдиғини аниқланг.
4. Полиэфирнинг сув билан 1:3 нисбатдаги эрувчанлигини аниқланг.
5. Полиэфир сувдаги эритмасининг рН кўрсаткичини аниқланг.

Лаборатория иши – 8

Синтетик ёғ кислоталари билан модифицирланган, сувда суюлувчан пентаглифтал полиэфир синтези

Ишдан мақсад: Модифицирланган, сувда суюлувчан пентаглифтал полиэфир синтези жараёнлари ва ҳосил булган полиэфир хусусиятлари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Синтетик ёғ кислоталар C₁₀-C₁₃ - 29.44; пентаэритрит – 10.27; глицерин (98% - ли) – 10.86; фтал ангидриди – 23.03; изобутил спирти – 17.60; изопропил спирти – 8.80; аммиак.

Жихозлар: Курилма (3 расм); Уч бўйинли колбалар (500 мл); Қайтар совутгич; Механик аралаштиргич; Конуссимон колбалар(250 мл), 3 дона; Пробиркали штатив; Курук қолдиқни аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Реакторга глицерин, пентаэритрит, синтетик ёғ кислоталар, фтал ангидриди солинади, механик аралаштиргич ёқилади ва аста–секин 180°C гача (кўпириши мумкин!) қиздирилади. Шу ҳароратда полиэтерификация жараёни к.с. ~ 63-67 (намуна ҳар 10-15 минутда олинсин) бўлган полиэфир ҳосил бўлгунича олиб борилади. Кейин олинган полиэфир 75°C гача совутилади ва қайтар совутгич ва механик аралаштиргич уланган уч бўйинли колбага ўтказилади, у ерда изобутил ва изопропил спиртлари аралашмалари билан эритилади. Бундан сўнг полиэфир эритмаси 30°C гача совутилади ва унга муҳит рН = 6,5 -7,2 бўлгунича 25% - ли аммиак эритмаси кўшилади, бунда эритма ҳарорати ошиб кетмаслигига эътибор килиш керак.

Топширик.

1. Полиэфир ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Полиэфир нима учун сувда эришини тушунтиринг.
3. Олинган полиэфир эритмасининг қурук қолдиғини аниқланг.
4. Полиэфирнинг сув билан 1:3 нисбатдаги эрувчанлигини аниқланг.

5. Полиэфир сувдаги эритмасининг рН кўрсаткичини аниқланг.

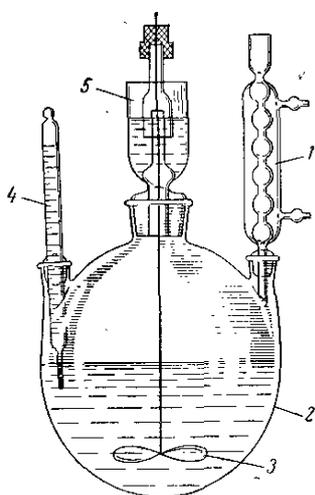
Лаборатория иши – 9

Перхлорвинил полимерини блок усулида синтез қилиш

Ишдан мақсад: Блок полимерланиш усулида олинаётган перхлорвинил полимерининг хусусияларини урганиш

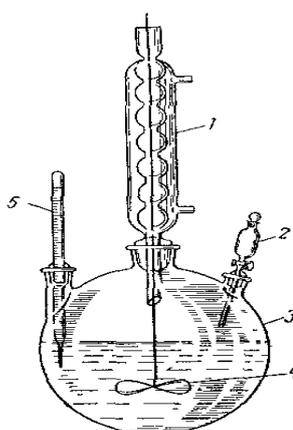
Хом-ашё: (% ҳисобида): Поливинилхлорид - 91; тетрахлорэтан – 9; хлор:

Жихозлар: Курилмалар (5, 7 расмлар); Хлоратор (10 расм); Бюхнер воронкаси; Чинни чашкалар; Пробиркали штатив; Вискозиметрик усулда молекула оғирлигини аниқловчи асбоб.



Расм. 5. Конденсацион турдаги олигомерлар синтези курилмаси:

- 1 – Шарли совутгич;
- 2- Уч – буйинли колба;
- 3 – Аралаштиргич;

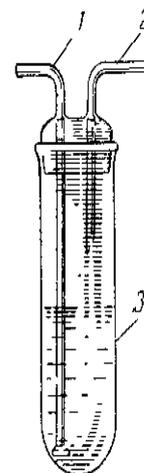


Расм. 7. Глицидил эфирлари синтези курилмаси:

- 1- Шарли совутгич;
- 2 – Томчилатгич воронка;
- 3 - Уч – буйинли колба;
- 4 - Аралаштиргич;
- 5 - Термометр.

Расм. 10. Барботер:

- 1 – Хлор узатиш кувурчаси;
- 2 – Чикариш кувурчаси;
- 3 - Хлоратор корпуси.



Ишни бажариш. Колбага 2 (5 расмга қаранг) тетрахлорэтан, поливинилхлорид солинади, механик аралаштиргични ёқиб, колбани 50°C гача қиздирилади ва поливинилхлорид тўла эриб бўлгунча шу ҳарорат сақлаб турилади. Олинган эритма хона ҳароратигача совутилади ва хлораторга (10 расмга қаранг) ўтказилади, трубка 1 орқали 1 соат давомида хлор ҳайдалади, бунда реакция массасининг ҳарорати 20°C дан ошмаслиги керак. Кейин хлор ҳайдаш тўхтатилади, реакция массаси 110 - 112°C гача қиздирилади ва яна 30 мин давомида хлор ҳайдалади. Хлорлаш жараёни тугатилганидан сўнг полимер эритмаси 60°C гача совутилади, ортиқча хлор ва водород хлоридни трубка 1 орқали сиқилган ҳаво билан ҳайдалади. Кейин полимер эритмаси колбага қуйилади (7 расмга қаранг), 0°C гача совутилади, механик аралаштиргични ёқилади ва томчилатгич воронка орқали полимер эритмасига асте – секин метил спирти қўшилади. Метил спирти аралашиб бўлгач механик аралаштиргич тўхтатилади ва идиш тубига чўккан полимер Бюхнер воронкаси орқали филтрланади, бундан сўнг уни метил спирти билан ўша жойида ювилади. Полимер чинни чашкага қуйилади ва вакуум–куритиш шкафида 45°C дан юқори бўлган ҳароратда ўзгармас оғирликкача курилади.

Топширик.

1. Поливинилхлоридни хлорлаш реакциясини ёзинг.
2. Полимерни органик эритувчиларда эрувчанлигини (сифат таҳлили) аниқланг.
3. Полимердаги хлор миқдорини аниқланг.
4. Вискозиметрик усулда полимернинг молекула оғирлигини аниқланг.

Лаборатория иши –10

Блок полимерланиш усулида полибутилметакрилат синтези

Ишдан мақсад: Ампулада блок полимерланиш усулида олинаётган полимернинг хусусияларининг инициатор концентрациясига боғликлигини урганиш

Хом-ашё: (% ҳисобида): Бутилметакрилат - 99; бензоил пероксид – 1;

Жихозлар: Ампулалар (20 мл), 3 дона; Термометр (0°C - 100°C); Сув ҳаммоми; Конуссимон колбалар (250 мл), 3 дона; Пробиркали штатив; Ёруғлик ёйилиши усулида молекулалар оғирлигини ўлчовчи қурилма.

Ишни бажариш. Ампулага бутилметакрилат ва бензол пероксиди солинади. Кейин ампула кавшарланади ва 80°C гача қиздирилган сув ҳаммомига (сув ҳаммоми эҳтиёт ойнаси билан ёпилиши шарт) туширилади. Шу ҳароратда полимерланиш жараёни 2 соат давом этади.

Топширик.

1. Полимер ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Бензоил пероксиди миқдорини 2 ва 4 марта камайтириб полимер олинг.
3. Полимернинг чикимини аниқланг.
4. Ёруғлик ёйилиши усулида полимер молекуласи оғирлигини аниқланг.
5. Полимерни органик эритувчиларда эрувчанлигини аниқланг.

Лаборатория иши –11

Эритмада полимерлаш усулида поливинилбутирал синтези

Ишдан мақсад: Эритмада полимерлаш усулида олинган поливинилбутирал полимерининг хусусиятлари ва полимерланиш жараёни урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Поливинил спирти -10.6; мой альдегиди – 25.5; сульфат кислотаси – ($\rho=1.83\text{г/см}^3$) – 0.2; бензол – 63.7.

Жихозлар: Қурилма (7 расмлар); Шлифланган совутгич уланган конуссимон колбалар (250мл), 3 дона; Шлифланган совутгич уланган айлана тубли колбалар (200мл), 3 дона; Пробиркали штатив; Сув буғи билан ҳайдовчи асбоб; Вискозиметрик усулда молекула оғирлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Колбага бензол ва сульфат кислотаси солинади, уни муз солинган ҳаммомга 3-5°C гача совутилади, механик аралаштиргични ёқилади ва аста – секин поливинил спирти қўшилади. Реакция массаси 10 минут аралаштирилгандан сўнг унга томчилатиб воронкадан мой альдегиди қўшилади ва 30 минут давомида массани аралаштирилади. Кейин музли ҳаммомни йиғиштириб, реакция массаси ҳарорати хона ҳароратига етгунча кутиб турилади ва ҳарорат аста–секин 70-75°C гача оширилади, шу шароитда ҳосил бўлган поливинилбутирал бензолда тўла эригунича (~ 4 соат) сақлаб турилади. Олинган эритмадаги бензолни сув буғи билан ҳайдалади, чўкмага тушган поливинилбутирал яхшилаб сувда ювилади ва вакуум–қуригич шкафида 40°C дан юқори бўлган ҳароратда қурилади.

Топширик.

1. Полимернинг ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Полимернинг чиқимини аниқланг.
3. Полимер молекуласи оғирлигини вискозиметрик усулда аниқланг; фракцияларга ажратинг ва ҳар бир фракцияни молекула оғирлигини аниқланг.
4. Полимердаги гидроксил гуруҳлар сонини аниқланг.
5. Полимернинг органик эритувчилардаги эрувчанлигини аниқланг.

Лаборатория иши –12

Эритмада полимерланиш усулида поливинилацетат синтези

Ишдан мақсад: Поливинилацетат синтезини эритмада ўтказиб ҳосил булган полимер хусусиятлари ўрганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Виналацетат – 49.7; бензоил пероксиди – 0.6; бензол - 49.7;

Жихозлар: Курилма (5 расм); Чинни идиш; Пробиркали штатив; Вискозиметрик усулда молекула оғирлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Колбага виналацетат, бензоил пероксиди, бензол солинади, механик аралаштиргични ёқилади ва реакция аралашмаси 80°C гача қиздирилади. Шу ҳароратда полимерланиш жараёни 3 соат давом этади, сўнг полимер эритмаси чинни идишчага қуйилади ва эритувчини йўқотиш учун тортгич шкафга жойлаштирилади. Эритувчини ботамом йўқотиш учун полимерни 60°C ҳароратда ва 200 – 300 ммс.у. колдик босим шароитида вакуум – қуритгич шкафида қуритилади.

Топширик.

1. Полимер ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Полимернинг чиқимини, молекула оғирлиги ва органик эритувчилардаги эрувчанлигини аниқланг.

Лаборатория иши –13

Эмульсия усулида винилхлориднинг виналацетат билан сополимерини синтез қилиш

Ишдан мақсад: Сополимерларни синтез қилиш жараёни ва олинган маҳсулотнинг хоссалари ўрганилади

Хом-ашё: (% ҳисобида): Винилхлорид – 21.1; виналацетат – 3.6; дистилланган сув – 74.5; сульфаноли - 0.7; аммоний персульфат – 0.1;

Жихозлар: Курилма (5 расм); Автоклав; Бюхнер воронкаси; Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Пробиркали штатив; Намлик миқдорини ўлчовчи асбоб.

Ишни бажариш. Автоклавга сув, сульфанолининг дистилланган сувдаги 20% - ли эритмаси, аммоний персульфатнинг 5% - ли эритмаси ва виналацетат солинади. Автоклав қопқоғи ёпилиб, 11 ат босим йиғилади, механик аралаштиргични ёқилади ва автоклав ташқарисига (рубашка, јасет) реакция массасини совутиш учун совуқ сув бериб турилади. Кейин автоклавга аста – секин баллондаги винилхлорид берилади, бунда масса ҳарорати 20°C дан ошмаслиги, босим эса 12 ат дан юқори бўлмаслиги лозим. Автоклав ичи 70-72°C гача қиздирилади ва шу ҳароратда автоклав ичидаги босим 1.0–1.5 ат бўлгунича (~2.5-3 соат) сополимерланиш жараёни олиб борилади. Жараён тугаши билан эмульсия 20-25°C гача совитилади ва колбага 2 (5 расмга қаранг) қуйиб олинади, уни устига дистилланган сув қўшилади (эмульсия массасидан 100%), механик аралаштиргични ёқилади ва аста–секин 5%-ли алюмокалий квасцлар эритмаси қўшилади (суюлтирилган эмульсия

массасидан 100%) . Коагуляцияланган массани аста–секин (1 соат давомида) 80-85°C гача қиздирилади, 30 минутдан сўнг 20–25°C гача совутилади. Кейин сополимер Бюхнер воронкасига солинади, филтрланади, сополимерни эса ювинди сувида SO_4^{2-} иони ($BaCl_2$ бўйича текширилади) қолмагунича ювилади. Ювиб тозаланган сополимер чинни идишга солинади ва 55°C да қуритгич шкафта ўзгармас массагача қуритилади.

Топшириқ.

1. Сополимер ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Сополимердаги хлор ва намлик миқдорини аниқланг
3. Сополимерни органик эритувчилардаги эрувчанлигини (сифат таҳлили) аниқланг.

Лаборатория иши – 14

Стиролни оксидланган зиғир мойи билан сополимери синтези

Ишдан мақсад: Стиролни оксидланган зиғир мойи билан сополимери синтези жараени ва олинган лок қопламаси хусусиятлари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Стирол – 55.0; зиғир мойи (чала оксидланган) – 45.0; кумол гидропероксида – (стирол массасидан 3 %); уайт - спирти; ксиллол:

Жихозлар: Қурилма (3,5 расмлар); Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Қуруқ қолдиқни ва қуриш давомийлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Колбага оксидланган зиғир мойи солинади, механик аралаштиргични ёқилади, уни 135–140°C гача қиздирилади ва аста–секин кумол гидропероксидининг стиролдаги аввалдан тайёрланган эритмасини томчилатгич воронкадан қуйилади. Кейин шу ҳароратда қуруқ қолдиғи 95 % дан кам бўлмаган (намуна ҳар 2 соатда олиб турилади) модда ҳосил бўлгунча сополимерланиш реакцияси олиб борилади. Сополимерланиш тугаганидан сўнг реакция массаси реакцияга киришмаган стиролни йўқотиш учун эхтиётлик билан пуфланади, кейин эса сополимер ксиллолни уайт–спирти билан (70:30) аралашмасида 70–75% қуруқ қолдиқ миқдорига етгунча эритилади.

Топшириқ.

1. Сополимерланиш реакциясини схемасини ёзинг.
2. Шиша пластинкага мўйқалам билан локни суртинг ва лок қопламасининг 20°C да қуриш давомийлигини аниқланг.

Лаборатория иши – 15

Стиролнинг эпоксиэфир билан сополимери синтези

Ишдан мақсад: Стиролнинг эпоксиэфир билан сополимери синтези натижасида ҳосил булган полимердан лок тайёрланади ва унинг хоссалари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Стирол – 37; эпоксиэфир – 63; кумол гидропероксида (стирол массасидан 2%); сиккатив 7640 ; ксиллол

Жихозлар: Қурилма (5 расм); Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Қуруқ қолдиқни ва қуриш давомийлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Колбага эпоксиэфирнинг ксиллолдаги 50 %-ли эритмаси солинади, механик аралаштиргични ёқилади ва эпоксиэфир эритмаси 140°C гача қиздирилади. Кейин унга стиролнинг ксиллолдаги 50 % - ли эритмаси (умумий миқдорнинг 33.3%и),

кумол гидропероксида қўшилади ва 140°C да 1 соат давомида ушлаб турилади. Бундан сўнг яна стиролнинг ксилолдаги 50 % - ли эритмаси (умумий микдорнинг 33.3%и), солинади, 1 соат ушлаб турилади, 50 % - ли ксилолдаги эритмасининг қолган қисми қўшилади, аралашма ҳарорати 145 - 150°C га кўтарилади ва 11 соат сополимерланиш жараёни давом этади. Сополимер 50 – 60°C гача совутилади, 30% - ли қуруқ қолдиққа эга бўлган лок ҳосил бўлгунча ксилол билан суюлтирилади ва 3 % микдорда сиккатив 7640 қўшилади.

Топшириқ.

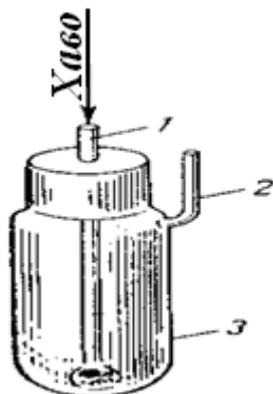
1. Сополимерланиш реакцияси схемасини ёзинг.
2. Локнинг қовушоқлигини вискозиметр ВЗ - 4 бўйича аниқланг.
3. Локни шиша пластинкага мўйқалам билан суртиб 20°C да қуриш вақтини аниқланг.

Лаборатория иши – 16

Оксидланган мойлар олиш

Ишдан мақсад: Оксидланган мойларнинг ва дастлабки мойларнинг хоссалари урганилади ва солиштирилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Зиғир мойи:



Расм. 8. Оксидатор:

- 1 – Ҳаво учун барботёр;
- 2 - Чиқариш қувурчаси;
- 3- Оксидатор корпуси.

Жихозлар: Оксидатор (8 расм); Қум ҳаммоми; Ҳаво ҳайдагич; Термометр; Конуссимон колбалар (250 мл), 3 дона; Бурама пробкали конуссимон колбалар (250 мл), 3 дона; Кансюлеткалар, 2 дона; Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Рефрактометр; Иодометрик шкала;

Ишни бажариш. Ишни ўтказиш шароитлари қуйидаги жадвалда келтирилган.

Жадвал 1. Зиғир мойининг оксидлаш жараёни шароитлари

| Мисол № т/р | Ҳарорат, °С | Давомийлик, соат |
|-------------|-------------|------------------|
| 1 | 105 | 15 |
| 2 | 130 | 10 |
| 3 | 150 | 8 |

Оксидатор ҳажмининг $\frac{1}{3}$ қисмига мой солинади, уни қум ҳаммомига жойлаштирилади, ва мойни оксидлаш ҳароратигача қиздирилади. Кейин ҳавоҳайдагич ёқилади ва 0.5 л/мин тезликда маълум вақт мобайнида мой орқали ҳаво ҳайдалади. Кейин ҳаво ҳайдагич ўчирилади, қиздириш тухтатилади ва мойни ҳаво ҳароратигача совутилади.

Топшириқ.

1. Мойлар оксидланишидаги кимёвий жараёнларни тушунтириб беринг.

2. Дастлабки ва оксидланган мойларни қовушқоқлик, реакция коэффициенти, ранги, кислота сони, совунланиш сони ва йод сонини аниқланг.

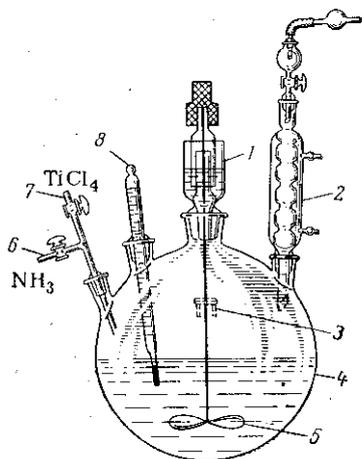
Лаборатория иши – 17

Эпоксидланган соя мойни чумоли кислотаси усулида олиш

Ишдан мақсад: Синтез қилинган соя мойдан лок тайерланади ва унинг хоссалари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Соя мойи – 26.3; водород пероксиди (30% - ли конц.); чумоли кислота – 5.5; толуол – 39.2:

Жихозлар: Қурилма (9 расм); Ажратувчи воронка; Чинни идишча; Шлифланган пробкали конуссимон колбалар (250мл), 3 дона; Капсюлеткалар, 2 дона;



Расм 9. Полибутилтитанат синтез қилиш қурилмаси:

- 1- Мойли затвор;
- 2 – Шарли совутгич;
- 3 – Томчилатгич воронка учун буйин;
- 4 – Беш - буйинли колба;
- 5 - Аралаштиргич;
- 6 – Аммиак узатиш кувурчаси;
- 7 – Титан (IV) хлорид узатиш кувурчаси;
- 8 - Термометр.

Ишни бажариш. Колбага соя мойи, толуол (умумий миқдорининг 15%) ва водород пероксиди солинади, механик аралаштиргични ёқилади ва аралашма 70°C гача қиздирилади. Шу ҳароратда томчилатгич воронкадан аста – секин чумоли кислотаси куйилади ва реакция массаси 7 соат ушлаб турилади. Жараен сув қатламидаги водород пероксиди ва чумоли кислотаси бўйича назорат қилинади. Водород пероксид ва чумоли кислотаси миқдори деярли камаймай қолгач, реакция тугатилади. Бундан сўнг қиздириш тўхтатилади, массани 20°C гача совутилади ва ажратувчи воронкага куйиб олинади. Тиниб қолган пастки сув қатлами тукиб ташланади, эпоксидланган мойни эритиш учун толуолнинг қолган қисми қўшилади ва мой эритмаси бир неча марта ювинди сувда водород пероксид ва чумоли кислотаси қолмағунича сув билан ювилади. Бунинг учун 3 мл ювинди сув чинни идишга солинади ва бир неча томчи хром ангидридининг концентранган сульфат кислотадаги эритмаси қўшилади. Агар водород пероксид бўлса, у ҳолда намуна яшил ранга бўялади. Чумоли кислота бор йўқлиги универсал индикатор қоғоз ёрдамида аниқланади.

Ювилган эпоксидланган мойни вакуум остида ҳайдовчи асбобга куйиб олинади ва 660 мм с.у. қолдиқ босим ва 100°C да сув-толуол дистиллят ҳайдаб ажратилади. Бундан сўнг қолдиқ босим 720–740 мм с.у. етказилади ва 100°C да мойни 2 соат мобайнида қурилади. Мой намунаси тиниклашгач қуриштириш тўхтатилади.

Топширик.

1. Соя мойининг эпоксидланиш реакцияси схемасини ёзинг.
2. Эпоксидланган мойдаги эпоксид кислород миқдори, йод ва кислота сонларини аниқланг.

Лаборатория иши – 18

Чўктирилган кўрғошин резинати ва линолеати олиш

Ишдан мақсад: Сиккатив синтези ва унинг зиғир мойини котиришини урганиш.

Хом-ашё: (% ҳисобида):

| | I | II | III |
|---|------|------|-----|
| Канифол | 66,0 | - | 60 |
| Зиғир мойи | - | 66,0 | - |
| Каустик сода (10 % - ли сувдаги эритма). | 6,7 | 6,7 | - |
| Кальцинирланган сода (10 % - ли сувдаги эритма). | - | - | 15 |
| Сирка кислотанинг кўрғошинли тузи (7.5 % - ли сувли эритма) | 27,3 | 27,3 | 25 |

Жихозлар: Чинни стакан; Механик аралаштиргич; Термометр; Бюхнер воронкаси; Чинни идишча; Қуриш давомийлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Чинни стаканга канифол ёки зиғир мойи солинади, аралашма 100°C гача қиздирилади, механик аралаштиргични ёкилади ва каустик ёки кальцинирланган сода 10 % - ли эритмаси қўшилади. Совунланиш реакцияси тугагандан сўнг (намунанинг сувда эрувчанлиги) масса совитилади ва унга сирка кислота кўрғошинли тузининг 7.5 % - ли эритмаси қўшилади. Бунда алмашилиб парчаланиш реакцияси бўлиб ўтади ва ҳосил бўлган кўрғошинли туз чўкма ҳолатда чўқади. Чўкма тинганидан сўнг эритма тўкиб ташланали, чўкма Бюхнер воронкасига ўтказилади, бир неча марта илиқ сув билан ювилади, чинни идишчага солиб қуригич шкафида 70 -80°C да суритилади.

Топшириқ.

1. Сиккатив ҳосил бўлишдаги кимёвий реакцияларни ёзинг.
2. Зиғир мойига сиккатив эритмасидан 10 % қўшинг (1 қисм сиккатив ва 3 қисм скипидар) ва қуриш тезлигини ўрганинг.
3. Сиккатив чиқимини аниқланг.

Лаборатория иши – 19

Чўктирилган марганец линолеати олиш

Ишдан мақсад: Сиккативнинг хоссалари урганилади.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Зиғир мойи – 66.3; каустик сода (10 % - ли эритма) - 6.7; марганец хлорид (7.5 % - ли эритма) – 27.0; уайт – спирт :

Жихозлар: Чинни стакан; Механик аралаштиргич; Термометр; Ажратувчи воронка; Пробиркали штатив; Вакуум остида ҳайдовчи асбоб:

Ишни бажариш. Чинни стаканга зиғир мойи солинади, механик аралаштиргични ёкилади, 100°C гача қиздирилади, каустик соданинг 10% - ли эритмаси қўшилади ва намунаси сувда эрувчан ҳолга етгунча совунланиш реакцияси олиб борилади. Кейин масса совитилади, марганец хлориднинг 7.5 % - ли эритмаси қўшилади ва чўкма ҳолида чўкиб қолувчи сиккатив ҳосил бўлгунча аралаштирилади. Стаканга уайт–спирти қўшилади (1:1), сиккатив эритилади ва ажратувчи воронкагача ўтказилади, у ерда масса икки қатламга ажралади. Сув қатлами тўкиб юборилади, сиккатив эритмаси эса илиқ сувда (50°C) ювилади, уни вакуум остида ҳайдовчи асбобга қуйилади ва 100 мм с.у. қолдиқ босим ва 80°C ҳароратда толуол хайдаб чиқарилади.

Топширик.

1. Сиккатив ҳосил бўлиши реакциясини ёзинг.
2. Сиккативнинг скипидар, уайт – спирт ва зиғир мойидаги (130°Сда) эрувчанлигини аниқланг.

Лаборатория иши – 20

Битум локи синтези

Ишдан мақсад: Нефт битумидан лок олиш ва унинг хоссаларини урганиш.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Нефт битуми – 32.5; Асфальтит - 8.1; уайт – спирт – 37.8; сольвент – 21.6:

Жихозлар: Курилма (5 расм); Вискозиметр ВЗ - 4; Секундомер; Куриш давомийлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Колбага битум, асфальтит солинади, колбани 120 -130°С гача қиздирилади, (кўпириши мумкин), кейин эса 280°С гача, ва шу ҳарорат бир жинсли масса ҳосил бўлгунича сақлаб турилади. Олинган маҳсулот 135°С гача совутилади, уайт – спирт ва сольвент кўшилади ва аралаштирилади.

Топширик.

1. Локни қовушоқлигини аниқланг.
2. Олинган локни шиша пластинкага суртинг ва уни куриш давомийлигини аниқланг.

Лаборатория иши – 21

Шеллак локи тайёрлаш

Ишдан мақсад: Шеллак локи тайёрлаш ва унинг куришини кузатиш.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Шеллак – 28.5; канифоль - 4.8; этил спирти – 66.7:

Жихозлар: Курилма (5расм); Куриш давомийлигини аниқловчи асбоб.

Ишни бажариш. Колбага этил спирти қуйилади, механик аралаштиргични ёқилади ва аста – секин шеллак кўшилади (шеллак яхши эриш учун колбани 30°С гача қиздириш мумкин). Тайёр бўлган эритмага аввалдан майдаланган канифоль кўшилади ва у тўла эриб кетгунича массани аралаштирилади.

Топширик.

Олинган локни шиша пластинкага суртинг ва уни тўла куриши давомийлигини аниқланг.

Лаборатория иши – 22

Оқ рангли пентафтал эмалини тайёрлаш

Ишдан мақсад: Эмал тайёрлашни урганиш ва ундан олинган копламаларнинг хоссаларини кузатиш.

Хом-ашё: (% ҳисобида): Пигмент пастаси – 44.5; лок ПФЛ - 64 - 50.5; сиккатив 63 – 3.0; уайт – спирт – 2.0; Пигмент пастаси: Титан (II) оксиди Р-02 - 68.6; лак ПФЛ-64 -17.7; уайт – спирт – 6.8; Сольвент – 6.9:

Жихозлар: Лабораториявий аралаштиргич; Краскотерка машинаси; Чинни стакан; Механик аралаштиргич; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; “Клин бўйича майдалаш даражаси куриш давомийлиги (М-3), зарбга (У-1) ва эгилишга мустаҳкамликни аниқловчи асбоблар.

Ишни бажариш. Эмаль таёрлаш учун аввал пигмент пастаси олинади, кейин эмаль тайёрланади.

Пигмент пастаси олиш. Лабораториявий аралаштиргичга (ёки механик аралаштиргичли чинни стакан) пигмент, лок ва эритувчи солинади, механик аралаштиргич ёқилади ва аралашмани биржинсли масса ҳолга келгунича аралаштирилади. Кейин аралаштиргич ичидаги масса краскотерка машинасига қуйилади, у ерда майдалаш даражаси 10 - 20 мкм (“Клин” бўйича) бўлгунича едирилади.

Эмаль тайёрлаш. Механик аралаштиргичли чинни стаканга пигмент пастаси солинади, аралаштиргич ёқилади ва аста – секин лок ва эритувчи қўшилади. Масса яхшилаб аралаштирилади ва металл тўрдан (1600 тешиқлар / см^2) ўтказиб филтрланади.

Топшириқ.

Олинган эмални техникавий шартларга мослигини текширинг.

1. Қовушқоқлик, сек. 80
2. Қуриш давомийлиги, $18 - 22^{\circ}\text{C}$ да,
соат, кўп эмас 48
6. Зарбга мустахкамлик, кгс · см,
кўп эмас 40
7. Эгилишга мустахкамлик, мм,
кўп эмас 1
8. Каттиқлик, кам эмас 0.2

Адабиётлар:

1. Сорокин М.Ф., Шоде Л.Г., Кочнова З.А.,
Химия и технология пленкообразующих веществ. – М. Химия 1981 – 448 бет.
2. М.Ф. Сорокин, К.А. Лялюшко.
Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. – М. Химия 1971.
3. А.П. Григорьев, О.А. Федотова.
Лабораторный практикум по технологии пластических масс. – М. Высшая школа, 1986
4. Мағрупов Ф.А.
“Синтетик ва табиий юқори молекуляр бирикмалар кимёвий технологияси” фанидан махрузалар матни. Тошкент 2007
5. Мағрупов Ф.А.
“Полимер ва пластик массалар технологиясидан лаборатория амалиёти”, Тошкент 2007 (электрон вариант).

ВСТУПЛЕНИЕ

По предмету «Технология пленкообразующих материалов» предусмотрены согласно учебному плану лабораторные занятия.

Студент перед проведением лабораторных занятий обязан письменно показать и устно рассказать о процессе проведения лабораторного занятия, так же в письменной форме показать конспекты теоретических знаний по данной теме. В коллоквиуме студент помимо теоретических знаний должен показать преподавателю практические навыки по проведению экспериментальной части данного лабораторного занятия.

Теоретические и практические основы данного предмета представлены в следующих учебниках: Сорокин М.Ф., Шоде Л.Г., Кочного З.А., Химия и технология пленкообразующих веществ. – М. Химия 1981, М.Ф. Сорокин, К.А. Лялюшко. Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. – М. 1971.

В процессе проведения лабораторных занятий студент изучает методы синтеза лакокрасочных материалов из природных и синтетических материалов различными технологическими методами. При этом студент сравнивает эти способы синтеза друг с другом, а так же дает им оценку.

В ходе занятий студент получает лакокрасочные покрытия на основе различных высокомолекулярных соединений и олигомеров, и изучает основные показатели этих покрытий.

По окончании процесса лабораторных занятий студент обрабатывает полученные данные и в письменной форме предоставляет отчет, где показываются помимо результатов эксперимента, схема приборов, графики и таблицы, анализ результатов эксперимента и выводы. В конце отчета предоставляется список использованной литературы.

Работа 1. Синтез немодифицированного полиэфира на основе диметилтерефталата и получение лака на его основе

Цель: Изучение процесса переэтерификации и свойств полученных полимеров.

Исходные вещества (в %): Диметилтерефталат 31,4; Глицерин 9,7; Диэтиленгликоль 5,5; Этиленгликоль 3,3; Трикрезол 39,5; Сольвент 9,5; Тетрабутоксититан 1,1

Приборы и оборудование: Установка (схема, рис. 1); Прибор для определения продолжительности высыхания; Вискозиметр ВЗ-1 (сопло 5,4); Секундомер.

Описание работы. В колбу помещают многоатомные спирты, включают механическую мешалку и нагревают содержимое колбы до 150-160 °С. При этой температуре в колбу добавляют диметилтерефталат и тетрабутоксититан (30% от общего количества). Реакцию этерификации проводят при ступенчатом повышении температуры, осуществляя контроль по количеству отогнанного метилового спирта и по вязкости реакционной массы. Условия проведения реакции этерификации приведены ниже:

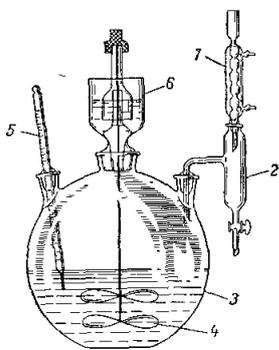


Рис. 1. Установка для синтеза полиэфира:

1-шариковый холодильник;

2 -ловушка Дина - Старка;

3 - трехгорлая колба;

4

| Температура реакционной массы, °С. | Продолжительность нагрева ч |
|------------------------------------|-----------------------------|
| 130-160 | 7-8 |
| 160-180 | 7-8 |
| 180-200 | 5-6 |
| 200-210 | 8-9 |

Для определения вязкости первую пробу отбирают после отгонки 80-85% метилового спирта (от теоретического), а затем через каждый час. По достижении вязкости 50%-ного раствора продукта этерификации в трикрезоле 4-5 мин (по ВЗ-1 при 25 °С.) в колбу добавляют трикрезол (28% от общего количества). Нагревают реакционную массу до 200-210 °С и продолжают процесс этерификации до получения продукта с вязкостью 50%-ного раствора в трикрезоле 5-6 мин (по ВЗ-1 при 25 °С.).

После этого реакционную массу охлаждают до 160 °С и добавляют в нее оставшийся трикрезол (62% от общего количества).

По окончании растворения в трикрезоле раствор охлаждают до 80-100 °С и к нему приливают смесь, состоящую из остатка тетрабутоксититана (70% от общего количества), сольвент и остаток трикрезола (10% от общего количества).

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Объяснить, для чего вводят в состав полиэфира тетрабутоксититан.
3. Определить сухой остаток полученного лака.
4. Нанести полученный лак кистью на алюминиевую фольгу и определить продолжительность его полного высыхания при температуре 200 °С.
5. Определить теплостойкость полученного лакового покрытия при 220 °С.

Работа 2. Синтез немодифицированного полиэфира на основе фталевого ангидрида

Цель: Изучение кинетики при синтезе немодифицированного полиэфира на основе фталевого ангидрида

Исходные вещества (в %): Фталевый ангидрид 51,1; Диэтиленгликоль 28,1; Глицерин 20,8.

Приборы и оборудование: Установка (схема, рис. 2); Колбы конические с шлифованным воздушным холодильником (250 мл), 3 шт; Колбы конические (250 мл), 3 шт.

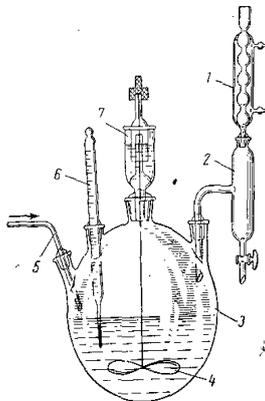


Рис. 2. Установка для синтеза полиэфиров в токе инертного газа:

- 1 - шариковый холодильник;
- 2 - ловушка Дина - Старка;
- 3 - четырехгорлая колба;
- 4 - мешалка;
- 5 - трубка для подачи инертного газа;
- 6 - термометр;
- 7 - масляный затвор.

Описание работы. В колбу помещают диэтиленгликоль и глицерин, включают механическую мешалку и постепенно загружают фталевый ангидрид. Затем включают подачу инертного газа, нагревают содержимое колбы до 200 ± 3 °С (со скоростью $30-35$ °С в 1 ч) и выдерживают при этой температуре до получения полиэфира с к.ч. 8-15 (пробу отбирать сразу после введения фталевого ангидрида, а затем через каждые 10 мин).

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Исследовать кинетику поликонденсации по изменению к.ч. в процессе реакции и построить график изменения к.ч. во времени.
3. Определить содержание гидроксильных групп (г.ч.) в полиэфире (по методу Фишера).
4. Определить растворимость полученного полиэфира в этиловом спирте-ректификате (1 : 1) при температуре $50-60$ °С.

Работа 3. Синтез немодифицированного полиэфира и получение основы мебельного лака

Цель: Изучение синтеза и получение основы мебельного лака при использовании различных мономеров

Исходные вещества (в %): Фталевый ангидрид 25,7; Малеиновый ангидрид 11,3; Этиленгликоль 12,6; Диэтиленгликоль 12,4; Синтетические жирные кислоты 6,6; Стирол 30,0; Ацетон 1,4; Гидрохинон (0,01% от массы лака)

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 2); Колбы конические (250 мл), 3 шт; Вискозиметр ВЗ-4; Приборы, для определения сухого остатка и твердости (М-3)

Описание работы. В колбу помещают этиленгликоль, диэтиленгликоль, фталевый и малеиновый ангидриды, включают подачу инертного газа и обогрев. После расплавления ангидридов включают механическую мешалку и продолжают постепенно нагревать содержимое колбы до 180 °С. При этих условиях реакционную массу выдерживают в течение 3 ч, затем температуру повышают до 210 °С и проводят процесс этерификации до получения полиэфира с к.ч. - 40 и вязкостью 90-100 сек (по ВЗ-4).

Далее реакционную массу охлаждают до 70 °С и постепенно вводят стирол с гидрохиноном. После растворения полиэфира в стироле добавляют 10%-ный раствор синтетических жирных кислот в стироле, перемешивают массу в течение 10 мин. и приливают добавочное количество стирола до получения раствора полиэфира с сухим остатком 61%. Затем добавляют ацетон и массу еще раз перемешивают.

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Приготовить трехкомпонентный лак следующей рецептуры (в г):

| | |
|---|------|
| Раствор ненасыщенного полиэфира | 100 |
| Раствор нафтената кобальта в стироле* | 0,65 |
| Смесь гидроперекиси кумола и перекиси циклогексанона (в соотношении 6,8:1) | 2,5 |
- * Содержание, кобальта 1,5%.
3. Нанести полученный трехкомпонентный лак кистью на стеклянную и жестяную пластинки и определить продолжительность его полного высыхания при комнатной температуре и твердость лакового покрытия.

Работа 4. Синтез «среднего» глифталевого полиэфира, модифицированного подсолнечным маслом

Цель: Изучение процесса получения среднего глифталевого полиэфира, модифицированного подсолнечным маслом и свойства полученного полиэфира

Исходные вещества (в %): Масло подсолнечное 48,3; Глицерин 17,8; Линолеат свинца 0,1; Фталевый ангидрид 33,8.

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 3) Установка для определения молекулярного веса эбуллиоскопическим методом; Колбы конические (250 мл), 3 шт.; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Штатив с пробирками; Йодометрическая шкала; Приборы, для определения твердости (М-3), прочности при ударе (У-1) и изгибе (ШГ).

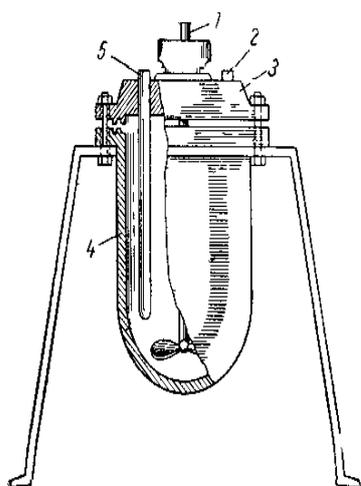


Рис. 3. Реактор для синтеза полиэфиров:

- 1 - механическая мешалка
- 2 - трубка для подачи инертного газа;
- 3 - крышка реактора;

Описание работы. В реактор помещают подсолнечное масло и линолеат свинца, включают механическую мешалку и перемешивают содержимое реактора в течение 5 мин. Затем наливают глицерин, включают подачу инертного газа и содержимое реактора постепенно (возможно вспенивание при 100-110 °С) нагревают до 250 °С. При этой температуре проводят процесс переэтерификации масла до получения продукта, растворимого в этиловом спиртерефектате в соотношении 1:3 (пробу отбирать через

каждые 15- 20 мин). Затем реакционную массу охлаждают до 180-190 °С и в нее постепенно вводят фталевый ангидрид. Полученную смесь нагревают до 230 °С и проводят процесс полиэтерификации до получения полиэфира с к.ч. ~ 25 (пробу отбирать через каждые 15-20 мин) и вязкостью 48-50 сек (по ВЗ-4).

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Определить молекулярный вес полиэфира эбуллиоскопическим методом.
3. Определить выход полиэфира и его растворимость в органических растворителях (качественно).
4. Приготовить лак 55%-ной концентрации с 3-5% сиккатива № 64 и определить его вязкость и цвет.
5. Нанести полученный лак кистью на пластины и определить его скорость высыхания при 20 и 100 °С.
6. Определить твердость полученных покрытий, их прочность при ударе и изгибе.

Работа 5. Синтез азеотропным методом пентафталевого полиэфира, модифицированного подсолнечным маслом и канифолью

Цель: Изучение азеотропного метода получения пентафталевого полиэфира, модифицированного подсолнечным маслом и канифолью, а также свойств синтезированного полиэфира.

Исходные вещества (в %): Масло подсолнечное 49,0; Канифоль 11,1; Пентаэритрит (100%) 15,3; Фталевый ангидрид 24,6; Карбонат натрия (0,05% от массы масла; Ксилол (1,5% от массы исходных веществ).

Приборы и оборудование:

Установка (схема, см. рис. 4) Установка для определения молекулярного веса эбуллиометрическим методом; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Йодометрическая шкала; Приборы, для определения сухого остатка

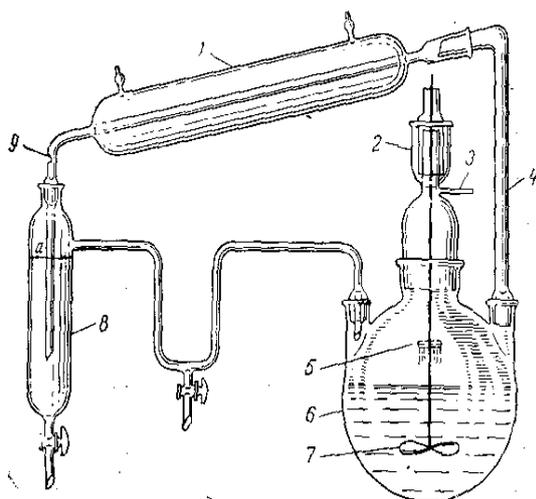


Рис. 4. Установка для синтеза полиэфиров азеотропным методом:

1 - холодильник Либиха; 2 - масляный затвор; 3 - трубка для подачи инертного газа; 4 - отводная трубка; 5 - горло для термометра; 6 - четырехгорлая колба; 7 - механическая мешалка; 8 - разделительный сосуд с переливной трубкой; 9 - отверстие для удаления неконденсирующихся летучих веществ.

Описание работы. В колбу помещают подсолнечное масло и мелкоизмельченную канифоль, включают подачу инертного газа и нагревают содержимое колбы до 150-170 °С. После расплавления канифоли включают механическую мешалку, и нагрев продолжают до 200 °С. Затем добавляют в колбу карбонат натрия, нагревают реакционную массу до 245 °С. При этой температуре постепенно добавляют пентаэритрит и проводят процесс полиэтерификации масла до получения продукта, растворимого в этиловом спирте-ректификате при соотношении 1:1. После этого содержимое колбы охлаждают до 180 °С, добавляют фталевый ангидрид и продолжают охлаждать до 130 °С. Затем заполняют

разделительный сосуд ксилолом, добавляют ксилол в колбу и нагревают ее содержимое до 245 °С. При этой температуре проводят процесс полиэтерификации до получения полиэфира с к.ч. не более 16.

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Определить молекулярный вес полиэфира эбуллиоскопическим методом.
3. Приготовить лак 50%-ной концентрации растворением полиэфира в смеси уайт-спирита с сольвентом (1:1).
4. Определить у полученного лака вязкость, цвет и сухой остаток.

Работа 6. Синтез азеотропным методом пентаглифталевого полиэфира, модифицированного синтетическими жирными кислотами

Цель: :Изучение свойств синтезированного полиэфира полученного азеотропным методом.

Исходные вещества (в %):

| | I | II | III | IV |
|-----------------------------------|------------------------------|------|------|------|
| Глицерин | 19,8 | 16,0 | 19,5 | 25,3 |
| Пентаэритрит | 10,2 | - | - | - |
| Фталетовый ангидрид | 40,0 | 28,0 | 26,7 | 40,7 |
| Синтетические жирные кислоты: | | | | |
| C ₁₀ - C ₁₆ | 30,0 | - | - | 34,0 |
| C ₂₀ - C ₂₅ | - | - | 18,0 | - |
| C ₂₅ и более | - | 18,0 | - | - |
| Талловое масло (дистиллированное) | - | 38,0 | 35,8 | - |
| Ксилол | 3% от массы исходных веществ | | | |

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 4); Штатив с пробирками; Колбы конические (250 мл), 3 шт; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Установка для определения молекулярного веса эбуллиоскопическим методом

Описание работы. В колбу помещают все исходные вещества, заполняют разделительный сосуд ксилолом до метки α (см. рис. 4), включают механическую мешалку и нагревают содержимое колбы до 200 °С. При этой температуре проводят процесс полиэтерификации до получения полиэфира с к.ч. не более 10 и вязкостью 50%-ного раствора в толуоле 125-200 сек (по ВЗ-4).

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Определить молекулярный вес полиэфира эбуллиоскопическим методом.
3. Определить растворимость полиэфира в органических растворителях (качественно).

Работа 7. Синтез водоразбавляемого пентафталевого полиэфира, модифицированного льняным маслом

Цель: :Изучение свойств водоразбавляемых полиэфиров.

Исходные вещества (в %):

| | I | II | III |
|------------------------------|------|------|------|
| Масло льняное рафинированное | 29,0 | 29,0 | 29,0 |
| Пентаэритрит | 12,3 | 12,3 | 12,3 |
| Фталетовый ангидрид | 16,7 | 16,7 | 16,7 |
| Бутиловый спирт | 24,2 | 12,1 | 25,5 |
| Изопропиловый спирт | 12,1 | 12,1 | 12,7 |

| | | | |
|-----------------|-----|------|-----|
| Бутилцеллозольв | - | 12,1 | - |
| Триэтиламин | 5,7 | 5,7 | - |
| Аммиак | - | - | 3,8 |

Карбинат натрия* (0,06% от массы исходных веществ)

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 3); Вискозиметр ВЗ-4; Трехгорлая колба (500 мл); Секундомер; Обратный холодильник; Штатив с пробирками; Механическая мешалка; Прибор для определения сухого остатка; Колбы конические (250 мл), 3 шт. * Или едкий натр (0,05% от массы исходных веществ).

Описание работы. В реактор помещают льняное масло и пентаэритрит (70% от общего количества), включают механическую мешалку, подачу инертного газа (барботаж) и нагревают содержимое реактора до 180⁰С. Затем добавляют в реактор карбонат натрия (или едкий натр), нагревают реакционную массу до 245⁰С и проводят процесс переэтерификации масла до получения продукта, растворимого в этиловом спирте-ректификате при соотношении 1:10 (пробу отбирать через каждые 20 мин и перед растворением фильтровать в горячем виде через складной фильтр). После этого массу охлаждают до 180-200⁰С и при перемешивании постепенно добавляют остаток пентаэритрита и фталевый ангидрид. Если реакционная масса остыла, ее снова нагревают до 180⁰С и при этой температуре проводят процесс полиэтерификации до получения полиэфира с к.ч. не более 54 (пробу отбирать через каждые 10-15 мин). Полученный полиэфир охлаждают до 100⁰С и переносят в трехгорлую колбу с обратным холодильником и механической мешалкой, где его смешивают с бутилцеллозольвом, бутиловым спиртом и изопропиловым спиртом. Полученный раствор охлаждают до 20⁰С и добавляют в него триэтиламин (или 25%-ный раствор аммиака).

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Объяснить, почему полиэфир растворяется в воде.
3. Определить сухой остаток полученного раствора полиэфира.
4. Определить растворимость полиэфира в воде при соотношении 1:3.
5. Определить рН водного раствора полиэфира.

Работа 8. Синтез водоразбавляемого пентаглифталевого полиэфира, модифицированного синтетическими жирными кислотами

Цель: Изучение свойств водоразбавляемых полиэфиров, модифицированных синтетическими жирными кислотами

Исходные вещества (в %): Синтетические жирные кислоты C₁₀ - C₁₆ 29,44; Пентаэритрит 10,27; Глицерин (98%-ный) 10,86; Фталевый ангидрид; Изобутиловый спирт 17,60; Изопропиловый спирт 8,80; Аммиак

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 3); Колбы конические; Трехгорлая колба (500 мл), (250 мл), 3 шт.; Обратный холодильник; Штатив с пробирками; Механическая мешалка; Прибор для определения сухого остатка

Описание работы. В реактор помещают глицерин, пентаэритрит, синтетические жирные кислоты, фталевый ангидрид, включают механическую мешалку и постепенно нагревают содержимое реактора до 180⁰С (возможно вспенивание!). При этой температуре проводят процесс полиэтерификации до получения полиэфира с к.ч. ~63-67 (пробу отбирать через каждые 10-15 мин). Затем полученный полиэфир охлаждают до 75⁰С и переносят в трехгорлую колбу с обратным холодильником и механической

мешалкой, где его растворяют в смеси изобутилового и изопропилового спиртов. После этого раствор полиэфира охлаждают до 30⁰С и постепенно добавляют 25%-ный раствор аммиака до рН = 6,5-7,2, следя за тем, чтобы температура раствора не повышалась.

Задания.

1. Написать схему реакции образования полиэфира.
2. Объяснить, почему полиэфир растворяется в воде.
3. Определить сухой остаток полученного раствора полиэфира.
4. Определить растворимость полиэфира в воде при соотношении 1:3.
5. Определить рН водного раствора полиэфира.

Работа 9. Синтез перхлорвинилового полимера методом блочной полимеризации

Цель: Изучение свойств перхлорвинилового полимера полученного методом блочной полимеризации.

Исходные вещества (в %): Поливинилхлорид 91; Тетрахлорэтан 9; Хлор

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 5 и 7); Хлоратор (рис. 10); Воронка Бюхнера; Фарфоровая чашка; Штатив с пробирками; Прибор для определения молекулярного веса вискозиметрическим методом.

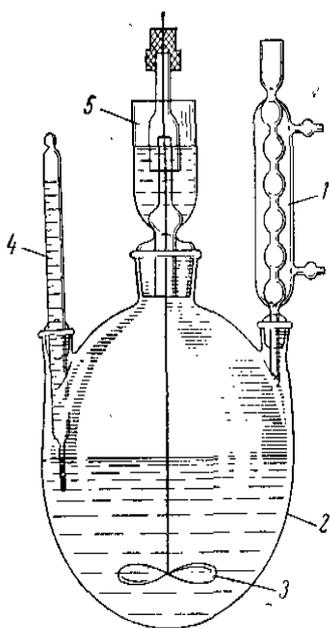


Рис. 5- Установка для синтеза олигомеров конденсационного типа:

- 1 - шариковый холодильник;
- 2- трехгорлая колба;
- 3 - мешалка;
- 4 - термометр;
- 5 - масляный затвор.

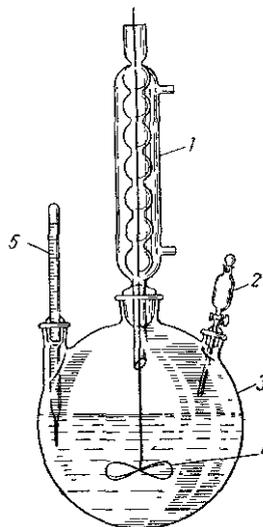
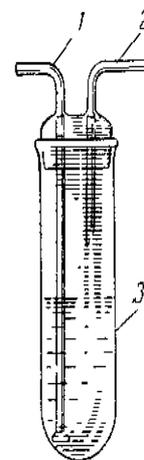


Рис. 7. Установка для синтеза

- Глицидиловых эфиров:**
- 1- шариковый холодильник;
 - 2 - капельная воронка;
 - 3 - трехгорлая колба;
 - 4 - мешалка;
 - 5 - термометр.

Рис. 10. Барботер:

- 1 - трубка для подачи хлора;
- 2 - отводная трубка;
- 3 - корпус хлоратора.



Описание работы. В колбу 2 (см. рис. 5) помещают тетрахлорэтан, поливинилхлорид, включают механическую мешалку, нагревают содержимое колбы до 50⁰С и выдерживают при этой температуре до полного растворения поливинилхлорида. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в хлоратор (см. рис. 10), через трубку 1 подают хлор в течение 1 ч, следя за тем, чтобы температура

реакционной массы не превысила 20 °С. Затем подачу хлора прекращают, реакционную массу нагревают до 110-112 °С и вновь подают хлор в течение 30 мин. По окончании хлорирования раствор полимера охлаждают до 60 °С и производят отдувку из него избыточного хлора и хлористого водорода сжатым воздухом, который подают через трубку 1. Далее раствор полимера переносят в колбу 3 (см. рис. 7), охлаждают его до 0 °С, включают механическую мешалку и из капельной воронки постепенно добавляют к раствору полимера метиловый спирт. После окончания введения метилового спирта останавливают мешалку, и выпавший полимер отфильтровывают на воронке Бюхнера, после чего промывают его там же метиловым спиртом. Полимер переносят в фарфоровую чашку и высушивают до постоянной массы в вакуум-сушильном шкафу при температуре не выше 45 °С.

Задания.

1. Написать схему реакции хлорирования поливинилхлорида.
2. Определить растворимость полимера в органических растворителях (качественно).
3. Определить содержание хлора в полимере.
4. Определить молекулярный вес полимера вискозиметрическим методом.

Работа 10. Синтез полибутилметакрилата методом блочной полимеризации

Цель: Изучение влияния концентрации инициатора на свойства синтезируемого полимера.

Исходные вещества (в %): Бутилметакрилат 99; Перекись бензоила 1.

Приборы и оборудование: Ампулы (20 мл), 3 шт; Штатив с пробирками; Термометр (0⁰-100 °С); Установка для определения молекулярного веса методом светорассеяния; Баня водяная; Колбы конические (250 мл), 3 шт.

Описание работы. В ампулу помещают бутилакрилат и перекись бензола. После этого ампулу запаивают и опускают в водяную баню, нагретую до 80 °С (баню обязательно закрывают предохранительным стеклом). При этой температуре проводят процесс полимеризации в течение 2 ч.

Задания.

1. Написать схему реакции образования полимера.
2. Получить полимеры, уменьшив количество перекиси бензоила в 2 и 4 раза.
3. Определить выход полимеров.
4. Определить молекулярный вес полимеров методом светорассеяния.
5. Определить растворимость полимеров в органических растворителях.

Работа 11. Синтез поливинилбутираля методом полимеризации в растворе

Цель: Изучение процесса полимеризации и свойств полученного продукта

Исходные вещества (в %): Поливиниловый спирт 10,6; Масляный альдегид; 25,5; Серная кислота (1,83 г/см³) 0,2; Бензол 63,7.

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 7); Прибор для перегонки с водяным паром; Колбы конические с шлифованными холодильниками (250 мл), 3 шт; Прибор для определения молекулярного веса вискозиметрическим методом; Колбы круглодонные с шлифованными холодильниками (200 мл), 3 шт; Штатив с пробирками

Описание работы. В колбу помещают бензол и серную кислоту, охлаждают содержимое колбы в бане со льдом до 3-5 °С, включают механическую мешалку и постепенно добавляют поливиниловый спирт. После перемешивания реакционной массы в течение 10 мин в нее из капельной воронки добавляют масляный альдегид и массу вновь перемешивают в течение 30 мин. Затем баню со льдом убирают и ждут, пока реакционная масса не нагреется до комнатной температуры. Далее температуру массы постепенно повышают до 70-75 °С и выдерживают ее в этих условиях до полного растворения образовавшегося поливинилбутирала в бензоле (~4 ч). Из полученного раствора бензол отгоняют с водяным паром, а выпавший поливинилбутираль тщательно промывают водой и сушат в вакуум-сушильном шкафу при температуре не выше 40 °С.

Изучение

Задания.

1. Написать схему реакции образования полимера.
2. Определить выход полимера.
3. Определить молекулярный вес полимера вискозиметрическим методом; провести фракционирование и определить молекулярный вес каждой фракции; построить интегральную кривую распределения по молекулярным весам.
4. Определить содержание гидроксильных групп в полимере.
5. Определить растворимость полимера в органических растворителях.

Работа 12. Синтез поливинилацетата методом полимеризации в растворе

Цель: Изучение свойств полимера полученного методом полимеризации в растворе. Изучение

Исходные вещества (в %): Виналацетат 49,7; Перекись бензоила 0,6; Бензол 49,7

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 5); Прибор для определения молекулярного веса вискозиметрическим методом; Фарфоровая чашка; Штатив с пробирками

Описание работы. В колбу помещают виналацетат, перекись бензоила, бензол, включают механическую мешалку и реакционную смесь нагревают до 80 °С. При этой температуре ведут процесс полимеризации в течение 3 ч, после чего раствор полимера переносят в фарфоровую чашку и помещают в вытяжной шкаф, где выпаривается растворитель. Для полного удаления растворителя полимер высушивают в вакуум-сушильном шкафу при остаточном давлении 200-300 мм рт. ст. и 60 °С до постоянной массы.

Задания.

1. Написать схему реакции образования полимера.
2. Определить выход, молекулярный вес и растворимость полимера в органических растворителях.

Работа 13. Синтез сополимера винилхлорида с виналацетатом эмульсионным методом

Цель: Изучение свойств сополимера винилхлорида с виналацетатом полученного эмульсионным методом

Исходные вещества (в %): Винилхлорид 21,1; Виналацетат 3,6; Дистиллированная вода 74,5; Сульфанол 0,7; Персульфат аммония 0,1

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 5); Автоклав; Воронка Бюхнера; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Штатив с пробирками; Прибор для определения влажности

Описание работы. В автоклав помещают воду, 20%-ный раствор сульфанола в дистиллированной воде, 5%-ный раствор персульфата аммония и винилацетат. Закрывают люк автоклава, создают избыточное давление 11,0 ат, включают механическую мешалку и подачу холодной воды в рубашку автоклава для охлаждения реакционной массы. После этого постепенно подают из баллона винилхлорид, следя за тем, чтобы температура массы не превышала 20 °С, а избыточное давление в автоклаве - 13 ат. Содержимое автоклава нагревают до 70-72 °С и при этой температуре проводят процесс сополимеризации до тех пор, пока избыточное давление в автоклаве не понизится до 1,0-1,5 ат (~2,5-3 ч). По окончании Процесса эмульсию охлаждают до 20-25 °С и переливают в колбу 2 (см. рис. 5), куда наливают дистиллированную воду (100% от массы эмульсии), включают механическую мешалку и постепенно добавляют 5%-ный раствор алюмокалиевых квасцов (10% от массы неразбавленной эмульсии). Коагулированную массу постепенно (в течение 1 ч) нагревают до 80-85 °С, выдерживают 30 мин и охлаждают до 20-25 °С. Затем сополимер переносят в воронку Бюхнера, фильтруют, а сополимер промывают водой до отсутствия в промывных водах иона SO_4^{2-} (проба по $BaCl_2$). Промытый сополимер переносят в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при 55 °С до постоянной массы.

Задания.

1. Написать схему реакции образования сополимера.
2. Определить содержание хлора и влажность сополимера.
3. Определить растворимость сополимера в органических растворителях (качественно).

Работа 14. Синтез сополимера стирола с глифталевым полиэфиром

Цель: Изучение свойств лака полученного на основе сополимера стирола с глифталевым полиэфиром

Исходные вещества (в %): Глифталевый полиэфир 21,0; Стирол 24,7; Ксилол - 53,8; Перекись третичного бутила 0,5.

Приборы и оборудование: Установки (схемы, см. рис. 3 и 5); Приборы для определения сухого остатка, перегонки под вакуумом и продолжительности высыхания; Колбы конические (250 мл), 3 шт; Штатив с пробирками; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер.

Описание работы. Работа состоит из двух частей; получение глифталевого полиэфира и синтез сополимера его со стиролом.

Получение глифталевого полиэфира. В реактор (см. рис. 3) помещают 45 г льняного и 8 г тунгового масел, 16,75 г глицерина, 0,02 г глета, включают механическую мешалку и смесь нагревают до 220 - 230 °С. При этой температуре проводят реакцию алкоголиза до растворимости пробы в спирте-ректификате (1:10). Затем в реактор постепенно добавляют фталевый ангидрид, повышают температуру до 250 °С и ведут реакцию полиэтерификации до получения полиэфира с к.ч. не более 40 (пробы отбирают каждые 15 мин).

Синтез сополимера. В колбу 2 (см. рис. 5) помещают глифталевый полиэфир, ксилол, стирол, нагревают до 140 °С и добавляют первую порцию (25%) перекиси *трет*-бутила в виде 50%-ного раствора в ксилоле. Затем проводят, сополимеризацию при 140 °С, добавляя через каждые полчаса такое же количество инициатора. После введения всего количества инициатора продолжают реакцию при этой же температуре в течение 20 ч до получения раствора сополимера, имеющего сухой остаток 45-50% и вязкость 40-50 сек по ВЗ-4 (первую пробу на определение вязкости отбирают через 10 ч от начала синтеза и далее через каждый час). Затем раствор сополимера охлаждают, переносят в

прибор для перегонки под вакуумом и отгоняют азеотропную смесь ксилола и невступившего в реакцию стирола при остаточном давлении 100-150 мм рт. ст. и 80-90 °С. В полученный раствор сополимера добавляют ксилол до получения лака с содержанием сухого остатка 45% и вязкостью 25-30 сек по ВЗ-4.

Задания.

1. Написать схему получения сополимера.
2. Нанести лак кистью на стеклянную пластинку и определить время высыхания лаковой пленки при 20 °С.

Работа 15. Синтез сополимера стирола с эпоксиэфиром

Цель: Получение лака на основе сополимера и изучение его свойств.

Исходные вещества (в %): Стирол 37; Эпоксиэфир 63; Гипроперекись кумола (2% от массы стирола); Сиккатив 7640 Ксилол

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 5); Приборы для определения сухого остатка и времени высыхания; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер.

Описание работы. В колбу помещают 50%-ный раствор эпоксиэфира в ксилоле, включают механическую мешалку и нагревают раствор эпоксиэфира до 140 °С. Затем к нему добавляют 50%-ный раствор стирола в ксилоле (33,3% от общего количества), гидроперекись кумола и при 140 °С выдерживают смесь в течение 1 ч. После этого вновь вводят 50%-ный раствор стирола в ксилоле (33,3% от общего количества), выдерживают 1 ч, вводят остаток 50%-ного раствора в ксилоле, повышают температуру смеси до 145-150 °С и проводят процесс сополимеризации в течение 11 ч. Сополимер охлаждают до 50-60 °С, разбавляют ксилолом до получения лака с сухим остатком 30% и вводят 3% сиккатива 7640.

Задания.

1. Написать схему реакции получения сополимера.
2. Определить вязкость лака по вискозиметру ВЗ-4.
3. Нанести лак кистью на стеклянную пластинку и определить время высыхания при 20 °С.

Работа 16. Получение окисленных масел

Цель: Сравнение свойств окисленных и исходных продуктов

Приборы и оборудование: Оксидатор (схема, рис. 8); Песочная баня; Воздуходувка; Термометр; Колбы конические (250 мл), 3 шт.; Колбы конические с притертыми пробками (250 мл), 3 шт.; Капсюлетки, 2 шт.; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Рефрактометр; Иодометрическая шкала

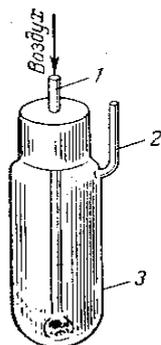


Рис. 8. Оксидатор:

- 1 - барботер для подачи воздуха;
- 2 - отводная трубка;
- 3 - корпус оксидатора.

Описание работы. Условие проведения работы см. в табл 3. В оксидатор наливают масло на 1/3 его объема, помещают его на песочную баню и нагревают масло до температуры окисления.

Таблица 3.

Условия проведения процесса окисления льняного масла

| № примера | Температура, °С | Продолжительность, ч |
|-----------|-----------------|----------------------|
| 1 | 105 | 15 |
| 2 | 130 | 10 |
| 3 | 150 | 8 |

Затем включают воздухоудвку и через масло со скоростью 0,5 л/мин продувают воздух в течение определенного времени. После этого воздухоудвку отключают, обогрев прекращают и охлаждают масло до комнатной температуры.

Задания.

1. Объяснить химические процессы, происходящие при окислении масел.
2. Определить вязкость, коэффициент рефракции, цвет, кислотное число, число омыления и йодное число окисленного и исходного масел. Объяснить, в результате каких процессов изменяются эти характеристики.

Работа 17. Получение эпоксицированного соевого масла муравьинокислым методом

Цель: Изучение процесса получения эпоксицированного соевого масла муравьинокислым методом.

Исходные вещества (в %): Масло соевое 26,3; Перекись водорода (30%-ной конц.) 29,0; Муравьиная кислота 5,5; Толуол 39,2.

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 9); Делительная воронка; Фарфоровая чашка; Колбы конические с шлифованными пробками (250 мл), 3 шт. Капсюлетки, 2 шт.

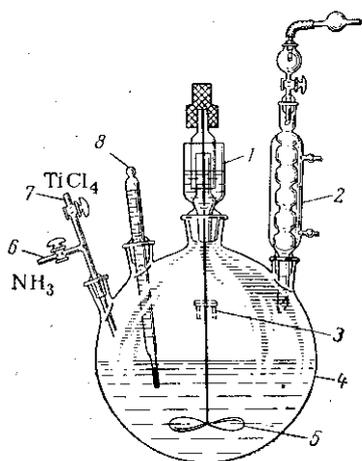


Рис. 9. Установка для синтеза полибутилтитаната:

- 1 - масляный затвор;
- 2 - шариковый холодильник;
- 3 - горло для капельной воронки;
- 4 - пятигорлая колба;
- 5 - мешалка;
- 6 - трубка для подачи аммиака;
- 7 - трубка для подачи четыреххлористого титана;
- 8 - термометр.

Описание работы. В колбу помещают соевое масло, толуол (15,0% от общего его количества) и перекись водорода, включают механическую мешалку и смесь нагревают до 70 °С. При этой температуре из капельной воронки постепенно вводят муравьиную кислоту и затем реакционную массу выдерживают около 7 ч. Процесс контролируют по

содержанию перекиси водорода и муравьиной кислоты в водном слое. Реакцию заканчивают, когда содержание перекиси водорода и муравьиной кислоты практически перестает уменьшаться. После этого обогрев прекращают, массу охлаждают до 20 °С и переносят в делительную воронку. Отстоявшийся нижний водный слой сливают, для растворения эпоксицированного масла добавляют остаток толуола и раствор масла промывают несколько раз водой до отсутствия в промывной воде перекиси водорода и муравьиной кислоты. Для этого около 3 мл промывной воды помещают в фарфоровую чашку и добавляют несколько капель раствора хромового ангидрида в концентрированной серной кислоте. При наличии перекиси водорода проба окрашивается в зеленый цвет.

Отсутствие муравьиной кислоты определяют с помощью индикаторной универсальной бумаги.

Промытое эпоксицированное масло переносят в прибор для перегонки под вакуумом и при остаточном давлении 660 мм рт. ст. и 100 °С отгоняют водно-толуольный дистиллят. После этого создают остаточное давление 720-740 мм рт. ст. и при 100 °С сушат масло в течение 2 ч. Сушку заканчивают, когда проба масла становится прозрачной.

Задания.

1. Написать схему реакции эпоксицирования соевого масла.
2. Определить в эпоксицированном масле содержание эпоксидного кислорода, йодное и кислотное числа.

Работа 18. Получение осажденного резината и линолеата свинца

Цель: Изучение процесса получения сиккатива и отверждения льняного масла.

Исходные вещества (в %):

| | I | II | III |
|--|------|------|-----|
| Канифоль | 66,0 | - | 60 |
| Льняное масло | - | 66,0 | - |
| Каустическая сода (10%-ный водный раствор) | 6,7 | 6,7 | - |
| Кальцинированная сода (10%-ный водный раствор) | - | - | 15 |
| Уксуснокислый свинец (7,5%-ный водный раствор) | 27,3 | 27,3 | 25 |

Приборы и оборудование: Фарфоровый стакан; Механическая мешалка; Термометр; Воронка Бюхнера; Фарфоровая чашка; Прибор для определения продолжительности высыхания

Описание работы. В фарфоровый стакан помещают канифоль или льняное масло, нагревают смесь до 100 °С, включают механическую мешалку и добавляют 10%-ный раствор каустической или кальцинированной соды. По окончании реакции омыления (проба на растворимость в воде) массу охлаждают и вводят в нее 7,5%-ный раствор уксуснокислого марганца. При этом происходит реакция обменного разложения, и образующаяся свинцовая соль выпадает в виде осадка. После отстаивания осадка раствор сливают, осадок переносят на воронку Бюхнера, несколько раз промывают теплой водой, переносят в фарфоровую чашку и сушат при 70-80 °С в сушильном шкафу.

Задания.

1. Написать химические реакции, протекающие при образовании сиккатива.
2. Исследовать скорость высыхания льняного масла при введении в него 10% раствора сиккатива (1 часть сиккатива и 3 части скипидара).
3. Определить выход сиккатива.

Работа 19. Получение осажденного линолеата марганца

Цель: Изучение свойств сиккатива полученного осаждением линолеата марганца.

Исходные вещества (в %): Льняное масло 66,3; Каустическая сода (10%-ный раствор) 6,7; Хлористый марганец (7,5%-ный раствор) 27,0; Уайт-спирит

Приборы и оборудование: Фарфоровый стакан; Механическая мешалка; Термометр; Делительная воронка; Штатив с пробирками; Прибор для перегонки под вакуумом

Описание работы. В фарфоровый стакан помещают льняное масло, включают механическую мешалку, нагревают до 100 °С, добавляют 10%-ный раствор каустической соды и проводят реакцию омыления до достижения растворимости пробы в воде. Затем массу охлаждают, вводят 7,5%-ный раствор хлористого марганца и перемешивают до образования сиккатива, который выпадает в виде осадка. В стакан вносят уайт-спирит (1:1), сиккатив растворяют и переносят в делительную воронку, где происходит расслоение на два слоя. Водный слой сливают, а раствор сиккатива промывают теплой водой (50 °С), переносят его в прибор для перегонки под вакуумом и отгоняют толуол при остаточном давлении 100 мм. рт. ст. и 80 °С

Задания.

1. Написать схему реакции получения сиккатива.
2. Исследовать растворимость сиккатива в скипидаре уайт-спирите и льняном масле (при 130 °С).

Работа 20. Синтез битумного лака

Цель: Изучение процесса синтеза битумного лака и свойств полученного покрытия.

Исходные вещества (в %): Битум нефтяной 32,5; Асфальтит 8,1; Уайт-спирит 37,8; Сольвент 21,6.

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 5); Прибор для определения продолжительности высыхания; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер.

Описание работы. В колбу помещают битум, асфальтит, нагревают содержимое колбы до 120-130 °С (возможно вспенивание!), а затем до 280 °С и эту температуру поддерживают до получения однородной массы. Полученный продукт охлаждают до 135 °С, добавляют уайт-спирит и сольвент и перемешивают.

Задания.

1. Определить вязкость лака.
2. Нанести полученный лак на стеклянную пластинку и определить продолжительность его высыхания.

Работа 21. Приготовление шеллачного лака

Цель: Изготовление шеллачного лака и изучение его свойств.

Исходные вещества (в %): Шеллак 28,5; Канифоль 4,8; Этиловый спирт 66,7.

Приборы и оборудование: Установка (схема, см. рис. 5); Прибор для определения продолжительности высыхания.

Описание работы. В колбу наливают этиловый спирт, включают механическую мешалку и постепенно добавляют шеллак (для лучшего растворения шеллака можно

нагреть колбу до 30 °С). К полученному раствору добавляют предварительно измельченную канифоль и перемешивают массу до полного растворения последней.

Задание.

Нанести полученный лак на стеклянную пластинку и определить продолжительность его полного высыхания.

Работа 22. Приготовление пентафталевых эмалей светло-коричневого и белого цветов

Цель: Изучение процесса приготовления пентафталевых эмалей и свойств полученных покрытий.

Исходные вещества (в %):

| <i>Эмаль светло-коричневого цвета</i> | | <i>Эмаль белого цвета</i> | |
|---------------------------------------|------|----------------------------|------|
| Пигментные пасты | | Пигментная паста 4 | 44,5 |
| 1 | 41,0 | Лак ПФЛ-64 | 50,5 |
| 2 | 1,3 | Сиккатив 63 | 3,0 |
| 3 | 3,0 | Уайт-спирит | 2,0 |
| Лак ПФЛ-3 | 50,0 | | |
| Сиккатив 60 | 2,7 | | |
| Уайт-спирит | 2,0 | | |
| <i>Пигментная паста 1</i> | | <i>Пигментная паста 3</i> | |
| Крон лимонный | 75,0 | Сажа печная | 35,0 |
| Лак ПФЛ-3 | 23,5 | Олифа | 65,0 |
| Уайт-спирит | 1,5 | | |
| <i>Пигментная паста 2</i> | | <i>Пигментная паста 4</i> | |
| Крон оранжевый | 55,5 | Двуокись титана рутил Ро-2 | 68,6 |
| Лак ПФЛ-3 | 27,0 | Лак ПФЛ-64 | 17,7 |
| Уайт-спирит | 17,5 | Уайт-спирит | 6,8 |
| | | Сольвент | 6,9 |

Приборы и оборудование: Лабораторный смеситель; Краскотерочная машина; Фарфоровый стакан; Механическая мешалка; Металлическая сетка с 1600 *отв/см²*; Вискозиметр ВЗ-4; Секундомер; Приборы для определения степени перетира «по клину», продолжительности высыхания (М-3), прочности пленки при ударе (У-1) и изгибе

Описание работы. Для получения эмалей сначала готовят пигментные пасты, а затем уже изготавливают эмаль.

Получение пигментной пасты. В лабораторный смеситель (или фарфоровый стакан с механической мешалкой) помещают пигмент, лак и растворитель, включают механическую мешалку и перемешивают смесь до получения однородной массы. Затем содержимое смесителя переносят на краскотерочную машину, где массу перетирают. До получения пигментной пасты со степенью перетира 10-20 (по «клину»).

Получение эмали. В фарфоровый стакан с механической мешалкой помещают пигментную пасту, включают мешалку и постепенно добавляют Лак и растворитель. Массу тщательно перемешивают и фильтруют через металлическую сетку с 1600 *отв/см²*.

Задание.

Проверить полученные эмали на соответствие техническим условиям:

| | Эмаль светло-коричневого цвета | Эмаль \белого цвета |
|---|--------------------------------|---------------------|
| Вязкость, сек | 18-30 | 80 |
| Продолжительность высыхания при 18-22 °С, ч, не более | 48 | 48 |
| Прочность при ударе, кгс·см, не менее | 40 | 40 |
| Прочность при изгибе, мм, не более | 1 | 1 |
| Твердость, не менее | 1,5 | 0,2 |

Литература

1. Сорокин М.Ф., Шоде Л.Г., Кочнова З.А.,
Химия и технология пленкообразующих веществ. – М. Химия 1981 – 448 бет.
2. М.Ф. Сорокин, К.А. Лялюшко.
Практикум по химии и технологии пленкообразующих веществ. – М. 1971.
6. А.П. Григорьев, О.А. Федотова.
Лабораторный практикум по техн Химия ологии пластических масс. – М. Высшая школа, 1986
7. Мағрупов Ф.А.
“Синтетик ва табиий юқори молекуляр бирикмалар кимёвий технологияси” фанидан махрузалар матни. Тошкент 2007
8. Мағрупов Ф.А.
“Полимер ва пластик массалар технологиясидан лаборатория амалиёти”, Тошкент 2007 (электрон вариант

