

Волинський національний університет імені Лесі Українки

Факультет хімії та екології

Кафедра органічної та фармацевтичної хімії

Супрунович С. В., Литвинюк Л. В.

ХІМІЯ ПОЛІМЕРІВ

Лабораторний практикум

(для студентів спеціальності 102 Хімія)

Луцьк 2025 р.

УДК 54-126(075.8:076.5)

С 89

*Рекомендовано до друку науково-методичною радою
Волинського національного університету імені Лесі Українки
(протокол № 10 від 18 червня 2025 року)*

Рецензенти:

Савчук Т. І. — кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної та фізичної хімії Волинського національного університету імені Лесі Українки.

Х 46

Хімія полімерів : лабораторний практикум / укладачі: С. В. Супрунович, Л. В. Литвинюк. Луцьк: ВНУ імені Лесі Українки, 2025. 35 с.

Методичні рекомендації до лабораторних робіт з курсу «Хімія полімерів». Наведено методи синтезу полімерів та їх модифікації. Вміщено практичні роботи з синтезу представників основних класів органічних полімерів.

Для студентів спеціальності 102 Хімія факультету хімії та екології національного університету імені Лесі Українки за напрямком підготовки 102 Хімія.

УДК 54-126(075.8:076.5)

© Супрунович С. В., Литвинюк Л. В., 2025

© ВНУ імені Лесі Українки, 2025

ЗМІСТ

Вступ.....	4
Техніка безпеки при проведенні лабораторних робіт.....	6
загальні зауваження до лабораторного практикуму.....	11
Лабораторні роботи.....	11
Лабораторна робота 1. Дослідження впливу рН середовища на набухання амфотерного поліелектроліту (желатину).....	11
Лабораторна робота 2. Вплив рН середовища на в'язкість розчинів желатину. Визначення ізоелектричної точки желатину за мінімумом в'язкості.....	14
Лабораторна робота 3. Діаліз золю крохмалю. Ознайомлення з властивостями високомолекулярних напівпроникних мембран.....	15
Лабораторна робота 4. Визначення молекулярної маси методом віскозиметрії.....	16
Лабораторна робота 5. Поліконденсація адипінової кислоти.....	18
Лабораторна робота 6. Утворення та властивості нітроцелюлози.....	20
Лабораторна робота 7. Властивості крохмалю.....	21
Лабораторна робота 8. Власитвості целюлози.....	22
Лабораторна робота 9. Кислотна деструкція поліетилентерефталату.....	24
Лабораторна робота 10. Лужна деструкція поліетилентерефталату.....	24
Лабораторна робота 11. Феноло-формальдегідна смола.....	25
Лабораторна робота 12. Ідентифікація каучуків за продуктами їх піролізу....	27
Лабораторна робота 13. Ідентифікація невідомого зразка полімеру.....	28
Лабораторна робота 14. Синтез тікольного каучуку.....	30
Лабораторна робота 15. Синтез тікольного каучуку. Варіант 2.....	32
Лабораторна робота 16. Сечовино-формальдегідний клей для дерева.....	33
Джерела інформації.....	35

ВСТУП

Світ сучасних матеріалів неможливо уявити без полімерів – високомолекулярних сполук, що знайшли широке застосування в усіх сферах людської діяльності. Від пакування та одягу до високотехнологічних медичних імплантатів та аерокосмічної техніки, полімери визначають якість нашого життя та відкривають нові горизонти для інновацій. Їх унікальні властивості, такі як гнучкість, міцність, легкість та здатність набувати різноманітних форм, роблять їх незамінними в промисловості, науці та побуті.

Вивчення хімії полімерів є надзвичайно важливим для підготовки кваліфікованих фахівців-хіміків. Розуміння основних принципів синтезу, будови, властивостей та застосування полімерних матеріалів відкриває широкі можливості для кар'єрного зростання та участі у розв'язанні актуальних науково-технічних завдань. Стрімкий розвиток полімерної хімії та матеріалознавства постійно вимагає від спеціалістів глибоких теоретичних знань та практичних навичок у цій галузі.

Саме з метою забезпечення якісної практичної підготовки студентів спеціальності 102 Хімія факультету хімії, екології та фармації Волинського національного університету імені Лесі Українки і було розроблено цей лабораторний практикум. Він є невід'ємною складовою навчального процесу за напрямком підготовки 102 Хімія та покликаний поглибити теоретичні знання, отримані під час лекційних курсів, а також сформувати необхідні експериментальні вміння та навички.

Запропоновані лабораторні роботи охоплюють ключові аспекти хімії полімерів, починаючи від основних методів синтезу різних класів полімерів і закінчуючи дослідженням їх фізико-хімічних властивостей та особливостей застосування. Студенти матимуть змогу самостійно проводити експерименти, спостерігати за перебігом реакцій полімеризації та поліконденсації, вивчати вплив різних факторів на властивості одержаних полімерних матеріалів, а також освоювати сучасні методи їх аналізу та ідентифікації.

Особлива увага в практикумі приділяється розвитку навичок самостійної роботи, критичного мислення та аналізу отриманих результатів. Кожна лабораторна робота містить теоретичний вступ, опис методики проведення експерименту, перелік необхідних реактивів та обладнання, а також контрольні питання для самоперевірки. Це дозволить студентам не лише якісно виконати експериментальну частину, але й глибоко осмислити теоретичні основи досліджуваних процесів.

Так як полімери займають значне місце в людській діяльності, то поглиблене їх вивчення пропонується майбутнім бакалаврам, що навчаються по спеціальності 102 «Хімія» у курсі «Хімія полімерів».

На вивчення цієї дисципліни виділено 180 годин (6 кредитів ECTS). З них безпосередньо на лабораторні роботи 32 години.

Під час проведення всіх (без винятку) завдань практикуму повинні вживатися спеціальні запобіжні заходи, мають дотримуватись вимоги техніки безпеки. Залежно від специфіки проведення роботи або характеру речовин ці потреби визначаються спеціальними інструкціями, які й служать основою організації безпечного проведення робіт.

ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ ПРОВЕДЕННІ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Проведення лабораторних робіт пов'язано з небезпекою для здоров'я, тому важливо дотримуватись правил техніки безпеки. Перед початком експериментальної роботи в лабораторії, на першому занятті, викладач проводить первинний інструктаж з техніки безпеки. Проходження інструктажу кожен студент повинен підтвердити підписом у журналі реєстрації інструктажів з питань охорони праці на робочому місці. Тим самим він бере на себе відповідальність за дотримання правил техніки безпеки на лабораторних заняттях. Викладач своїм підписом у тому ж самому журналі підтверджує факт проведення інструктажу студента.

Під час виконання лабораторних робіт необхідно дотримуватися наступних правил роботи:

1. Працювати в лабораторії можна тільки в присутності викладача або лаборанта.
2. Працювати в лабораторії можна тільки в одягнутому й застебнутому лабораторному халаті.
3. На робочому місці не повинно бути сторонніх предметів.
4. Сухі реактиви слід брати за допомогою шпателя, розчини – піпеткою, для кожного реактиву необхідно мати окремий шпатель або піпетку.
5. Надлишок реактиву не виливати і не висипати назад в посуд, з якого вони взяті; поміщати в посуд для зливу або спускати із струмом води в каналізацію.
6. Дотримуватися обережності в роботі з розчинами кислот, лугів й інших їдких рідин.
7. У разі попадання кислоти на шкіру або слизові оболонки негайно промити уражене місце великою кількістю води, а потім розчином соди (гідрокарбонату натрію).
8. Забороняється проводити лабораторні роботи у випадку відсутності в крані водопровідної води.

9. У разі попадання лугу на шкіру або слизові оболонки спочатку промити уражене місце водою до тих пір, поки ділянка не перестане бути слизкою, а потім слабким розчином оцтової кислоти.
10. Не користуватися невідомими реактивами (без написів і етикеток).
11. Нагріваючи рідини, тримати пробірку отвором від себе і людей, що знаходяться поруч.
12. Після закінчення роботи студент повинен вимити посуд, привести робоче місце в порядок і здати його лаборантові.
13. Студент має дотримуватись і таких загальних правил поведінки в лабораторії:
14. Тримати робоче місце в чистоті і порядку.
15. Приступати до виконання дослідів лише уяснивши його мету і завдання, обдумавши окремі етапи виконання дослідів.
16. Досліди повинні виконуватися акуратно, без квапливості, з дотриманням усіх вимог, що містяться в методичних вказівках.
17. При проведенні лабораторних процедур посуд має бути закріплений у штативах.
18. У лабораторії необхідно дотримуватися тиші, забороняється їсти, пити і займатися сторонніми справами.
19. Після використання реактиву його необхідно відразу ставити в штатив, щоб не створювати безладу на робочому місці.
20. Після закінчення роботи обов'язково вимити руки.
21. Якщо є підозра, що реактив чи розчинник попав на руки чи обличчя, негайно їх вимити. Не чекати, поки з'являться якісь відчуття.
22. Усі дослідів з отруйними і сильно пахучими речовинами, а також нагрівання і випарювання розчинів проводити тільки у витяжній шафі.
23. Не нахилятися над посудиною з киплячою рідиною. Пробірку, що нагрівається, або колбу тримати отвором убік, а не до себе або до сусіда, оскільки може статися викид рідини.

24. Визначати запах речовини слід, не вдихаючи пари повними грудьми, а направляючи їх до себе легким рухом руки.
25. Роботи з кислотами і лугами проводити так, щоб реактиви не потрапляли на одяг, обличчя, руки. Наливаючи розчин в пробірку, її потрібно тримати на деякій відстані від себе.
26. У поводженні з невідомими речовинами необхідно проявляти підвищену обережність. Ні за яких обставин не можна пробувати речовину на смак!
27. Необхідно негайно прибрати усе пролите, розбите і просипане на столах або на підлозі в лабораторії. Якщо кислота проллється на стіл або на підлогу, її слід нейтралізувати содою.
28. Набір будь-яких рідин в піпетки набирати не ротом, а за допомогою гумової груші.
29. Подрібнювати сухі луги можна лише в запобіжних окулярах. Брати твердий луг тільки пінцетом або щипцями.
30. Не можна використовувати для дослідів речовини з бюреток, колб і упаковок без етикеток і з нерозбірливими написами.
31. У хімічній лабораторії є аптечка. Потрібно вміти надавати першу допомогу потерпілим, коли це необхідно.
32. Готуючи розчини сірчаної кислоти необхідно лити концентровану кислоту у воду, а не навпаки, оскільки, внаслідок сильного місцевого розігрівання, можливе розбризкування кислоти. Крім того необхідно користуватися тонкостінною склянкою або фарфоровим посудом.
33. Ніяких речовин з лабораторії не можна брати додому без дозволу викладача або лаборанта.
34. Металічна ртуть, пролиту в результаті поломки приладів або розбитті термометрів, необхідно ретельно зібрати. Збирають ртуть за допомогою амальгамованих пластинок з міді або білої жести.
35. У випадку порізу склом рану треба помити з милом, обробити краї йодом і перев'язати бинтом.

36. Після надання першої допомоги потерпілому повідомити керівництво (викладача, завідуючого кафедрою, декана) та направити до лікаря.
37. З метою протипожежної безпеки хімічна лабораторія забезпечена вогнегасниками, ящиками з піском, ковдрами. Необхідно знати, де знаходяться протипожежні засоби і порядок термінової евакуації з лабораторії під час пожежі.
38. Про усі випадки відхилення від нормального ходу лабораторного зайняття, порушення даних правил, повідомляти передусім викладачеві, лаборантові або завідувачеві лабораторією.
39. Працювати в лабораторії студенти повинні на постійному робочому місці тільки в халатах, застебнутих на всі гудзики. Волосся має бути підібране під косинку чи шапочку.
40. Обережно поводитись з хімічними реактивами: уникати потрапляння цих речовин на руки, не торкатися ними обличчя та очей, після роботи руки слід ретельно вимити;
41. Надлишок реактиву не виливати і не висипати назад в посуд, з якого вони взяті; поміщати в посуд для зливу або спускати із струмом води в каналізацію.
42. Дотримуватися обережності в роботі з розчинами кислот, лугів й інших їдких рідин:
43. Проведення дослідів у брудному лабораторному посуді забороняється.
44. Категорично забороняється нагрівати або охолоджувати будь-які розчини у герметично закритих місткостях, а також закривати колби з гарячою рідиною.
45. Переносити посуд з гарячою рідиною треба використовуючи рушник, тримаючи посудину обома руками: однією – за дно, іншою – за горловину. Великі хімічні стакани з рідиною потрібно піднімати лише двома руками так, щоб відігнуті краї склянки опиралися на вказівні пальці.

- 46.Роботу з леткими речовинами (етером, бенzenом, ацетоном та ін.), концентрованими лугами та кислотами проводити акуратно і під витяжною шафою, не зливати їх в каналізацію без попереднього розведення.
- 47.Роботу з легкозаймистими рідинами вести під витяжною шафою та подалі від нагрівальних приладів. У разі загорання спирту, ефіру та інших легкозаймистих рідин не гасити полум'я водою, а скористатися піском.
- 48.Обережно працювати зі скляним лабораторним посудом, що легко б'ється. Рештки побитого лабораторного скляного посуду слід ретельно змісти у спеціальний збірник. Сировину чи напівфабрикати, у які могли потрапити скляні уламки, необхідно викинути у спеціальний збірник.
- 49.Негайно прибрати усе пролите, розбите і просипане на столах або на підлозі в лабораторії:
- 50.У дослідях з використанням електроприладів необхідно переконатися в їх справності, правильності підключення до електромережі та контуру заземлення. Під час виконання роботи не можна переносити увімкнуті електроприлади та залишати їх без нагляду. У разі перерви в подачі електроенергії всі пристрої мають бути негайно вимкнуті.
- 51.Після закінчення роботи в лабораторії необхідно вимкнути всі електроприлади, якими користувалися, витяжну шафу, воду, прибрати свої робочі місця та здати їх лаборантові або завідувачу лабораторії. Обов'язково ретельно вимити руки.

ЗАГАЛЬНІ ЗАУВАЖЕННЯ ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

Теми лабораторних робіт узгоджуються заздалегідь. Вибір конкретної методики залежить від наявності необхідних реактивів та матеріалів. Перед виконанням лабораторної роботи обов'язково проводиться процедура допуску. Для одержання допуску в лабораторному зошиті має бути описана методика. Студент має розуміти, що, і як він буде робити під час виконання лабораторної роботи. Про те, що студент допущений до виконання конкретної лабораторної роботи, викладач засвідчує своїм підписом у лабораторному зошиті студента.

Під час виконання лабораторної роботи студент співпрацює з лаборантом та викладачем. Рекомендації викладача мають вищий пріоритет, їх ігнорування призводить до нарахування штрафних балів.

Посуд, виданий лаборантом для виконання лабораторної роботи повинен бути чистим та сухим. Якщо це не так, його потрібно помити та висушити. Наявність води може призводити до змін у характері протікання реакцій та якості цільових продуктів. Синтез може не получитись.

При виконання роботи необхідно записувати в лабораторних зошит всі операції, що виконуються, а також супутні події, якщо вони призвели до якихось змін у методиці. Якщо записи не дозволяють розібратись, що робилось, і що відбувалось, і чому не вдался синтез, будуть нараховуватись штрафні бали.

Продукт, одержаний в результаті виконання лабораторної роботи має бути очищений, висušений, зважений. На основі використаних вихідних речовин розраховується практичний процентний вихід продукту.

ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ

Лабораторна робота 1. Дослідження впливу рН середовища на набухання амфотерного поліелектроліту (желатину)

Мета роботи: дослідити залежність набухання амфотерного поліелектроліту (желатину) від рН середовища при сталій температурі.

Вивчення набухання желатину можна проводити при кімнатній температурі не вище 22°C. При вищій температурі набухання набуває необмеженого характеру, тому прилади з желатином, що набухає, слід поміщати у водяний термостат з інтервалом температури 15-20 °C.

Визначити ступінь набухання можна ваговим або об'ємним методами. При об'ємному методі вимірюють зменшення об'єму рідини, в якій відбувається процес набухання, або враховують збільшення об'єму драглів, що набухають.

Хід роботи

Сім пробірок поміщають у штатив, а мікропіпетки закріплюють за верхню частину на корках.

Для визначення залежності набухання желатину від рН середовища використовують розчини: 0,01н НСІ, буферні розчини з рН: 3,8; 4,2; 4,7; 5,2; 5,7 та 0,01н NaOH. Значення рН, що дорівнює ІЕТ желатину, визначають експериментально. Після заповнення всіх приладів відповідними розчинами зважують на аналітичних терезах 7 наважок желатину по 0,25 г.

Піднімаючи мікропіпетку з пробірки, занурюють наважку желатину (по можливості, одночасно у всі пробірки); при цьому необхідно слідкувати, щоб пластинки желатини були повністю занурені у розчин. Потім мікропіпетку опускають так, щоб її носик упирався в дно пробірки.

Записують час початку набухання желатину. Набухання продовжується 1,5-2 год. Через 2 год проводять вимірювання об'єму поглинутого розчинника V_t . Результати всіх вимірювань заносять у таблицю 6.

Масу желатину, що набух, (g_t) визначають за кількістю поглинутого розчинника:

$$g_t = g_o + p_t = g_o + dV_t, \quad (1)$$

де p_t і d – маса і густина поглинутого розчинника; g_o – наважка полімеру до набухання, г.

Запис результатів дослід.

Температура дослід ... °C.

Густина розчинника (води) при температурі дослід ... г/см³.

Час початку набухання ... год ... хв.

Час кінця набухання ... год ... хв.

Час набухання ... хв.

Таблиця 1: Результати вимірювань дослідження впливу рН середовища на набухання амфотерного поліелектроліту (желатину)

№	Розчин	рН	Наважка желатину g_0 , г	Набухання			
				Поглинута рідина		Маса желатину, що набух, g_t , г	Ступінь набухання α_t
				Об'єм V_t , мл	Маса m_t , г		
1	0,01н HCl						
2	...						
3	0,01н NaOH						

Завдання: заповнити таблицю 6, обчислити ступінь набухання α_t на момент часу t за рівнянням:

$$\alpha_t = \frac{g_t - g_0}{g_0}$$

Побудувати графік залежності ступеня набухання від рН середовища. Пояснити причину залежності ступеня набухання желатину від рН середовища. При якому значенні рН спостерігається мінімум набухання желатину?

Питання для перевірки знань

1. Чому важливо використовувати різні буферні розчини при дослідженні впливу рН на набухання желатину, а не просто додавати кислоту чи луг?
2. Якщо ви спостерігаєте максимальне набухання желатину при певному значенні рН, що це може свідчити про заряд молекул желатину в цьому середовищі?
3. Припустимо, ви випадково додали занадто багато соляної кислоти до зразка желатину, що мав набухати при нейтральному рН. Як це вплине на кінцевий результат і чому?
4. Окрім вимірювання об'єму або маси, які ще методи можна використовувати для кількісної оцінки набухання желатину в різних середовищах?

Лабораторна робота 2. Вплив рН середовища на в'язкість розчинів желатину. Визначення ізоелектричної точки желатину за мінімумом в'язкості

В'язкість розчинів ВМС залежить від рН. Найменшу в'язкість вони мають в ізоелектричній точці, бо тоді згортання молекул зменшує їх опір текучості рідини.

Для роботи готують желатин, розчинивши 1,5 г його в 50 мл води при нагріванні на водяній бані. У п'ять пробірок відміряють по 10 мл одного з буферних розчинів із рН: 3,8; 4,2; 4,7; 5,2; 5,7. Додають у кожен пробірку по 5 мл ще теплої розчину желатину, перемішують і ставлять усі пробірки з розчинами у термостат. В'язкість вимірюють за допомогою капілярного віскозиметра Оствальда. Спочатку визначають час витікання води, а потім час витікання для кожного з розчинів. Дані занести в таблицю 7.

Таблиця 7

Залежність в'язкості розчинів ВМС від рН середовища

№ розчину	рН	Час витікання, с	Відносна в'язкість

Завдання: побудувати графік залежності відносної в'язкості від рН розчину і вказати, яке рН відповідає ізоелектричній точці желатину.

Питання для перевірки знань

1. Чому для вимірювання в'язкості розчинів желатину при різних значеннях рН важливо підтримувати постійну температуру?
2. Якщо при додаванні до розчину желатину розчину з рН 3,0 ви спостерігаєте значне збільшення його в'язкості, а при додаванні розчину з рН 10,0 в'язкість залишається низькою, як це може свідчити про ізоелектричну точку желатину?
3. Які можливі джерела похибок можуть виникнути під час вимірювання часу витікання розчину желатину через віскозиметр, і як їх можна мінімізувати?
4. Як би ви представили отримані дані про залежність в'язкості від рН, щоб наочно визначити ізоелектричну точку желатину?

Лабораторна робота 3. Діаліз золю крохмалю. Ознайомлення з властивостями високомолекулярних напівпроникних мембран

Мета роботи – ознайомитися з методами очистки золів ВМС та з властивостями високомолекулярних напівпроникних мембран.

Обладнання: діалізатор, 1 н. розчин K_2SO_4 , 1н. р-н $BaCl_2$, водний розчин йоду, крохмаль у порошку.

Хід роботи

Приготувати розчин крохмалю, виходячи з розрахунку 2 г крохмалю на 105-110 мл дистильованої води. В отриманий золь крохмалю додати 5-6 мл 1н. розчину K_2SO_4 і перемішати.

Розширену частину скляної лійки закрити целофаном та поліетиленом і помістити її в діалізатор із дистильованою водою так, щоб вода не діставала країв мембрани.

Обережно влити колоїдний розчин крохмалю через витягнутий кінець лійки в її розширену частину. Через 30-60 хв відібрати рідину з діалізатора і зробити пробу на сульфат-аніон та на крохмаль.

Пояснити явища, що спостерігаються.

Питання для перевірки знань

1. Чому після завершення діалізу в розчині, що знаходиться за межами діалізного мішка, спостерігається наявність іонів, а крохмаль залишається всередині лійки?
2. Яку практичну мету має зміна зовнішнього розчину (дистильованої води) під час процесу діалізу золю крохмалю?
3. Як би ви експериментально підтвердили, що крохмаль дійсно залишився всередині лійки, а не пройшов крізь мембрану?
4. Уявіть, що ви випадково використали для діалізу золь крохмалю мембрану з великими порами, яка не є напівпроникною для крохмалю. Що б ви спостерігали в результаті цього експерименту і чому?

Лабораторна робота 4. Визначення молекулярної маси методом віскозиметрії

Мета роботи: засвоїти методику визначення молекулярних мас методом віскозиметрії.

Реактиви і прилади: віскозиметр, секундомір, піпетки, полімер, розчинник.

Хід роботи

Готують п'ять розчинів полімеру шляхом розведення вихідного розчину в два, три, п'ять і десять разів (об'єм розчинів має бути не меншим 20 мл). Встановлюють віскозиметр, заливають 10 мл розчинника і визначають час його витікання з точністю до 1 с (вимірювання повторюють не менше трьох разів і визначають середнє значення). Аналогічно вимірюють час витікання розчинів полімерів. Експериментальні дані заносять у таблицю 4:

Таблиця 4

Експериментальні дані для визначення молекулярної маси методом віскозиметрії

№	$C_{\text{пол.}}$ г/дл	t, с	$\eta_{\text{відн}}$	$\eta_{\text{нут}}$	$\eta_{\text{нут}}/C$	$[\eta]$	M

Значення $[\eta]$ знаходять із графічної залежності, наведеної на рисунку. Значення k і α в рівнянні $[\eta] = kM^\alpha$ наведено в таблиці 5:

Таблиця 5

Значення k і α в рівнянні $[\eta] = kM^\alpha$

Полімер	α	Розчинник	T, K	$k \cdot 10^4$, дл/г
Полівініловий спирт	0,53	Вода	298	5,95
Полістирен	0,72	Бензен	293	1,23
Полівінілацетат	0,72	Ацетон	308	1,02
Поліметилметакрилат	0,73	Толуен	298	0,71
Поліакрилонітрил	0,76	Диметилформамід	308	3,00

Питання для перевірки знань

1. Чому перед початком вимірювань в'язкості для визначення молекулярної маси важливо ретельно очистити віскозиметр і як це зробити правильно?
2. Припустимо, ви виміряли час витікання розчину полімеру, але отримали час, що значно відрізняється від очікуваного. Які типові помилки під час роботи з віскозиметром могли призвести до такого результату? (

3. Для чого в цьому методі необхідно вимірювати в'язкість розчинів полімеру різної концентрації, а не лише однієї?
4. Після збору даних про час витікання для різних концентрацій, які дії ви повинні виконати, щоб графічно визначити характеристичну в'язкість і потім розрахувати молекулярну масу?

Лабораторна робота 5. Поліконденсація адипінової кислоти

Реактиви: Адипінова кислота – 14,6 г, етиленгліколь – 6,22 г (5,6 мл), ацетон, 0,2 н КОН, фенолфталеїн.

Прилади і посуд: тригорла колба місткістю 250 мл, холодильник, термометр на 250 °С, маленькі склянки (4 шт.), колби для титрування (4 шт.), піпетка для відбору проб.

Хід роботи

У тригорлу колбу, яка має мішалку, оборотний холодильник, термометр, поміщають 14,6 г адипінової кислоти та 6,2 г етиленгліколю. Реакцію проводять на піщаній бані при температурі 175-185 °С. Після досягнення вказаної температури засікають час початку реакції.

Через 30 хв після початку реакції відбирають пробу на кислотне число, відбір проб повторюють через кожні 15-20 хв. За кислотним числом розраховують ступінь завершення реакції.

Далі будують графік залежності кислотного числа від часу, розраховують молекулярну масу.

Визначення кислотного числа

Із реакційної суміші за допомогою піпетки в попередньо зважені на аналітичних терезах склянки відбирають пробу. Наважку 0,2-0,5 г (зважують на аналітичних терезах) поміщають разом зі склянкою в колбу для титрування, розчиняють у 10 мл ацетону й відтитровують 0,2 н розчином КОН у присутності фенолфталеїну.

Розраховують кислотне число, тобто число КОН у міліграмах, яке необхідне для нейтралізації вільних карбоксильних груп, які містяться в 1 г досліджуваної речовини:

$$K . Ч . = \frac{a \cdot N \cdot E_m}{g} ,$$

де a – кількість розчину КОН, що була витрачена на титрування, мл;

N – нормальність розчину КОН, ммоль/л;

E_m – еквівалентна маса КОН;

g – наважка речовини, г.

Визначення молекулярної маси лінійного поліефіру

Лінійні поліефіри можна подати як високомолекулярні оксикислоти і визначати їх молекулярну масу за числом карбонільних груп. Молекулярну масу можна розрахувати за формулою:

$$M . B . = \frac{56 \cdot 1000}{K . Ч .} ,$$

де 56 – молярна маса, г/моль КОН;

К.Ч. – кислотне число.

Питання для перевірки знань

1. Чому під час реакції поліконденсації адипінової кислоти необхідно відводити воду, що утворюється? Які методи для цього можуть бути використані в лабораторних умовах?
2. Якщо в ході синтезу полімеру ви помітили, що реакційна суміш стає дуже в'язкою, але при цьому продовжує виділятися вода, то що це може свідчити про хід реакції?
3. Яку роль відіграє каталізатор у реакції поліконденсації адипінової кислоти і що сталося б, якби ви забули його додати?
4. Після завершення синтезу полімеру, як би ви відокремили отриманий полімер від непрореагованих вихідних речовин та каталізатора? Запропонуйте простий метод очистки.

Лабораторна робота 6. Утворення та властивості нітроцелюлози

В чашку Петрі поміщають суміш 5 мл нітратної кислоти і 10 мл концентрованої сульфатної кислоти й кладуть туди попередньо зважений беззольний фільтр (замість фільтра можна взяти вату). Чекають 30 хв доки пройде нітрування. Фільтр промивають кілька раз водою, потім розбавленим розчином соди, потім знову кілька раз водою. Сушать у сушильній шафі при 60°C (або залишають сохнути до наступного заняття) до постійної маси. Висушений фільтр зважують, розраховують ступінь заміщення гідроксигруп у целюлозі.

Висушений фільтр розрізають на смужки по 5 мм шириною, з якими проводять наступні досліді:

ГОРІННЯ КОЛОКСИЛІНУ

Смужку одержаного паперу пінцетом підносять до полум'я. Порівнюють характер горіння з горінням паперу вихідного фільтру.

УТВОРЕННЯ КОЛОДІЮ.

Смужку одержаного паперу вміщують в суху пробірку, додавають 1-2 мл суміші спирту і діетилового етеру, перемішують. Спостерігають набухання та розчинення зразка. Утворений розчин виливають на предметне скло. Після випаровування розчинника утворюється плівка; її знімають зі скла і вносять пінцетом у полум'я. Відмічають характер горіння.

Проводять дослід також з необробленим папером і порівнюють результати.

Питання для перевірки знань

1. Чому при приготуванні нітруючої суміші необхідно додавати кислоти обережно і в певному порядку, а не просто змішувати їх?
2. Після нітрування целюлози її ретельно промивають великою кількістю води. Поясніть, чому цей етап є критично важливим для безпеки подальшого використання нітроцелюлози?

3. Ви спробували розчинити отриману нітроцелюлозу в етанолі, але вона не розчинилася, на відміну від зразка, що видав викладач. Що це може свідчити про ступінь нітрування вашого зразка?
4. Окрім випробування розчинності, як би ви могли іншим простим способом перевірити, чи утворилася нітроцелюлоза під час вашого експерименту?

Лабораторна робота 7. Властивості крохмалю

2 г крохмалю збовтують з 10 мл води, дають суміші відстоятися 1-2 хв, зливають воду і повторюють промивання крохмалю ще 2-3 рази новими порціями води. Додати останню порцію води і добре збовтавши суміш, виливають суспензію крохмалю в 100 мл води, нагрітої до кипіння в склянці. Утворюється майже прозорий, трохи опалесцентний крохмальний клейстер.

Охолоджують розчин і проводять з ними відповідні реакції.

КИСЛОТНИЙ ГІДРОЛІЗ КРОХМАЛЮ

У склянку об'ємом 100 мл вносять 25 мл крохмального клейстеру і 10 мл 10 %-го розчину сульфатної кислоти. Суміш, поступово нагріваючи, кип'ятять впродовж 20 хв. При цьому на початку, в середині, а також у кінці нагрівання відливають зі стакана в окремі пробірки приблизно по 1 мл гарячої рідини, швидко охолоджують її у воді, додають по одній краплі розчину Люголя і ставлять до штатива. В пробірках із йодом відбувається поступова зміна забарвлення розчину від синього через лілове та фіолетове до червоного в результаті гідролізу молекул крохмалю з утворенням декстринів, молекулярна маса яких поступово зменшується. Коли чергова проба з йодом вже не дає забарвлення, розчин, що залишився в склянці, охолоджують, відливають у пробірку, нейтралізують розчином лугу і нагрівають із реактивом Фелінга. Поява червоного осаду купрум (І) оксиду свідчить про повний гідроліз крохмалю до глюкози.

Питання для перевірки знань

1. Якщо ви додали розчин йоду до зразка, який, як ви вважаєте, є крохмалем, і він не забарвився в синій колір, які можливі причини такого результату?
2. Ви приготували клейстер з крохмалю, але замість однорідної в'язкої маси утворилися грудочки. Які типові помилки при приготуванні клейстеру могли до цього призвести?
3. Припустимо, ви досліджували гідроліз крохмалю і на початковому етапі реакції розчин йоду давав синій колір, а через деякий час - жовтий. Що можна сказати про перебіг реакції гідролізу?
4. Для чого в деяких експериментах з крохмалем його нагрівають, а потім охолоджують? Яка властивість крохмалю проявляється при цьому?

Лабораторна робота 8. Власивості целюлози

Розчинення клітковини (целюлози) у реактиві ШВЕЙЦЕРА

У пробірку помістити маленький клубок гігроскопічної вати (фільтрувального паперу) – целюлози і долити близько 1 мл реактиву Швейцера (амоніачний розчин купрум(II) гідроксиду $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$). Вміст пробірки перемішувати скляною паличкою до повного розчинення вати. Утворюється комплексна сполука подібна до купруму гліцерату. До одержаного в'язкого розчину долити 15-20 крапель води і вилити суміш у пробірку, яка містить 3 мл розбавленої хлоридної кислоти. Суміш зразу майже повністю знебарвлюється і виділяється вільна целюлоза у вигляді білого желеподібного осаду.

Одержання рослинного пергаменту (амілоїду)

У три порцелянові чашки налити: у першу – 5 мл охолодженої 80% розчину сульфатної кислоти (4 об'єми концентрованої кислоти на 1 об'єм води), у другу – дистильовану воду, у третю – 5% розчин амоніаку. У розчин сульфатної кислоти опустити на 2-5 с (не більше) середню частину смужки фільтрувального паперу (10 x 3 см), сухі кінці паперу тримати у руці. Ділянку паперу, оброблену кислотою, промити у воді, налитій у другу чашку (змінюючи воду кілька раз). Потім нейтралізувати залишки кислоти розведеним розчи-

ном аміаку. Просушити одержаний рослинний пергамент між листками фільтрувального паперу і порівняти вигляд та міцність обробленої ділянки паперу з необробленою. Нанести краплю розведеного розчину йоду на оброблену кислотою ділянку паперу.

Клітковина на поверхні паперу гідролізується до амілоїду, який і склеює паперові волоконця. Амілоїд забарвлюється йодом.

РЕАКЦІЯ ЦЕЛЮЛОЗИ З ЛУГОМ

У невелику склянку налити 40% розчин натрій гідроксиду і занурити до нього смужку фільтрувального паперу. Другу смужку, таку ж за розміром, занурити у склянку з водою (контрольний зразок). Через 5-7 хв смужки паперу вийняти. Зразок, що був у воді, відтиснути у фільтрувальному папері. Другий зразок – промити водою, потім 10% розчином хлоридної кислоти і знову водою. Промиту смужку відтиснути у фільтрувальному папері. Після того, як обидва зразки висохнуть, порівняти їх довжину і щільність.

Луг поглинається целюлозою і частково зв'язується нею. При цьому целюлоза сильно набухає, її волокна потовщуються і скорочуються. Наступним промиванням можна видалити луг.

Бавовняна тканина, яку обробляють таким чином – “мерсиризована” – гарніша на вигляд і краще забарвлюється, ніж необроблена.

Питання для перевірки знань

1. Чому при спробі розчинити целюлозу у воді чи звичайних органічних розчинниках вона не розчиняється? Яка особливість будови целюлози пояснює цю властивість?
2. Якщо ви додали до шматочка паперу розчин йоду, і він не забарвився в синій колір, як це свідчить про хімічний склад паперу порівняно з крохмалем?
3. Припустимо, ви намагалися гідролізувати целюлозу кип'ятінням з розведеною кислотою, але процес йшов дуже повільно. Які умови необхідні для ефективного гідролізу целюлози і чому?

4. Для чого в деяких дослідженнях целюлози її обробляють концентрованим розчином гідроксиду натрію?

Лабораторна робота 9. Кислотна деградація поліетилентерефталату

Нарізати пляшку з поліетилентерефталату дрібними шматками. Помістити 20 г нарізаного поліетилентерефталату в стакан. Розбавити 20 мл води концентрованою сульфатною кислотою до 150 мл. Ще гарячий розчин додати до нарізаного поліетилентерефталату. Збовтувати реакційну суміш до повного розчинення полімеру (приблизно 1,5 години). Потім реакційну суміш виливають у 150 мл води. Осад, що утворився, відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають холодною водою, сушать. Одержують білий кристалічний порошок.

Питання для перевірки знань

1. Чому для кислотної деградації поліетилентерефталату зазвичай використовують концентровану сірчану кислоту при нагріванні, а не, наприклад, розведену соляну кислоту при кімнатній температурі?
2. Під час проведення реакції ви помітили, що розчин став мутним або утворився осад. Як це може свідчити про хід деградації поліетилентерефталату?
3. Яку роль у цьому експерименті відіграє зворотний холодильник, і чому його використання є обов'язковим?
4. Після завершення деградації та охолодження, як ви б виділили і, можливо, ідентифікували продукти розпаду поліетилентерефталату, наприклад, терефталеву кислоту? Запропонуйте простий метод.

Лабораторна робота 10. Лужна деградація поліетилентерефталату

У колбу, обладнану зворотнім холодильником поміщають 55 мл етиленгліколю, 22 поліетилентерефталату, 12 натрій гідроксиду. Реакційну суміш кип'ятять 20 хв, не допускаючи занадто інтенсивного кипіння. Потім нагріван-

ня припиняють, після охолодження до кімнатної температури вміст змішують з 400 мл, перемішують доти, доки не розчиняться усі білі частинки. За необхідності додають ще воду. Одержаний розчин фільтрують, та додають по краплям 5М сульфатну кислоти доки рН не досягне 2. При цьому виділяється біла суспензія, котру залишають стояти 30 хв. Утворений осад відфільтровують на лійці Бюхнера, промивають холодною водою, сушать. Одержують білий кристалічний порошок.

Питання для перевірки знань

1. Чому для лужної деструкції поліетилентерефталату використовують концентрований розчин лугу при нагріванні?
2. Якщо під час реакції лужної деструкції ви відчули специфічний запах або помітили утворення кристалів, як це може свідчити про хід реакції та утворення певних продуктів?
3. Після проведення лужної деструкції розчин зазвичай підкислюють. Яку практичну мету має цей етап, і що при цьому може утворитися?
4. Уявіть, що ви провели реакцію, але не отримали очікуваних продуктів деструкції. Які типові помилки в практичному виконанні лабораторної роботи могли до цього призвести?

Лабораторна робота 11. Феноло-формальдегідна смола

Необхідні реактиви: фенол, формалін (30-40-ий % водний розчин), хлоридна кислота ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$), сірчана кислота ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$), щавлева кислота, уротропін, спирт, ацетон, спирто-бензольна суміш.

Обладнання: колба круглодонна ємністю 100 – 200 мл, холодильник Лібіха, водяна баня, фарфорова чашка, тигельна пробірка, повітряна баня, термометр, пробірки для визначення розчинності (6 шт.), прилад для визначення температури розм'якшення.

Методика виконання

В круглодонну колбу ємністю 100 – 200 мл вміщують обчислену кількість фенолу і формаліну відповідно до вказаної викладачем рецептури (див. таблицю 2.1). Після повного розчинення фенолу додають каталізатор, з'єднують колбу з холоди-

льником Лібіха і нагрівають на водяній бані при 90 - 100°C до різкого розшарування рідини.

Після цього суміш додатково нагрівають при слабкому кипінні ще 30 хвилин, потім виливають у фарфорову чашку, дають відстоятись і зливають верхній водний шар. Рідку смолу, що залишилась у чашці, промивають теплою дистильованою водою до нейтральної реакції по метилоранжу, висушують при звичайному тиску, поступово підвищуючи температуру до 200°C на повітряній бані. Після цього гарячу смолу виливають на лист і після охолодження зважують, а потім використовують для визначення температури розм'якшення, розчинності в спирті, ацетоні, спирто-бензольній суміші і для отвердіння.

Для отвердіння четверту частину одержаної новолачної смоли вмішують у тугоплавку пробірку, додають до 10 % уротропіну і поступово нагрівають до 160 °C, при цьому продукт перетворюється на полімер просторової будови. Необхідно в цьому впевнитись, зіставивши результати дослідження розчинності до і після отвердіння.

Таблиця 2.1

Рецепти для добування новолачних смол.

№ рецептури	Фенол, моль	Формальдегід, моль	Каталізатор, % від фенолу		
			HCl	H ₂ SO ₄	(COOH) ₂
1	1,12	1	1,0	-	-
2	1,14	1	-	0,3	-
3	1,16	1	1,5	-	1,0
4	1,18	1	-	0,3	-
5	1,20	1	1,0	-	-
6	1,42	1	1,0	-	1,0

Таблиця 11 – Контроль проведення поліконденсації фенолу та формальдегіду в лужному середовищі

Маса реагентів	Маса смоли, г	Вихід полімеру, %		Швидкість затвердіння	Зовнішній вигляд полімеру	Розчинність у спиртах, диметилкетоні, лугах
		на фенол	на форм-			

			альдегід			
1	2	3	4	5	6	7

Питання для перевірки знань

1. При синтезі феноло-формальдегідної смоли важливо дотримуватися певного співвідношення фенолу та формальдегіду. Що станеться, якщо ви візьмете занадто багато формальдегіду або занадто мало, і як це вплине на властивості отриманої смоли?
2. Під час нагрівання реакційної суміші для отримання феноло-формальдегідної смоли, ви помітили, що суміш почала надмірно спінюватися і "вибігати" з колби. Яка причина цього явища, і як цьому запобігти?
3. Після охолодження отриманої смоли ви виявили, що вона є твердою та крихкою. Які подальші дії ви можете виконати, щоб перевірити, чи має ця смола термореактивні властивості?
4. Уявіть, що ви проводите реакцію в сильно кислому середовищі. Як це вплине на швидкість реакції та структуру утвореної смоли порівняно з реакцією в лужному середовищі?

Лабораторна робота 12. Ідентифікація каучуків за продуктами їх піролізу.

Реактиви та обладнання: зразки натурального бутадієну, зразки бутадієн-стирольного, бутадієн-нітрильного та хлоропренового каучуку, 1,0 г *n*-диметиламінобензальдегіду, 0,01 г гідрокінону, 100 см³ етилового спирту, 100 см³ етиленгліколю, 5 см³ концентрованої гідрогенхлоридної кислоти; пробірки з газовідвідними трубками, пробірки-приймачі, штатив, спиртівка, хімічна склянка.

Методика виконання досліду

До розчину 1,0 г *n*-диметиламінобензальдегіду внести 0,01 г гідрокінону в 100 см³ етилового спирту, додати 100 см³ етиленгліколю, 5 см³ концентрованої гідрогенхлоридної кислоти і внести 1 см³ суміші у пробірку-приймач. Суху пробірку з 3-5 шматочками каучуку закрити корком і газовідвідною трубкою, кінець якої опустити у пробірку-приймач. Пробірку закріпити у штативі,

а приймач занурити в склянку з крижаною водою. Прогріти всю пробірку, а потім поступово посилити нагрівання її нижньої частини.

Утворені при піролізі газоподібні продукти забарвлюють реактив: натуральний каучук – у червоно-фіолетовий колір, бутадієновий і бутадієн-стирольний – у зелений колір, бутадієн-нітрильний – у вишнево-червоний колір, хлоропреновий – у бузковий колір.

Питання для перевірки знань

1. Чому для піролізу каучуків їх необхідно нагрівати до високої температури в пробірці, а не просто розчиняти чи спалювати на повітрі?
2. Якщо при піролізі одного каучуку ви відчули запах оцтової кислоти, а при піролізі іншого – запах, схожий на запах гуми або сажі, про які типи каучуків це може свідчити?
3. Після піролізу ви зібрали рідкі продукти. Як би ви використали реакції з бромною водою або розчином перманганату калію для ідентифікації ненасичених сполук серед продуктів розкладу?
4. Уявіть, що ви проводили піроліз каучуку, але з пробірки виділялося дуже мало летких продуктів, а основна маса залишилася у вигляді вугільного залишку. Які практичні помилки могли призвести до такого результату, або про що це може свідчити стосовно вихідного матеріалу? (

Лабораторна робота 13. Ідентифікація невідомого зразка полімеру.

Реактиви та обладнання: зразки полімеру; бензол, ацетон, етилацетат, циклогексанон по 10 см³; етанол, лакмус; 5 %-й розчин аргентум нітрату, рідина Фелінга, 1 %-й розчин ферум (III) хлориду, концентрована сульфатна та гідрогенхлоридна кислоти, спиртові розчини натрій гідрооксиду та солянокислого гідроксиламіну по 1 см³; 5 см³ лужного розчину фуксину, 1,0 г *n*-диметиламінобензальдегіду, 0,01 г гідрохінону, 100 см³ етиленгліколю; пробірки з притертим корком, пробірки з газовідвідними трубками, пробірки-приймачі, штатив, спиртівка, газовий пальник, платиновий дріт, хімічні склянки, колби.

Методика виконання досліду

Провести ідентифікацію запропонованого зразка полімеру за планом:

- 1) розглянути зовнішній вигляд полімеру;

2) визначити розчинність у бензолі, ацетоні, етилацетаті, етанолі, циклогексані, воді;

3) дослідити горіння та піроліз полімеру; провести якісні реакції продуктів піролізу на наявність Хлору, формальдегіду, альдегідів, фенолу, оцтової кислоти;

4) визначити присутність ефірів карбонових кислот;

5) провести реакції виявлення поліамідів;

6) визначити присутність ізоціанатної групи;

7) визначити присутність нітрогену, сульфуру, галогенів.

Заповнити таблицю 16.

Таблиця 16 – Контроль проведення реакцій ідентифікації

Зовнішній вигляд полімеру	Розчинність	Спалювання		Піроліз		Наявність ефірів карбонових кислот	Реакції відкриття поліамідів	Наявність ізоціанатної групи	Наявність нітрогену, сульфуру, галогенів
		Поведінка при внесенні в полум'я	Запах продуктів горіння	Поведінка при піролізі	Якісні реакції продуктів піролізу				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

Ідентифікувати запропоновану речовину, обґрунтувати результат.

Питання для перевірки знань

1. У вас є невідомий зразок полімеру. З чого ви почнете його ідентифікацію? Назвіть хоча б два перших кроки, які ви б зробили, щоб звузити коло пошуку.
2. Ви провели тест на горіння для невідомого полімеру і спостерігали, що він горить жовтим полум'ям, плавиться, капає і має запах палаючої свічки. Про який тип полімеру це може свідчити?
3. Ви спробували розчинити ваш невідомий полімер у різних розчинниках (воді, ацетоні, толуолі), але він не розчиняється. Що це може означати щодо його хімічної природи або ступеня зшивання?

4. Після проведення кількох простих тестів (горіння, розчинність), ви підозрюєте, що ваш полімер – це полівінілхлорид. Який ще простий хімічний тест ви можете провести, щоб підтвердити або спростувати це припущення?

Лабораторна робота 14. Синтез тіокольного каучуку

Прилади і реактиви: круглодонна колба, стакан на 200 мл, водяна баня, мішалка, крапельна лійка, термометр, фарфорова чашка, сірка, натрій гідроксид, дихлоретан, магній оксид.

Хід роботи.

Готують розчин натрію тетрасульфід. Він утворюється при нагріванні сірки з концентрованим розчином їдкого натру за реакцією:



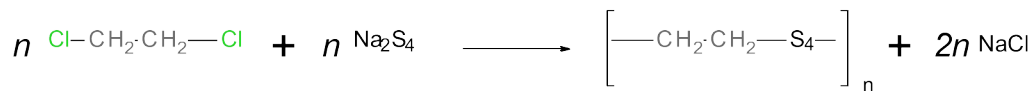
В 50 мл холодної води розчиняють 15 г їдкого натру (m_{NaOH}), додають при перемішуванні розраховану кількість порошкоподібної сірки (110% або 22 г (m_s)). Обережно нагріваючи і постійно перемішуючи, суміш доводять до кипіння і кип'ятять 5 хв. Прозорий розчин бурого кольору, що утворився, після охолодження до 30-40 °С фільтрують через гігроскопічну вату, поміщену у лійку із вкороченим носиком.

Профільтрований розчин переливають у круглодонну колбу (або стакан) і нагрівають на водяній бані до 70 °С (температура бані). Після досягнення вказаної температури у реакційну суміш вводять у якості диспергатора MgO (2 % від усієї реакційної маси або 1,7 г (m_{MgO})).

При енергійному перемішуванні додають невеликими порціями на протязі 3–5 хв. суміш 10 мл дихлоретану ($V_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2}$, $m_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2} = V_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2} \cdot \rho_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2}$, $\rho_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2} = 1.2351 \text{ г/см}^3$) та 10 мл етанолу ($V_{\text{етанол}}$) (або 20 мл готової суміші дихлоретан–етанол 1 : 1). Після додавання розчин енергійно перемішують ще 20 хв

при температурі 70 °С. Якщо суміш перегрівається (кипить), то вийняти посудину з водяної бані доки кипіння не припиниться.

Поліконденсація натрію тетрасульфіді з дихлоретаном відбувається за рівнянням:



Після закінчення процесу одержаний каучук промивають декілька разів спочатку холодною, а потім теплою водою (40–50 °С), видаляючи рідину декантацією доки промивні води не стануть прозорими та безбарвними. Отриманий каучук віджимають між фільтрувальним папером, висушують на повітрі протягом кількох діб, зважують, розраховують вихід.

За рівнянням реакції синтезу тіоколу визначають теоретичний вихід полімеру в розрахунку на дихлоретан:

$$m_{\text{тіокол, теор}} = \frac{m_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2} \cdot M_{n, \text{тіокол}}}{M_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2}}$$

Та практичний вихід полімеру:

$$\omega_{\text{тіокол}} = \frac{m_{\text{тіокол}}}{m_{\text{тіокол, теор}}} \quad [\%]$$

Експериментальні дані (1): m_{NaOH} , m_{S} , m_{MgO} , $V_{\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2}$, $V_{\text{етанол}}$.

Експериментальні дані (2): $m_{\text{тіокол}}$.

Питання для перевірки знань

1. Яку роль відіграє 1,2-дихлоретан у реакції синтезу тіокольного каучуку? Чому саме полісульфід, а не, скажімо, просто сульфід, є основним реагентом?
2. Під час синтезу тіокольного каучуку ви помітили, що реакційна суміш стала мутною, а потім почав утворюватися осад. Як це може свідчити про хід реакції?
3. Після завершення реакції тіокольний каучук має специфічний запах. Який хімічний елемент у його складі зумовлює цей запах, і чому він є характерним для тіокольних полімерів?

4. Як ви можете відокремити отриманий тіокольний каучук від побічних продуктів реакції та непрореагованих реагентів? Запропонуйте простий метод очистки.

Лабораторна робота 15. Синтез тіокольного каучуку. Варіант 2

До розчину 42,9 г (0,32 моль) технічного їдкого натру в 52 мл води при інтенсивному перемішуванні приливають розчин 0,18 г (0,009 моль) кристалічного хлористого магнію в 5 мл води. Суспензію гідроокису магнію, що утворилася, нагрівають до 50°C і додають до неї, не припиняючи перемішування, 16,2 г (0,005 моль) подрібненої сірки. Сірка розчиняється з утворенням темно-коричневого розчину полісульфіду. Суміш нагрівають при 80°C до повного розчинення сірки (~45 хв). Потім при цій же температурі колбу додають по краплях 10 г (0,1 моль, 8 мл) дихлоретану. Швидкість подачі дихлоретану регулюють так, щоб із зворотного холодильника стікала помірна кількість конденсату.

Реакція триває близько 1 год, після чого суміш додатково нагрівають при 80°C протягом 45 хв, потім охолоджують і переливають в циліндр ємністю 1 л. Через деякий час емульсія розшаровується. Верхній, забарвлений у жовтий колір, шар зливають. Нижній шар промивають кілька раз водою, декантуючи кожен раз верхній шар.

Коагуляцію латексу викликають підкисленням 10-15%-ної кислотою (соляною чи сірчаною) до рН~3. Одержаний тіокол у вигляді губчатої промивають кілька раз водою, сушать при температурі до 60-80 °C.

Питання для перевірки знань

1. Яку роль відіграє додавання води в процесі синтезу тіокольного каучуку, і чому важливо контролювати її кількість?
2. Тіокольні каучуки відомі своєю високою стійкістю до дії розчинників та агресивних середовищ. Як ви можете просто перевірити цю властивість отриманого вами каучуку?

3. Припустимо, ви використовували меншу кількість натрію полісульфіду, ніж було рекомендовано. Як це може вплинути на вихід та властивості отриманого тіокольного каучуку?
4. Які запобіжні заходи необхідно дотримуватися при роботі з натрій полісульфідом під час синтезу тіокольного каучуку, враховуючи його специфічні властивості та запах?

Лабораторна робота 16. Сечовино-формальдегідний клей для дерева

Прилади і реактиви: круглодонна колба, стакан на 50 мл, водяна баня, мішалка, крапельна лійка, термометр, фарфорова чашка, сірка, натрій гідроксид, дихлоретан, магній оксид.

Хід роботи

У круглодонну двогорлу колбу ємністю 100 мл вливають 33 мл (0,2 моль) 36%-го формаліну, який нейтралізують 2 н. розчином їдкого натру до $\text{pH}=7$, і додають 12 г (1 моль) сечовини. Після повного розчинення сечовини перевіряють pH розчину, який повинен становити 7,0.

Вміст колби нагрівають на азбестовій сітці так, щоб довести його до кипіння протягом 10-15 хв. Момент досягнення 70°C приймають за початок першої стадії конденсації, яка триває 30 хв; при цьому підтримують спокійне кипіння розчину. Перед закінченням цієї стадії перевіряють pH розчину, який повинен дорівнювати 6,2-6,4.

По закінченні початкової стадії конденсації до спокійно кип'ячого розчину по краплях додають 0,5 мл (0,0002 моль) 3%-ного перекису водню. Через 15 хв після введення перекису водню визначають pH , який має становити 4,8-5,2.

Визначають сумісність смоли: в пробірку відважують 2 г смоли, охолоджують її до 20°C і титрують водою до появи стійкого помутніння. При титруванні воду додають не краплями, а по 1 мл. Якщо після додавання 15 мл води немає помутніння, сумісність вважається необмеженою.

Якщо помутніння спостерігається при додаванні меншої кількості води, сумісність розраховують за формулою:

$$S = \frac{H_2O(мл)}{m_{смоли}(г)}$$

Поліконденсацію вважають закінченою, коли сумісність становить 3. Після досягнення необхідних показників рН смоли відразу ж доводять до 7,0-7,2 додаванням 2 н. розчину NaOH.

Питання для перевірки знань

1. Чому при приготуванні сечовино-формальдегідного клею дуже важливо суворо дотримуватися співвідношення сечовини та формальдегіду? Як зміна цього співвідношення вплине на властивості готового клею?
2. Ви приготували клей, нанесли його на дерев'яні поверхні, але після висихання з'єднання виявилось слабким. Які найпоширеніші практичні помилки при приготуванні або застосуванні клею могли до цього призвести?
3. Яку роль відіграє каталізатор у процесі затвердіння сечовино-формальдегідного клею? Що станеться, якщо ви забудете його додати або додасте занадто мало?
4. Після затвердіння сечовино-формальдегідний клей стає нерозчинним у воді. Як би ви практично продемонстрували цю властивість, щоб перевірити якість отриманого клею?

ДЖЕРЕЛА ІНФОРМАЦІЇ

Основні джерела

1. Волошин, О. М. Хімія високомолекулярних сполук : підручник. Львів : Видавництво Львівського національного університету імені Івана Франка, 2021. 368 с.
2. Thermoplastic Elastomers: Synthesis, Properties and Applications / ed. by M. Biron. Shawbury, Shrewsbury, UK : Smithers Rapra Technology, 2021. 450 p.
3. Чернявський, М. В., Воронов, С. А. Фізикохімія полімерів та композиційних матеріалів : підручник. Львів : Національний університет "Львівська політехніка", 2019. 320 с.
4. Sperling, L. H. Introduction to Physical Polymer Science. 4th ed. Hoboken, NJ : Wiley, 2022. 736 p.

Додаткові джерела

1. Гончарук, Є. В., Корнієнко, З. О. Практикум з хімії високомолекулярних сполук : навчальний посібник. Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2020. 182 с.
2. Ebnesajjad, S. Fluoropolymers Applications in Chemical Processing Industries. Amsterdam : William Andrew, 2020. 528 p.
3. Polymer Processing: Principles and Design / T. A. Osswald [та ін.]. 3rd ed. Munich : Hanser, 2021. 680 p.

Інтернет-ресурси

1. Polymer Science Learning Center. URL: <https://pslc.ws/> (дата звернення: 15.01.2025).
2. Polymer Chemistry - Royal Society of Chemistry. URL: <https://pubs.rsc.org/en/journals/jr/jr> (дата звернення: 15.01.2025).
3. YouTube канал "The Polymerist". URL: <https://www.youtube.com/@ThePolymerist> (дата звернення: 15.01.2025).

Навчальне видання

Супрунович С.В., Литвинюк Л. В.

ХІМІЯ ПОЛІМЕРІВ
Лабораторний практикум

(для студентів спеціальності 102 Хімія)

Луцьк 2025 р.