

| TECHNOLOGIA MATERIAŁÓW POLIMEROWYCH - ĆWICZENIE NR 5                     |                       |             |          |
|--|-----------------------|-------------|----------|
| Temat ćwiczenia: SYNTEZA I BADANIE TEMPERATUR CHARAKTERYSTYCZNYCH PA 6.6 |                       |             |          |
| Wydział:   | TECHNOLOGIA CHEMICZNA | Stopień: II | Sem.: II |
| Specjalność:   | Technologia polimerów |             |          |

### 1. Cel ćwiczenia:

**teoretyczny** – poznanie chemii i technologii poliamidów

**praktyczny** – otrzymanie poliamidu 6.6 (PA 6.6), zbadanie jego właściwości termicznych

### 2. Zagadnienia teoretyczne:

mechanizm i kinetyka polikondensacji, polikondensacja wielofunkcyjna, przemysłowe metody prowadzenia polireakcji, metody otrzymywania poliamidów, chemiczne i fizykochemiczne właściwości, zastosowanie i przetwórstwo poliamidów, różnicowa kalorymetria skaningowa.

### 3. Literatura:

1. J. Pielichowski, A. Puszyński, „*Chemia polimerów*” WNT TEZA, Kraków 2004
2. P. Szlezyngier, „*Tworzywa sztuczne*”, Wyd. Polit. Rzesz., Rzeszów 1996
3. Z. Florjańczy, S. Penczek, „*Chemia polimerów*”, Ofic. Wydaw. Polit. Warszawskiej, Warszawa 1995

### 4. Spis odczynników:

- a) kwas adypinowy,
- b) heksametylenodiamina,
- c) alkohol etylowy
- d) aceton,
- e) toluen,
- f) kwas mrówkowy,
- g) kwas siarkowy,
- h) N,N-dimetyloformamid.

## 5. Wykonanie ćwiczenia:

### I. Synteza adypinianu heksametylenodiaminy

#### a) Przygotowanie roztworów:

##### Roztwór 1:

Do zlewki o pojemności 300 ml wprowadzić 170 ml alkoholu etylowego oraz 22 g kwasu adypinowego i mieszać przy użyciu mieszadła mechanicznego z prędkością ok. 700 rpm do rozpuszczenia.

##### Roztwór 2:

Jednocześnie do drugiej zlewki o pojemności 200 ml wprowadzić 45 ml alkoholu etylowego i 16,5 ml wody destylowanej, a następnie 17,4 g heksametylenodiaminy i mieszać bagietką do rozpuszczenia.

#### b) Synteza:

##### Roztwór 1:

Otrzymany roztwór 2 dodawać stopniowo w ciągu 15 min do roztworu i przy silnym mieszaniu (ok. 1000 rpm), które następnie kontynuuje się przez 2 h. Powstały osad dekantuje się, sączy, przemywa dwukrotnie 50 ml alkoholu etylowego i suszy na powietrzu.

### II. Otrzymywanie poliamidu 6.6

#### a) Synteza:

Do trójszyjnej kolby kulistej o pojemności 250 ml wprowadza się 16,5 g adypinianu heksametylenodiaminy, 5 ml wody destylowanej i 0,37 g kwasu adypinowego jako stabilizatora długości łańcucha polimeru. Kolba reakcyjna jest wyposażona w termometr umieszczony w korku środkowej szyjki oraz dwie rurki umieszczone w korkach szyjek bocznych. Dolny koniec rurki, którą doprowadza się gaz obojętny powinien sięgać tak głęboko aby jego odległość od powierzchni cieczy wynosiła ok 10 mm. Zakończenie drugiej rurki, której zadaniem jest odprowadzenie nadmiaru gazu obojętnego i wytworzonej w czasie reakcji pary wodnej, znajduje się bezpośrednio pod korkiem.

Po usunięciu z kolby powietrza za pomocą strumienia gazu obojętnego (azot 0,5 bara), utrzymuje się układ reakcyjny w temperaturze 250-280°C przez 2,5 h. Po zakończeniu polikondensacji stopiony polimer w obecności gazu obojętnego wlewa się do parownicy. Po ostygnięciu należy go zważyć i obliczyć wydajność reakcji.

#### b) Oznaczenie podstawowych właściwości PA 6.6:

- Przeprowadzić pomiar temperatur charakterystycznych otrzymanego produktu przy pomocy różnicowego kalorymetru skaningowego i

oznaczyć temperatury charakterystyczne uzyskanego poliamidu 6.6 z zarejestrowanego termogramu.

- Określić rozpuszczalność otrzymanego PA 6.6 w acetonie, toluenie, alkoholu etylowym, kwasie mrówkowym, kwasie siarkowym i N,N-dimetyloformamidzie.

## 6. Opracowanie wyników:

Opisać sposób przeprowadzenia ćwiczenia, obliczyć wydajność reakcji, wyciągnąć wnioski.

## 7. Zasady bezpieczeństwa:

- I. Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
- II. Przystąpienie do wykonywania ćwiczenia wymaga zapoznania się z kartami charakterystyki substancji (patrz załączniki).

## 8. Załączniki:

- a) karta charakterystyki kwasu adypinowego,
- b) karta charakterystyki heksametylenodiaminy,
- c) karta charakterystyki etanolu,
- d) karta charakterystyki adypinianu heksametylenodiaminy,
- e) karta charakterystyki kwasu mrówkowego,
- f) karta charakterystyki kwasu siarkowego,
- g) karta charakterystyki acetonu,
- h) karta charakterystyki N,N-dimetyloformamidu,
- i) karta charakterystyki toluenu.

| <b>KARTA ODPADÓW</b>  |  |  |  |
|---|--|--|--|
| <b>TECHNOLOGIA MATERIAŁÓW POLIMEROWYCH - ĆWICZENIE NR 5</b>                     |  |  |  |
| Temat ćwiczenia: <b>SYNTEZA I BADANIE TEMPERATUR CHARAKTERYSTYCZNYCH PA 6.6</b> |  |  |  |
| Wdział: TECHNOLOGIA CHEMICZNA   |  | Stopień: II                              |  |
| Kierunek: Technologia polimerów   |  | Sem.: II                                 |  |
| Prowadzący ćwiczenie:   |  | Data wykonania:                          |  |
| Wykonujący ćwiczenie:   |  |  |  |
| Pojemnik – faza organiczna bez fluorowców                                       |  | Pojemnik – faza organiczna z fluorowcami |  |
| 1.  |  | 1.                                       |  |
| 2.  |  | 2.                                       |  |
| 3.  |  | 3.                                       |  |
| 4.  |  | 4.                                       |  |
| 5.  |  | 5.                                       |  |
| Pojemnik – faza wodna   |  | Pojemnik – odpady stałe                  |  |
| 1.  |  | 1.                                       |  |
| 2.  |  | 2.                                       |  |
| 3.  |  | 3.                                       |  |
| 4.  |  | 4.                                       |  |
| 5.  |  | 5.                                       |  |
| Podpis prowadzącego:  |  |  |  |