

Задача 7: Полиамидирование

Цель работы: Исследование кинетики линейной поликонденсации соли адипиновой кислоты и гексаметилендиамина (соли АГ) в растворе.

Реактивы: Соль АГ, *m*-крезол, муравьиная кислота, 0.1 н соляная кислота, 0.1 н водный раствор едкого кали, 5 % водный раствор аммиака, фенолфталеин, инертный газ.

Приборы и посуда: Электромеханическая мешалка, баня со сплавом Вуда, колба четырехгорлая на 100 мл, термометр на 200°C (2шт), колбы Эрленмейера на 100 мл (8шт), груша резиновая со стеклянной трубкой (длина 200 мм, диаметр 6 мм), бюретка, пипетка на 10 мл, часовое стекло, центрифуга типа ЦЛС-3, водоструйный насос, шкаф сушильный вакуумный, холодильники прямой и обратный, приемник, стаканы термостойкие на 200 мл и на 500 мл.

Методика работы

В реакционную колбу, снабженную электромеханической мешалкой и обратным холодильником, помещают 26.6 г (0.1 моль) соли АГ и 25 мл крезоло. Реактивы взвешивают на аналитических весах. Реакцию полиамидирования проводят при температуре 210 – 220°C на бане со сплавом Вуда. Непосредственно перед растворением соли в реактор пускают ток инертного газа. Через 60 и 120 минут после растворения соли по методике, описанной в задаче 6, берут по две пробы реакционной смеси. После отбора последних проб убирают мешалку, к реактору присоединяют водоструйный насос и при откачке нагревают смесь еще в течение 1 часа. Затем расплав выливают в термостойкий стакан (на 200 мл) и добавляют 100 мл муравьиной кислоты. После растворения полимера раствор небольшими порциями переливают в стакан емкостью 500 мл, содержащий 250 мл водного раствора аммиака. Выпавший осадок отделяют центрифугированием, отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции и сушат до постоянного веса. Методом концевых (карбоксильных) групп определяют молекулярную массу отобранных в ходе реакции проб полученного полимера. Для этого в колбу Эрленмейера, где находится образец, наливают 25 мл 0.1 н спиртового раствора КОН. После растворения образца проводят титрование 0.1 н раствором HCl до нейтральной реакции по фенолфталеину. Параллельно проводят контрольное титрование 25 мл раствора КОН для определения его титра.

Обработка результатов

Из данных, полученных путем титрования, рассчитывают кислотное число. Кислотное число (*К.Ч.*) – это количество мг щелочи, необходимое для связывания свободных карбоксильных групп, содержащихся в 1 г вещества $KЧ = \frac{(a - b) * T * 10^3}{G}$, где *a* – количество мл 0.1 н раствора HCl, пошедшее на титрование 25 мл 0.1 н раствора КОН в контрольном опыте, *b* – количество мл HCl, пошедшее на титрование 25 мл раствора с пробой, *G* – навеска

пробы полимера в граммах за вычетом присутствующего растворителя ($\rho = 1.034$ г/см³), T -титр раствора HCl по KOH (г/мл).

Коэффициент 10^3 в формуле необходим для выражения концентрации раствора KOH в мг на 1 г полимера. Из двух определений берут среднее значение. Зная кислотное число, можно определить среднечисловую массу полимера (\bar{M}_n): $\bar{M}_n = \frac{56 * 10^3}{KЧ}$, где 56 – молекулярная масса едкого кали.

Результаты расчетов оформить в виде таблицы.

№ пробы	Время реакции (мин)	a, мл	b, мл	G, г	К.Ч. (мг KOH/г полимера)	\bar{M}_n	\bar{P}_n

На основании расчетов построить кинетическую кривую зависимости изменения степени полимеризации (\bar{P}_n) полимера от времени проведения реакции.

Задание: Написать реакцию образования полиамида и объяснить ее механизм, проанализировать ход зависимости степени полимеризации от продолжительности реакции.