

Politechnika Rzeszowska
Katedra Technologii Tworzyw Sztucznych

Synteza kationomeru poliuretanowego

Rzeszów, 2011

Odczynniki:

4,4'-diizocyjanian difenylenometanu (MDI)	- 5 g
Rokopol 7P destylowany i osuszony sitami	- 0,99 g
N-metylodietanoloamina (N-MDA) osuszona sitami	- 2,09 g
Kwas mrówkowy 100%	- 0,81 g
Woda redestylowana	- 14 ml
Dilaurynian dibutylocyny (katalizator)	- 1 kropla
Tetrahydrofuran (THF) destylowany i osuszony sitami	- 15 ml

Aparatura:

Kolba trójszyjna, poj. 100 ml

Chłodnica zwrotna

Mieszadło mechaniczne

Wykonanie ćwiczenia:

Zmontować zestaw składający się z mieszadła mechanicznego, chłodnicy zwrotnej, kolbki trójszyjnej o poj. 100 ml, rurki doprowadzającej azot i płaszcz grzejnego. Otworzyć nadmuch azotu i wprowadzić 5 g MDI i 15 ml THF, włączyć płaszcz grzejny i ogrzewać w temp. 30° C do rozpuszczenia MDI. Następnie wprowadzić 0,99 g Rokopolu 7P (uprzednio destylowany i osuszony sitami), dodać jedną kroplę katalizatora i wolno wkropić 2,09 g NMDEA. Mieszaninę reakcyjną ogrzewać przez 0,5 h w temp. 50°C i po tym czasie wykonać oznaczenie grup izocyjanianowych. **Jeżeli wynik analizy grup NCO wynosi zero (nieprzereagowane grupy NCO spowodują spienienie mieszaniny reakcyjnej)** należy prowadzić reakcję czwartorzędowania, to znaczy, wprowadzić 0,81 g kwasu mrówkowego i ogrzewać przez dwie godziny w temp. 50° C. Następnie przez wkraplacz bardzo wolno 14 ml wody redestylowanej i dyspergować w ciągu 15 minut. Uzyskaną w wyniku syntezy dyspersję wodną kationomeru poliuretanowego przelać do słoika i oznaczyć wydajność reakcji. Na płytkę teflonową nanieść przy pomocy bagietki niewielką ilość dyspersji i pozostawić w temp. pokojowej celem zaobserwowania wyglądu powłoki polimerowej utworzonej po wyschnięciu.

Oznaczanie grup izocyjanianowych metodą acydymetryczną

Odczynniki:

- dibutyloamina (DBA), 99% (0,5m roztwór aminy w destylowanym chlorobenzenie),
- błękit bromofenolowy (0,1% roztwór alkoholowy),
- alkohol etylowy zanieczyszczony eterem (5%),
- HCl (0,2m roztwór wodny).

Sposób wykonania oznaczenia:

Do kolby Erlenmayera odmierzyć 2,5 cm³ roztworu dibutyloaminy (DBA) w chlorobenzenie, a następnie odważyć 0,1-0,2 g badanego prepolimeru z dokładnością do 0,0001 g. Kolbę szczelnie zamknąć korkiem ze szlifem i pozostawić na ok. 10 minut w celu przereagowania diizocyjanianu z aminą. Po upływie tego czasu do kolby wprowadzić 25 cm³ eterówki, kilka kropel wskaźnika (błękitu bromofenolowego) i miareczkować roztworem HCl do zmiany barwy z niebieskiej na jasnożółtą. Dodatkowo wykonać ślełą próbę w celu ustalenia ilości HCl potrzebnej do zobojętnienia 2,5 cm³ stosowanego roztworu DBA.

Procentową zawartość grup –NCO obliczyć w procentach wagowych według wzoru:

$$\%NCO=0,42 (V_2 - V_1)/m$$

gdzie:

- V_1, V_2 - objętość 0,2 m roztworu HCl zużyta na miareczkowanie badanej i ślepej próby [cm³],
 m - naważka prepolimeru [g].

Przygotowanie roztworów do oznaczania zawartości grup NCO:

0,5 m roztwór DBA w chlorobenzenie

Do kolby o pojemności 200 cm³ odmierzone 16,85 cm³ dibutyloaminy i uzupełniono do kreski chlorobenzenem destylowanym i osuszonym sitami molekularnymi.

0,2 m roztwór HCl w wodzie

W kolbie o pojemności 1000 cm³ umieszczono HCl (dwa fiksanele - każdy z nich zawiera po 3,646 g HCl) i uzupełniono do kreski wodą destylowaną.

0,1 % roztwór błękitu bromofenolowego w alkoholu

Odważono 0,1 g wskaźnika z dokładnością 0,0001 g i rozpuszczono w 3 cm³ 0,05 m NaOH, po rozpuszczeniu dodano 50 cm³ etanolu i uzupełniono wodą do 100 cm³ (3 cm³ 0,05 m roztworu NaOH zawiera 0,006 g czystego NaOH).

Zagadnienia do kolokwium:

1. Reakcje zachodzące przy tworzeniu kationomeru poliuretanowego na podstawie surowców używanych w ćwiczeniu.
2. Właściwości i zastosowanie jonomerów poliuretanowych.
3. Charakterystyka reakcji poliaddycji.

Literatura:

1. Wirpsza Z.: Poliuretany. Chemia, technologia, zastosowanie. WNT, Warszawa 1991.
2. Król P., Król B.: Polimery.t.49, nr 9, s.615-622, 2004.
3. Olczyk W.: Poliuretany. WNT, Warszawa 1968.
4. Florjańczyk Z., Pęczek S.: Chemia polimerów. Tom II. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1997.
5. Szlezyngier W.: Tworzywa sztuczne. Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 1996.
6. Pielichowski J., Puszyński A.: Technologia tworzyw sztucznych. WNT, Warszawa 1992, 1994.
7. Pielichowski J., Puszyński A.: Chemia polimerów” Wyd. TEZA Kraków 2000.