

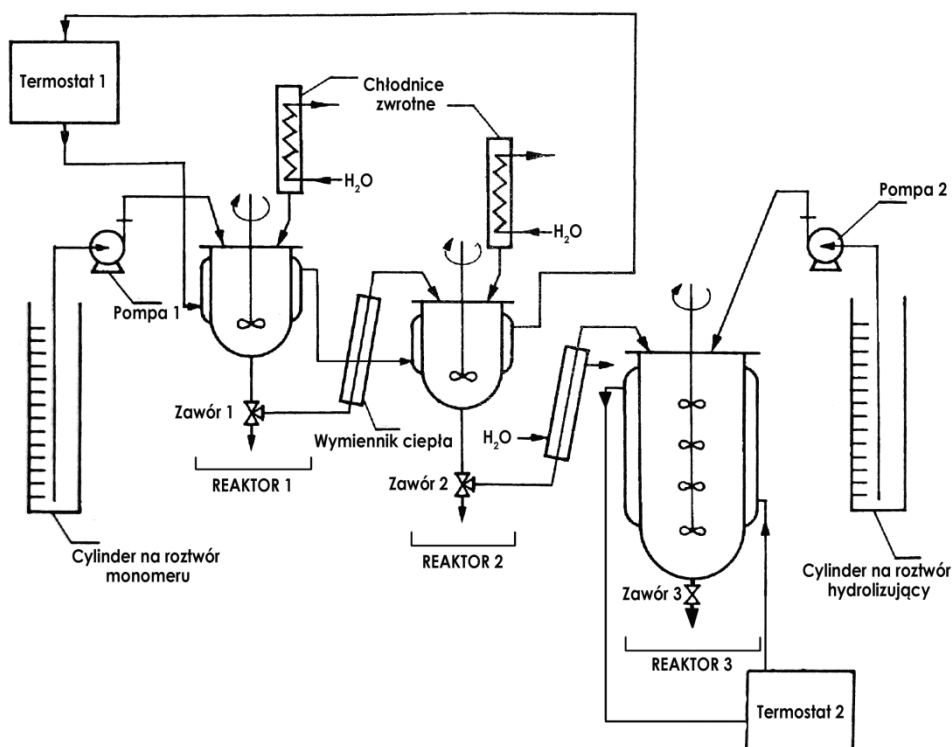
# INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA NR 2

## CIĄGŁA PRODUKCJA POLI(ALKOHOLU WINYLOWEGO)

### CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z procesem produkcji poli(alkoholu winylowego) w sposób ciągły oraz otrzymanie i analiza tego polimeru.

### CZEŚĆ PREPARATYWNA



Rysunek 1. Schemat układu do ciągłej produkcji poli(alkoholu winylowego).

### Przygotowanie procesu do rozruchu:

Pierwszym etapem jest przygotowanie roztworu monomerycznego. Należy odmierzyć za pomocą cylindrów miarowych podane przez asystenta ilości Octanu Winylnego i Etanolu, oraz odważyć w pokoju wagowym inicjator – Nadtlenek Benzoilu. Reagenty należy umieścić w kolbie stożkowej o pojemności 500 ml a następnie mieszać do momentu całkowitego rozpuszczenia się inicjatora w roztworze. W tym czasie należy sprawdzić szczelność i pozycję **Zaworów 1 i 2** (oba zawory powinny być zamknięte) przy **Reaktorze 1 i 2** oraz uruchomić znajdujący się przy nich termostat i mieszadła mechaniczne. Należy też, w obecności asystenta, zapoznać się z obiegiem wody chłodzącej po czym uruchomić przepływ wody przez układ.

Kolejnym etapem jest dozowanie roztworu monomerycznego do **Reaktora 1 i 2**. Koniec ssący **Pompy 1** umieszczamy w kolbie zawierającej roztwór monomeryczny. Upewniamy się, że koniec tłoczący pompy znajduje się w **Reaktorze 1**, po czym uruchamiamy **Pompę 1** i dozujemy roztwór aż lustro cieczy osiągnie zaznaczony poziom w **Reaktorze 1**. Następnie ustawiamy **Zawór 1** tak, aby nastąpił przepływ cieczy do **Reaktora 2** i kontynuujemy dozowanie cieczy aż do poziomu kreski w **Reaktorze 2**. Po zakończeniu dozowania wyłączamy **Pompę 1**. Moment, w którym roztwór monomeryczny zacznie wrzeć w obu reaktorach uznajemy za początek reakcji wstępnej. Reakcja wstępna powinna trwać od 1,5 do 2 godzin. W tym czasie należy przejść do wykonywania Części Analitycznej.

### **Uruchomienie produkcji ciągłej:**

Po zakończeniu reakcji wstępnej należy sprawdzić szczelność i ustawienie **Zaworu 3** oraz uruchomić termostat i mieszadło znajdujące się przy **Reaktorze 3**. Następnie należy przelać 250 ml metanolewonego roztworu wodorotlenku sodu (roztwór hydrolizujący) dostępnego przy ćwiczeniu do **Cylindra 2** po czym umieścić koniec ssący **Pompy 2** w tym cylindrze. Teraz należy dozować do **Reaktora 3** objętość roztworu hydrolizującego do momentu gdy poziom cieczy osiągnie wysokość pierwszej łopaty mieszadła. W tym momencie należy przerwać dozowanie i uzupełnić poziom cieczy w **Cylindrze 2** do 250 ml.

Roztwór monomeru należy przelać z kolby stożkowej do **Cylindra 1** oraz umieścić w nim koniec ssący **Pompy 1**. Należy zanotować objętość roztworu monomeru.

Teraz należy uruchomić **Pompę 1**, pokrętko regulacji obrotów powinno być ustawione na minimum. W tym samym czasie odkręcamy **Zawór 2** tak aby nastąpił przepływ roztworu monomeru do **Reaktora 3**. Obserwujemy poziom cieczy wypływającej z **Reaktora 2**, w momencie gdy roztwór zacznie wpływać do **Reaktora 3** uruchamiamy **Pompę 2** uprzednio ustawiając jej pokrętko na minimum. Notujemy czas – jest to początek produkcji ciągłej. Podczas procesu obserwujemy poziom cieczy w obu cylindrach, upewniając się, że roztwory są dozowane równomiernie. Ewentualnie wprowadzamy delikatne korekty prędkości pompowania cieczy za pomocą pokręteł znajdujących się na **Pompach 1 i 2**. W razie wątpliwości należy poprosić asystenta o sprawdzenie szybkości przepływu i dopasowanie prędkości pompowania.

W tym czasie jedna osoba jest odpowiedzialna za obserwowanie poziomu cieczy w **Reaktorze 3**. Gdy mieszanina reakcyjna osiągnie poziom najwyższej kreski na reaktorze, należy odebrać frakcję do zlewki 500 ml, tak aby poziom cieczy ustabilizował się pomiędzy dwoma najniższymi kreskami. W ten sposób należy odebrać 3 frakcje mieszaniny zawierającej produkt.

### **Reakcję ciągłą prowadzimy do momentu wyczerpania się cieczy w jednym z cylindrów.**

W tym samym czasie należy przygotować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, wykroić 3 sączki do lejka Buchnera i przygotować 3 szalki Petriego na odsączony produkt. Każdą z szalek należy zważyć wraz z odpowiadającym jej sączkiem oraz zanotować jej masę.

Każdą frakcję należy przesączyć. Otrzymany mokry polimer należy zważyć a następnie umieścić w suszarce komorowej. Suchy polimer należy zważyć następnego dnia.

## **CZEŚĆ ANALITYCZNA**

### **Nastawianie miana NaOH:**

Do dwóch kolb stożkowych bez szlif, o objętości 250 ml należy odmierzyć za pomocą pipety jednomiarowej po 10 ml roztworu NaOH dostępnego przy ćwiczeniu oraz dodać po 50 ml wody destylowanej i po 2 krople roztworu fenoloftaleiny. Tak przygotowane roztwory należy miareczkować 0,5000 M kwasem solnym. Wyniki miareczkowania należy zapisać w ARKUSZU WYNIKÓW.

### **Oznaczanie zawartości grup octanowych:**

Do czterech kolb stożkowych ze szlifem, o objętości 250 ml należy odważyć po 200 mg suchego poli(alkoholu winylowego) otrzymanego przez poprzednie grupy. Następnie do każdej z kolb należy odmierzyć, używając pipety jednomiarowej, po 10 ml roztworu NaOH dostępnego przy ćwiczeniu oraz dodać po 50 ml wody destylowanej. Tak przygotowane próbki należy z pomocą asystenta umieścić w czaszach grzejnych, pod chłodnicami zwrotnymi i ogrzewać do wrzenia, a następnie utrzymywać we wrzeniu przez około 20 minut. Po całkowitym rozpuszczeniu polimeru roztwory należy ostudzić do temperatury pokojowej oraz dodać do każdej z próbek po dwie krople roztworu fenoloftaleiny. Tak przygotowane roztwory należy miareczkować 0,5000 M kwasem solnym. Wyniki miareczkowania należy zapisać w ARKUSZU WYNIKÓW.

Następnie należy obliczyć procentową zawartość grup octanowych korzystając ze wzoru (1).

$$\%_{\text{grup octanowych}} = \frac{(a-b) \times 0,0295}{g} \times 100\% \quad (1)$$

gdzie:

*a* - objętość 0,5000 M roztworu HCl zużytego na miareczkowanie 10 ml roztworu NaOH

*b* - objętość 0,5000 M roztworu HCl zużytego na miareczkowanie próbki

0,0295 - współczynnik przeliczeniowy,

*g* - naważka polimeru [g]

## WYKONANIE SPRAWOZDANIA

**Opis do ćwiczenia powinien zawierać:**

### 1. Cel ćwiczenia.

### 2. Opis eksperymentu zawierający:

a. wykonywane czynności

*Czynności wykonywane podczas ćwiczenia można wypisać w punktach.*

b. wyniki pomiarów [należy załączyć podpisany przez asystenta ARKUSZ WYNIKÓW]

c. schemat aparatury [należy dołączyć osobny arkusz]

*Schemat powinien być wykonany własnoręcznie przez studentów przeprowadzających eksperyment (odręcznie bądź z wykorzystaniem programów graficznych). Podczas przygotowywania schematu należy wykorzystać rysunki i symbole przedstawione w arkuszu 3. Należy też uwzględnić aparaty wykorzystywane do sączenia i suszenia polimeru.*

### 3. Opracowanie wyników:

a. równania wszystkich reakcji zachodzących podczas wykonywania eksperymentu

b. rachunkowe opracowanie otrzymanych wyników [według schematu przedstawionego w szablonie opisu]

c. wykres Sankey'a [należy dołączyć osobny arkusz]

*Wykres Sankey'a powinien być wykonany według instrukcji dostępnej na stronie internetowej pracowni. Wykres można wykonać odręcznie na papierze milimetrowym, bądź wykorzystując programy komputerowe.*

d. wykres Gantta [należy dołączyć osobny arkusz]

*Wykres Gantta powinien być wykonany według instrukcji zamieszczonej w tym dokumencie. Wykres można wykonać odręcznie na papierze milimetrowym, bądź wykorzystując programy komputerowe.*

### 4. Dyskusję otrzymanych wyników i wnioski.

*W tym punkcie należy przede wszystkim omówić:*

a. wydajność procesu

b. stronę ekonomiczną procesu (zapropionować sposób regeneracji bądź utylizacji niezużytych reagentów)

c. stronę toksykologiczną (na podstawie kart charakterystyk odczynników używanych podczas ćwiczenia)

d. wpływ sposobu prowadzenia tego procesu przemysłowego na środowisko oraz zasugerować co mogłoby zostać poprawione

e. wady i zalety tej metody polimeryzacji

f. potencjalne źródła błędów wpływające na wyniki analizy otrzymanego polimeru

g. czy cel ćwiczenia został osiągnięty.

# 1. ARKUSZ WYKONYWANYCH CZYNNOŚCI

Student A: ..... Student B: ..... Student C: .....

lp.	Czynności do wykonania	student wykonujący	CZAS	
			Start	Stop
1	Zapoznanie z kartami charakterystyk.	wszyscy		
2	Odmierzenie octanu winylu i etanolu.	A		
3	Odważenie i rozpuszczenie inicjatora.	B		
4	Uruchomienie termostatu i mieszadeł przy <b>Reaktorach 1 i 2.</b>	C		
5	Sprawdzenie zaworów przy <b>Reaktorach 1 i 2.</b>	C		
6	Odkręcenie wody chłodzącej.	C		
7	Dozowanie roztworu do <b>Reaktorów 1 i 2.</b>	wszyscy		
8	Rozruch procesu – reakcja wstępna (1,5 do 2 godzin). <i>UWAGA: w tym czasie należy wykonać czynności z punktów 18 – 25.</i>			
9	Sprawdzenie zaworu i włączenie termostatu i mieszadła przy <b>Reaktorze 3.</b>	A		
10	Dozowanie metanolowego roztworu NaOH do <b>Reaktora 3.</b>	A		
11	Uruchomienie produkcji ciągłej (spisanie czasu i poziomu cieczy).	A, B		
12	Wykrojenie trzech sączków i zważenie ich z szalkami Petriego.	B		
13	Zmontowanie zestawu do sączenia.	A		
14	Pobieranie trzech frakcji podczas ruchu ciągłego.	A		
15	Zapisanie czasu końca ruchu ciągłego i poziomu cieczy.	A		
16	Sączenie frakcji.	B		
17	Suszenie produktu (60 minut).	A		
18	<i>Włączenie biurety automatycznej.</i>	C		
19	<i>Nastawianie miarę NaOH na 0,5000 M HCl.</i>	C		
20	<i>Pobranie 4 próbek poli(alkoholu winylowego) do analizy.</i>	B		
21	<i>Hydrolyza 4 próbek poli(alkoholu winylowego).</i>	B		
22	<i>Studzenie i miareczkowanie próbek.</i>	C		
23	<i>Wyłączenie biurety automatycznej.</i>	C		
24	<i>Obliczenie zawartości grup octanowych.</i>	wszyscy		
25	Mycie szkła.	wszyscy		
26	Wyłączenie obydwu termostatów.	C		
27	Zakręcenie wody chłodzącej.	C		
28	Rozliczenie szkła i sprzętu.	wszyscy		
29	Wypełnienie arkusza wyników.	wszyscy		

## 2. ARKUSZ WYNIKÓW

Ćwiczenie nr 2

### Ciągła produkcja poli(alkoholu winylowego)

Imiona i nazwiska wykonujących ćwiczenie: ..... ..... .....	Data i nr grupy: ..... .....
--	------------------------------------

#### SUROWCE:

Roztwór monomeru o składzie:

*Octan winylu*:.....ml      *Etanol*:.....ml      *Inicjator*:.....g

Roztwór hydrolizujący o składzie:

*Metanol*:.....ml      *NaOH*:.....g

#### PRODUKTY:

Polialkohol winylowy mokry:.....g      Polialkohol winylowy suchy:.....g

#### PRZEBIEG PROCESU:

Czas reakcji wstępnej:.....h      Czas reakcji w ruchu ciągłym:.....h

**Prędkości przepływu:**

Roztwór monomeru:.....ml/h      Roztwór hydrolizujący:.....ml/h

#### ANALIZA PRODUKTU:

Objętość 0,5000 M HCl zużyta do miareczkowania roztworu NaOH:

1. ....ml      2. ....ml      3. ....ml

Wartość średnia:..... ml

Obliczenie stężenia molowego roztworu NaOH:

.....  
.....  
.....

Miareczkowanie naważek poli(alkoholu winylowego):

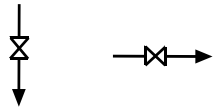
L.p.	Naważka [g]	Objętość HCl [ml]	Uwagi
1.			
2.			
3.			
4.			

Uwagi wykonujących ćwiczenie:

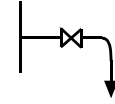
Wyniki przyjąłem.....

data i podpis asystenta

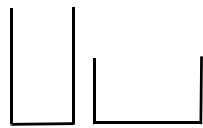
### 3. ARKUSZ SYMBOLI UŻYWANYCH DO OZNACZANIA ELEMENTÓW APARATURY



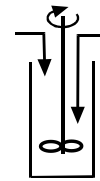
zawory



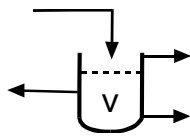
zawór probierczy



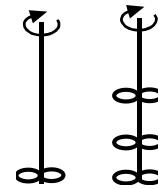
zbiornik otwarty  
(pionowy i poziomy)



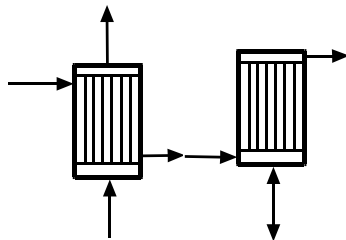
wytrącalnik



nucza filtracyjna

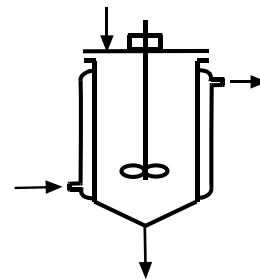


mieszadła

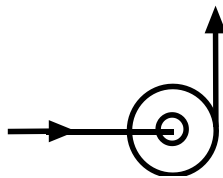


wymiennik  
ciepła

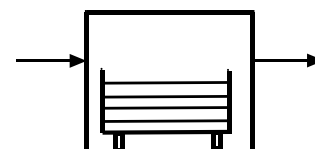
chłodnica  
zwrotna



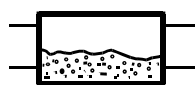
reaktor z płaszczem grzejącym i mieszadłem



pompa



szuszarka komorowa



suszarka

## OPIS DO ĆWICZENIA NR 2 [SZABLON]

<b>Sprawozdanie z Ćwiczenia nr 2</b> Ciągła produkcja poli(alkoholu winylowego)	Data wykonania ćwiczenia:
Asystent prowadzący ćwiczenie:	Data oddania sprawozdania:
Imiona i nazwiska osób wykonujących ćwiczenie:	Nr grupy:
Uwagi asystenta:	

### 1. CEL ĆWICZENIA.

### 2. OPIS EKSPERYMENTU.

### 3. OPRACOWANIE WYNIKÓW

a. Równania reakcji zachodzących podczas ćwiczenia:

b. Rachunkowe opracowanie otrzymanych wyników:

- Masa otrzymanego polimeru: .....g
- Bilans materiałowy dla 1 godziny ruchu ciągłego:

Material	Przychód (g/godz)	Rozchód (g/godz)
Etanol		
Inicjator		
Monomer (octan winylu)		
Metanol		
NaOH		
Polimer		

*Odpady poprocesowe:*

Przesącz		
Odparowany rozpuszczalnik		
<b>SUMA</b>		

- Obliczenie wydajności (molowej) dla 1 godziny ruchu ciągłego:
- Obliczenie zużycia monomeru na jednostkę masy produktu:
- Obliczenie zawartości grup octanowych w gotowym produkcie:

### 4. DYSKUSJA OTRZYMANYCH WYNIKÓW I WNIOSKI.

## INSTRUKCJA WYKONANIA WYKRESU GANTTA

Wykres Gantta jest diagramem dwuwymiarowym stanowiącym metodę wizualnego opisu projektu. Na prawidłowo wykonanym wykresie można szybko odczytać podział projektu na zadania oraz ich rozplanowanie w czasie (czasy rozpoczęcia i zakończenia działań, czas ich trwania i kolejność). Wykres Gantta może być wykonany odręcznie (na papierze milimetrowym) lub komputerowo. Zawsze konieczne jest jednoznaczne określenie przedziałów czasowych. Wykres wykonywany jest na podstawie arkusza, w którym zanotowano początek i koniec każdej czynności:

Nazwa czynności	początek	koniec
A	8:30	8:45
B	8:35	8:45
...	....	....
O	12:50	13:00

Na osi rzędnych należy umieścić nazwy opisywanych czynności, a na osi odciętych skalę czasu (np. godziny z podziałem na minuty):

