

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ВОЛГОГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ  
КАФЕДРА «ТЕХНОЛОГИЯ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ  
И ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ»

# ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ МОНОМЕРОВ

Часть I

*Методические указания к лабораторным работам*



Волгоград  
2014

УДК 547 (075)+ 678(075)

Рецензент

канд. хим. наук доцент *Т. В. Хохлова*

Печатается по решению редакционно-издательского совета  
Волгоградского государственного технического университета

**Лабораторный** практикум по химии и технологии мономеров.  
Ч. I : метод. указания / сост. Т. П. Алейникова, И. А. Хардина;  
ВолгГТУ. – Волгоград, 2014. – 24 с.

В методических указаниях описаны лабораторные работы по химии и технологии органических производств.

Предназначены для студентов, обучающихся по направлению магистерской подготовки 240100.68 «Химическая технология» по программе «Химическая технология полимерных материалов» (с подготовкой к производственно-технологической деятельности) и специальности 240501.65 «Химическая технология высокомолекулярных соединений» с инженерной подготовкой.

© Волгоградский государственный  
технический университет, 2014

© Т. П. Алейникова, И. А. Хардина, 2014

## ВВЕДЕНИЕ

Мономеры – (от греческого «monos» – один и «meros» – часть) – низко-молекулярные соединения, молекулы которых способны реагировать между собой или с молекулами других соединений с образованием макромолекул. Мономерами в широком смысле являются соединения, содержащие кратные связи: олефины, диены, ацетилены, ненасыщенные карбоновые кислоты и их производные – амиды, нитрилы, сложные эфиры, циклические соединения – оксиды олефинов, лактамы, лактоны, а также соединения с функциональными группами – дикарбоновые кислоты, диангидриды, аминокислоты, гликоли, диамины, фенолы и другие.

Начиная с середины прошлого века, разрабатываются и внедряются в производство технологии получения практически всех известных в настоящее время полимеров, объем производства которых достигает миллионы тонн, и в связи с этим развивается промышленность мономеров.

Целью лабораторного практикума по химии и технологии мономеров является закрепление теоретических знаний студентов и приобретение практических навыков проведения экспериментальных исследований химических процессов. Практикум состоит из двух частей. В первой части описаны методики получения диеновых мономеров, во второй части – олефинов, альдегидов и сложных эфиров. Описаниям лабораторных работ предшествуют краткие теоретические введения. Указываются условия и методики проведения опытов, приведены контрольные вопросы и перечень литературных источников по технологии и химии изучаемых веществ.

Во время работы в лаборатории студент должен вести журнал, в который следует подробно записывать ход эксперимента и полученные результаты, на основании которых проводятся расчеты материальных балансов. В лабораторном практикуме приведены меры безопасности, которые необходимо соблюдать при выполнении работ.

## Лабораторная работа № 1

### ПОЛУЧЕНИЕ БУТАДИЕНА-1,3 ПРЕВРАЩЕНИЕМ ЭТАНОЛА НА КАТАЛИЗАТОРЕ С. В. ЛЕБЕДЕВА

*Цель работы:* изучение технологических основ получения бутадиена-1,3 превращением этанола на катализаторе С. В. Лебедева

**Задачи:**

- анализ физико-химических превращений, включая побочные реакции;
- подготовка и проведение эксперимента;
- проведение расчетов по полученным экспериментальным данным и составление материального баланса процесса.

**Студент должен:**

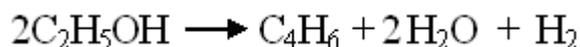
- знать теоретические основы гетерогенного каталитического процесса получения бутадиена-1,3; влияние технологических параметров на его эффективность;
- овладеть навыками проведения эксперимента с использованием лабораторного оборудования.

#### Промышленные методы синтеза бутадиена-1,3

Бутадиен-1,3 (дивинил) является одним из важнейших мономеров для производства синтетических каучуков общего назначения: стереорегулярных 1,4-цис-бутадиеновых, бутадиен-стирольных, бутадиен-метилстирольных, а также ряда синтетических каучуков специального назначения: бутадиен-нитрильных, бутадиен-метилвинилпиридиновых и др. Помимо производства синтетических каучуков бутадиен применяется в промышленном масштабе для производства синтетических смол, адиподинитрила (в производстве полиамидов) и себациновой кислоты.

Бутадиен-1,3 – бесцветный газ с характерным неприятным запахом, легко сжижающийся при минус 4,5 °С, плотность в жидком состоянии – 0,645 г/см<sup>3</sup>. Растворим в эфире, бензоле, плохо – в спирте, нерастворим в воде. С воздухом при концентрациях от 2,0 до 11,5 объемных единиц бутадиен-1,3 образует взрывчатые смеси. Температура вспышки бутадиена-1,3 составляет минус 40 °С. Температура самовоспламенения 420 °С. ПДК в воздухе рабочих помещений – 100 мг/м<sup>3</sup>.

Впервые в промышленности бутадиен-1,3 был получен в России по способу С. В. Лебедева в одну стадию каталитическим разложением этанола:



Однако ввиду низкой селективности процесса (не более 58,7 %), этот способ в настоящее время в основном утратил промышленное значение.

Другой способ получения бутадиена-1,3 из этанола (способ И. И. Остромысленского) позволил увеличить селективность процесса до 63,9 %. Этот процесс протекает в две стадии. На первой стадии дегидрированием этанола получают ацетальдегид:



Дегидрирование осуществляют при 250–300 °С. В качестве катализатора используют медь, нанесенную на асбестовое волокно, в качестве промоторов к меди добавляют 5 % оксида кобальта и 2 % оксида хрома.

На второй стадии смесь этанола и ацетальдегида в мольном соотношении 3:1 пропускают над катализатором – оксидом тантала на силикагеле при 330–350 °С и атмосферном давлении:



Однако и этот способ получения бутадиена -1,3 также не реализуется в промышленности из-за нерентабельности.

Альдольный метод получения бутадиена-1,3 включает четыре стадии:

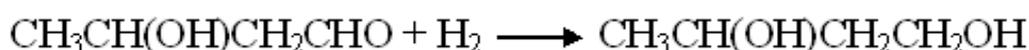
– гидратация ацетилена до ацетальдегида в жидкой фазе при 75–95 °С в присутствии ртутных катализаторов и серной кислоты:



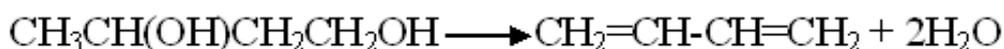
– конденсация ацетальдегида в альдоль в присутствии 8–12 %-х растворов щелочи при атмосферном давлении и комнатной температуре:



– гидрирование альдоля в 2,4-бутандиол при 55–70 °С и 30 МПа в присутствии нанесенных на оксид алюминия или оксид кремния металлов – Co, Ni, Си:



– дегидратация 2,4-бутандиола в бутадиен-1,3 при 270–280 °С и атмосферном давлении в присутствии разбавителя – водяного пара и катализатора – кокса или графита, пропитанного фосфорной кислотой:

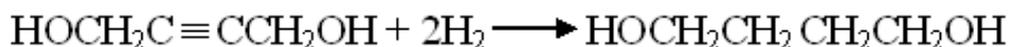


Бутиндиольный метод получения бутадиена-1,3 включает четыре стадии:

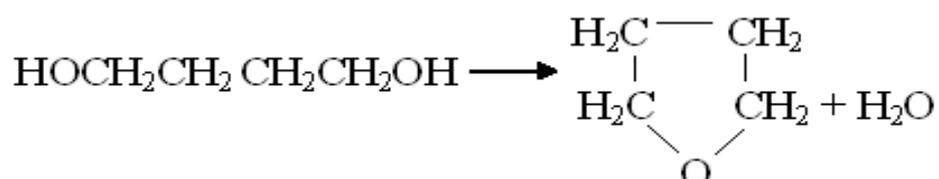
– конденсация ацетилена с формальдегидом с образованием 2-бутиндиола-1,4 при 100 °С и 0,5 МПа в присутствии катализатора ацетиленда меди на силикагеле:



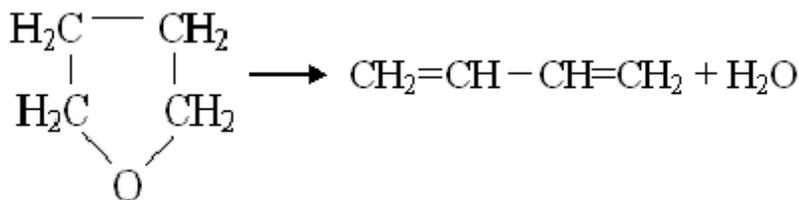
– гидрирование бутиндиола в 1,4-бутандиол при 150–200 °С и 30 МПа в присутствии медноникельхромового катализатора на силикагеле:



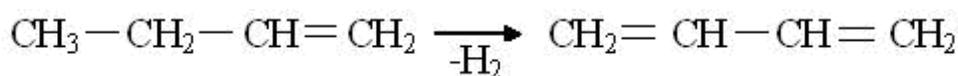
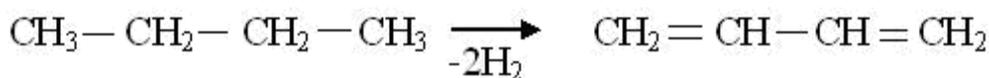
– дегидратация 1,4-бутандиола в тетрагидрофуран в жидкой фазе в присутствии катализатора – фосфорной кислоты при 260–275 °С и 7 МПа:



– дегидратация тетрагидрофурана с образованием бутадиена-1,3 при 270–280 °С и 0,1 МПа в присутствии в качестве катализатора дигидрофосфата натрия, нанесенного на кокс или графит:



Получение бутадиена-1,3 из ацетилена через альдоль или бутиндиол позволило повысить селективность процесса до 90–97 %. Однако в последнее время эти процессы не находят промышленного применения из-за взрывоопасности производств и вытеснения методами, базирующимися на более дешевом углеводородном сырье – продуктах пиролиза нефтяных фракций. Основным направлением в современной технологии производства бутадиена-1,3 является каталитическое одно- или двухстадийное дегидрирование углеводородов фракции C<sub>4</sub> (бутан и бутены). Одностадийный способ дегидрирования осуществляют в периодических реакторах с неподвижным слоем алюмохромового катализатора при 600 °С и 1,225 кПа. При двухстадийном способе дегидрирование бутана в бутен проводят в "кипящем слое" алюмохромового катализатора при 565–580 °С, а бутены дегидрируют в бутадиен-1,3 в реакторах с неподвижным слоем хромкальцийникельфосфатного катализатора при 580–620 °С и разбавлении исходной смеси водяным паром:



## Схема превращения этанола в бутадиен-1,3

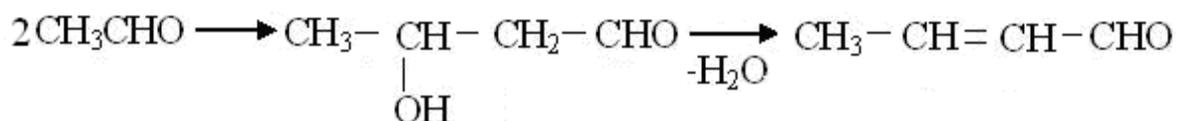
по способу С. В. Лебедева

Превращение этанола в бутадиен-1,3 на катализаторе С. В. Лебедева  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZnO}$ , обеспечивающим одновременное протекание реакций дегидрирования ( $\text{ZnO}$ ) и дегидратации ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), может быть представлено следующими последовательными реакциями:

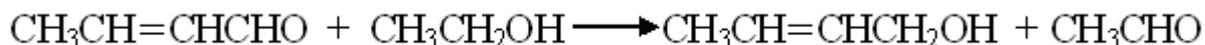
1. Дегидрирование этанола в ацетальдегид:



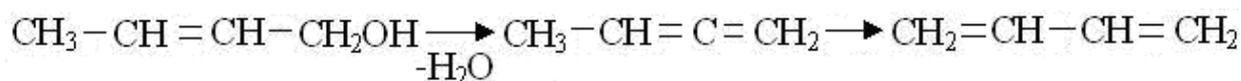
2. Конденсация ацетальдегида с образованием альдоля, дегидратация альдоля в кротоновый альдегид:



3. Восстановление карбонильной группы кротонового альдегида водородом, отдаваемым этанолом, с получением кротилового спирта:



4. Дегидратация кротилового спирта, сопровождающаяся перегруппировкой кумулированных двойных связей в сопряженные и образованием бутадиена-1,3:



Наряду с основными реакциями протекают также и побочные реакции – конденсация образовавшегося кротонового альдегида с ацетальдегидом, восстановление карбонильных соединений, разложение альдоля и кротонового альдегида, изомеризация, димеризация бутадиена-1,3 и дегидратация этанола с образованием этилена и диэтилового эфира.

### Реактивы и оборудование

*Реактивы:*

этанол, 95 %-й, т. кип.  $78,3^\circ\text{C}$ ,  $d_4^{20}$  0,789

20 %-й водный раствор едкого натра

насыщенный водный раствор хлорида натрия

*Оборудование:*

установка для получения бутадиена-1,3 (рис. 1)

охлаждающая баня

весы лабораторные ВК-600

устройство для сушки посуды ПЭ-2010

мерный цилиндр на 100 мл

коническая колба со шлифом на 100 мл и пробкой – 2 шт

аквадистиллятор АДЭ-5

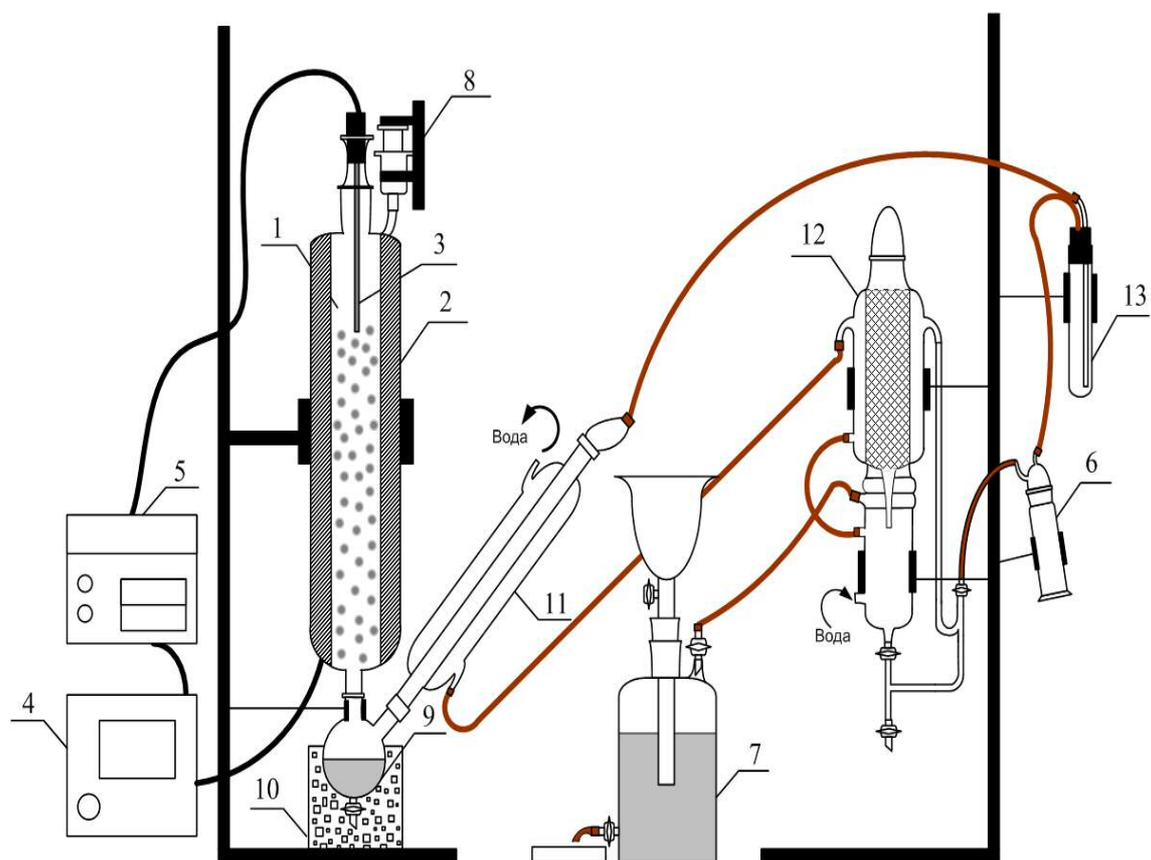


Рис. 1. Установка получения бутадиена-1,3:

1 – кварцевый реактор; 2 – электрическая печь; 3 – термопара, 4 – ЛАТР; 5 – «Мета-кон», 6 – склянка Дрекслея; 7 – газометр; 8 – дозатор; 9 – приемник; 10 – охлаждающая баня; 11 – холодильник; 12 – абсорбционная колонка; 13 – моностаг

## Проведение опыта

Перед началом опыта следует проверить герметичность соединений отдельных частей установки. При полной герметичности установки пузырьки воздуха перестают проходить через склянку Дрекслея *б*, и вытекание рассола из газометра через несколько минут прекращается. Если воздух проходит через склянку в течение длительного времени, и рассол из газометра вытекает непрерывно, следует уплотнить негерметичные соединения установки.

По достижении герметичности всей системы газометр от системы отсоединяют, включают электрообогрев кварцевого реактора *1*, наблюдая за температурой в реакторе до достижения 420–430 °С. Измерение и регулирование температуры осуществляют автоматически с помощью терморпары *3*, ЛАТРа *4* и электронного потенциометра «Метакон» *5*.

Взвешивают склянку Дрекслея *б*, заполненную 20 %-м водным раствором едкого натра, на технических весах с точностью до 0,01 г.

Взвешивают 40–50 г этанола в колбе со шлифом и пробкой и заливают в абсорбционную колонку.

Взвешивают 20–30 г этанола и помещают в дозирующее устройство. После этого установку проверяют на герметичность. Если установка полностью герметизирована, и температура достигла 420–430 °С, начинают дозировать этанол в реактор с помощью дозатора *8*. В верхней части реактора находится кварцевая насадка, на которой происходит испарение спирта и подогрев его паров до температуры реакции.

Реакция протекает в каталитическом слое. Продукты реакции вместе с непрорегировавшим этанолом на выходе из нижней части реактора частично конденсируются в приемнике *9*, охлаждаемом смесью льда с солью, взятых в массовом соотношении 1:1, и в холодильнике *11*, охлаждаемом водой. Газообразные продукты реакции проходят через склянку Дрек-

селя 6, заполненную 20 %-м водным раствором едкого натра и служащую для улавливания образующихся ацетальдегида и частично диэтилового эфира. Неконденсирующиеся газообразные продукты реакции поступают в абсорбционную колонку 12, где поглощаются этанолом и частично в газометр 7.

После прекращения подачи спирта отключают электрообогрев и реакционную массу выдерживают в течение 10–15 минут.

Остаток спирта из дозатора 8 сливают в предварительно взвешенную колбу и снова взвешивают. Содержимое приемника 9 сливают в предварительно взвешенную колбу с пробкой и снова взвешивают. Взвешивают также склянку Дрекселя. Этанол из абсорбционной колонки сливают в предварительно взвешенную колбу с пробкой и снова взвешивают. Определяют объем газа в газометре и приводят его к нормальным условиям.

Одним из наиболее существенных критериев, характеризующих весь процесс в целом, является материальный баланс. Составление точного материального баланса процесса превращения этанола на катализаторе С. В. Лебедева весьма сложно. В данном случае студенту рекомендуется составление лишь приближенного материального баланса. В табл. 1 приводится форма записи материального баланса процесса.

Для определения выхода бутадиена-1,3 на пропущенный этанол проводят хроматографический анализ спиртового раствора, определяют содержание в нем бутадиена-1,3. Теоретическое количество бутадиена-1,3 вычисляют по уравнению:



Выход бутадиена-1,3 (в % от теории) определяют по формуле:

$$\eta = (G_{\text{практ.}}/G_{\text{теор.}}) \cdot 100 \%$$

## Меры безопасности при выполнении работы

Бутадиен-1,3 образует с воздухом в широких пределах взрывоопасные смеси. Поэтому при работе с этим газом необходимо строго следить, чтобы он не попадал в атмосферу помещения. Установка для получения бутадиена-1,3 должна находиться в вытяжном шкафу и перед пуском продуваться инертным газом. Узлы установки тщательно герметизируют во избежание подсоса воздуха и образования взрывоопасной смеси. Запрещается одновременное проведение работ с открытым огнем. При высоких концентрациях в воздухе бутадиен-1,3 действует на человеческий организм как наркотик, при малых концентрациях вызывает раздражение слизистых оболочек.

*Таблица 1*

### Материальный баланс получения бутадиена-1,3 на катализаторе С. В. Лебедева

Приход					Расход				
№	Компонент	г	моль	мл	№	Компонент	г	моль	мл
1	Этанол в дозаторе, в т. ч.: этанол вода				1	Жидкие продукты в приемнике			
2	Этанол в абсорбционной колонке, в т. ч.: этанол вода				2	Альдегиды, эфир и др. вещества, поглощенные в склянке Дрекслея			
					3	Непрореагировавший этанол			
					4	Спиртовый раствор в абсорбционной колонке			
					5	Количество газа в газометре			
					6	Потери			
Всего:					Всего:				

## Контрольные вопросы

1. Методы получения бутадиена-1,3. Преимущества и недостатки.
2. Физические и химические свойства бутадиена-1,3.
3. Химизм процесса синтеза бутадиена-1,3 из этанола на катализаторе С. В. Лебедева.
4. Катализаторы гетерогенных каталитических процессов и способы их получения. Требования, предъявляемые при выборе катализатора.
5. Технологическая схема процесса одно- и двухстадийного дегидрирования бутана.
6. Промышленные способы выделения бутадиена-1,3 из смеси углеводородов.
7. Использование бутадиена-1,3 в синтезе каучуков.

## Лабораторная работа № 2

### ПОЛУЧЕНИЕ ИЗОПРЕНА РАЗЛОЖЕНИЕМ

### 4,4-ДИМЕТИЛДИОКСАНА-1,3

*Цель работы:* изучение технологических основ получения изопрена разложением 4,4-диметилдиоксана-1,3 в присутствии фосфатного катализатора.

**Задачи:**

- анализ физико-химических превращений, включая побочные реакции;
- подготовка и проведение эксперимента;
- определение содержания продуктов в органическом и водном слоях;
- проведение расчетов по полученным экспериментальным данным и составление материального баланса процесса.

**Студент должен:**

- знать теоретические основы каталитического процесса получения изопрена, влияние технологических параметров на его эффективность;

– овладеть навыками проведения эксперимента и количественного определения состава реакционной смеси.

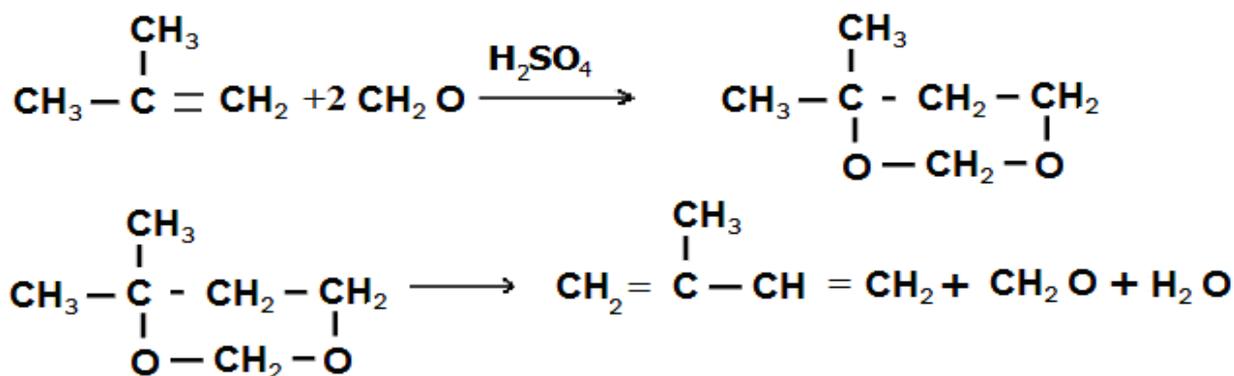
### Промышленные методы синтеза изопрена

Изопрен (2-метилбутадиен-1,3) является одним из важнейших мономеров в производстве стереорегулярного изопренового каучука (95 % от общего объема производства), бутилкаучука, изопрен-стирольных термоэластопластов, транс-полиизопрена, а также душистых и лекарственных веществ.

По внешнему виду изопрен – бесцветная, подвижная жидкость со специфическим запахом, кипящая при 34,1 °С, плотность 0,681 г/см<sup>3</sup>,  $n_D^{20}$  1,4219. Растворим в углеводородах, спирте, эфире, нерастворим в воде. Температура самовоспламенения изопрена 400 °С, температура вспышки минус 48 °С, взрывоопасные концентрации в воздухе 1,66–11,5 об. %. ПДК 40 мг/м<sup>3</sup>.

Изопрен в промышленности получают следующими способами:

1) двухстадийный способ из изобутилена и формальдегида с разложением образующегося 4,4-диметилдиоксана-1,3 (ДМД):

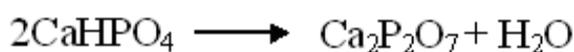


В качестве сырья преимущественно используют изобутилен, содержащийся во фракциях С<sub>4</sub>, выделенных из продуктов пиролиза или крекинга жидких углеводородов. Конденсация изобутилена с формальдегидом осуществляется при атмосферном давлении в присутствии серной кислоты

при 80–95 °С. Разложение ДМД идет в присутствии катализаторов – фосфатов кальция. Повышение селективности процесса на фосфатных катализаторах достигается при непрерывной активации фосфатов в самом процессе путем подачи в зону катализа парообразной фосфорной кислоты в смеси с водяным паром. В этих условиях на поверхности фосфата кальция образуются кислые фосфаты:

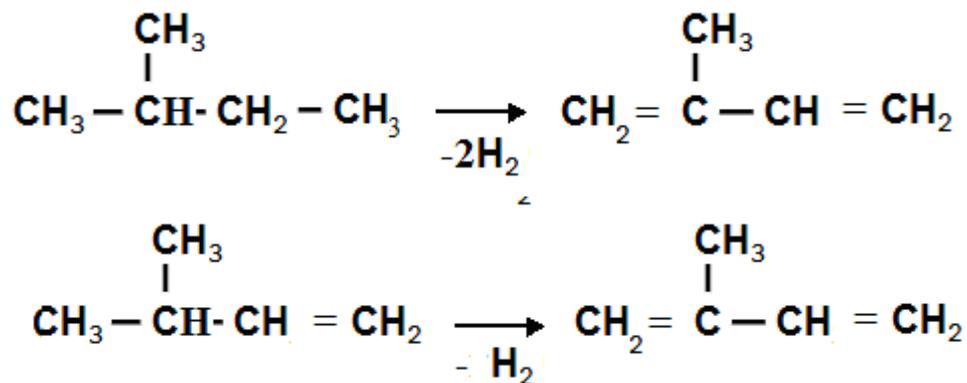


Катализатор в отсутствие водяного пара теряет свою активность, так как идет процесс дегидратации с образованием пиррофосфата кальция:



В присутствии больших количеств водяного пара протекает только основная реакция образования изопрена, а побочная реакция разложения ДМД с отложением смолистых соединений практически не идет.

2) Дегидрирование углеводородов C<sub>5</sub>:



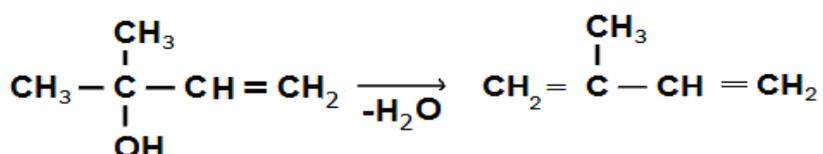
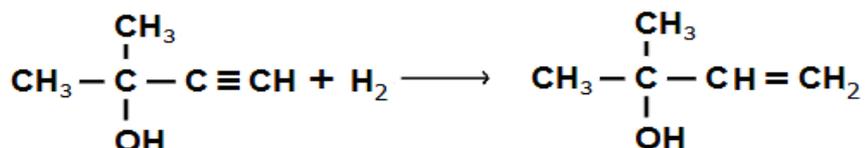
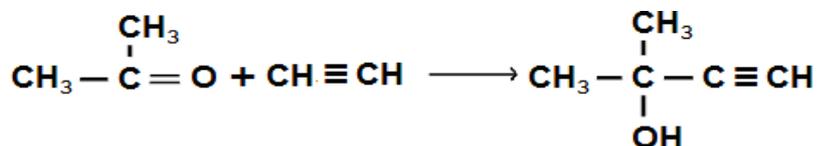
Дегидрирование изопентана и изопентан-изопентеновых смесей может быть осуществлено двумя способами – одностадийным и двухстадийным. Одностадийный способ отличается от двухстадийного тем, что дегидрирование проводят на одном катализаторе, состоящем из 80 % оксида алюминия и 20 % оксида хрома, без промежуточного разделения изопентана и изопентенов. В качестве сырья используют фракции углеводородов C<sub>5</sub> любого состава.

3) Трехстадийный способ из ацетилена и ацетона:

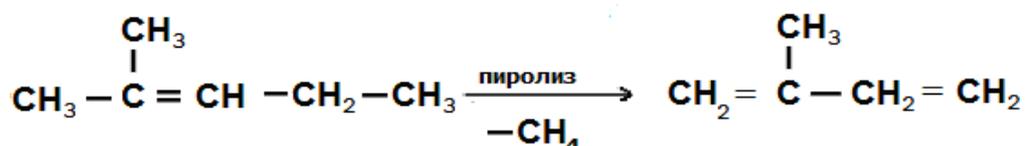
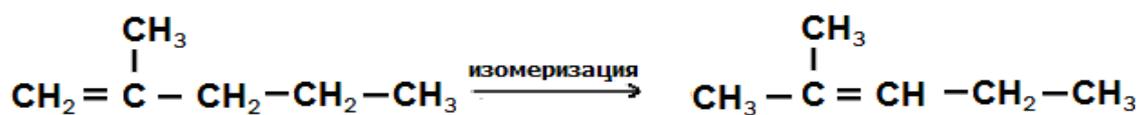
– 1 стадия - конденсация ацетилена с ацетоном,

– 2 стадия – гидрирование образовавшегося метилбутинола,

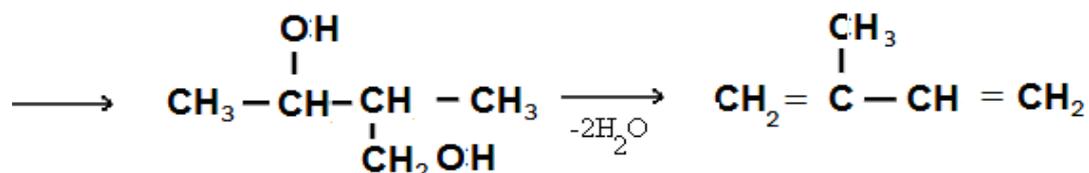
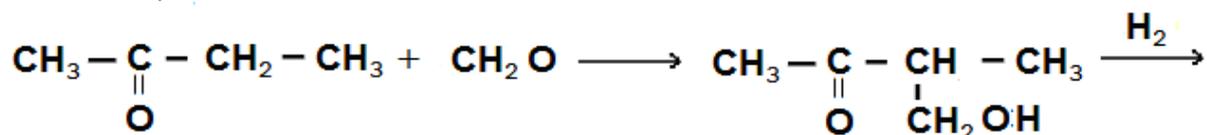
– 3 стадия – дегидратация образовавшегося метилбутенола:



4) Из димера пропилена, получаемого димеризацией пропилена на триалкилалюминиевом катализаторе:



5) Конденсация метилэтилкетона с формальдегидом с образованием 2-метил-3-кетобутанола-1 с последующим его гидрированием до 2-метил-1,3-бутиленгликоля, дегидратацией которого получают изопрен:



## **Реактивы и оборудование:**

### *Реактивы:*

4,4-диметилдиоксан-1,3 (ДМД) свежеперегнанный, т. кип. 132 °С,  
 $d_4^{20}$  0,9634,  $n_D^{20}$  1,4238

1 %-й водный раствор  $H_3PO_4$

дистиллированная вода

осушитель ( $CaCl_2$ ,  $K_2CO_3$ )

### *Оборудование:*

установка для разложения ДМД (рис. 2)

охлаждающая баня

весы лабораторные ВК-600

аквадистиллятор АДЭ-5

устройство для сушки посуды ПЭ-2010

мерные цилиндры на 100 мл – 3 шт.

бюкс

стакан на 100 мл

коническая колба со шлифом на 100 мл и пробкой

## **Проведение опыта**

Разложение ДМД проводится в кварцевом реакторе 1 диаметром 25–28 мм, заполненном стеклянной насадкой и помещенном в трубчатую печь с электрообогревом 2. Температурный режим процесса контролируется и автоматически поддерживается на заданном уровне с помощью электронного регулятора «Метакон» 3. Измерение температуры в реакционной зоне производится термопарой, помещенной в кварцевый карман диаметром 8–10 мм и длиной 3400 мм. К верхнему концу реактора присоединен форштос 4, служащий для ввода в реактор жидких реагентов.

Перед проведением реакции разложения ДМД проводят активацию катализатора. Активация заключается в медленном подъеме температуры в

реакторе в течение 1 ч до 350–380 °С и выдержке при этой температуре в течение 20–30 мин. Начиная со 150 °С и до конца активации, в реактор медленно подают дистиллированную воду из капельной воронки 5 в мольном соотношении ДМД: вода, равном 1:7. Водный конденсат собирается в приемнике 8. Предварительно заполняют дозаторы 6 и 7 30 мл ДМД и 90 мл 1 %-го водного раствора  $\text{H}_3\text{PO}_4$  соответственно. По окончании активации катализатора подачу воды прекращают, содержимое приемника 8 выливают и начинают дозировать ДМД и 1 %-й водный раствор  $\text{H}_3\text{PO}_4$  в реактор 1. Продукты реакции собирают в сборник 8, охлаждаемый смесью льда с солью, взятых в массовом соотношении 1:1.

В процессе опыта в сборнике 8 накапливается двухслойный конденсат, состоящий из водного и органического слоев. Слои разделяют с помощью делительной воронки, сливают в предварительно взвешенные колбы с пробками и взвешивают.

Органический слой высушивают над осушителем и определяют состав методом газо-жидкостной хроматографии.

Водный слой анализируют титриметрическим методом на содержание формальдегида.

На основании опытных данных и результатов анализа рассчитывают выход изопрена и конверсию ДМД. Полученные результаты вносят в табл. 2.

### **Меры безопасности при выполнении работы**

Изопрен легко воспламеняется, работа с ним требует большой осторожности. Присутствие в атмосфере небольшого количества паров изопрена вызывает ощущение сухости во рту и усиливает сердцебиение.

Установка для получения изопрена должна находиться в вытяжном шкафу. Перед проведением опыта необходимо проверить установку на

герметичность. Запрещается одновременное проведение работ с открытым огнем.

Таблица 2

**Материальный баланс процесса получения изопрена**

Исходные реагенты				Продукты реакции			
Компонент	г	моль	мл	Компонент	г	моль	мл
ДМД				Органический слой, в т. ч: а) изопрен б) ДМД в) примеси			
Вода				Водный конденсат			
1 %-й водный раствор $H_3PO_4$ , в т. ч.: а) $H_3PO_4$ б) вода				Водный слой, в т. ч.: а) формальдегид б) вода и другие вещества			
				Потери			
Всего				Всего			

**Определение формальдегида в водном слое**

**Реактивы и оборудование:**

0,1 н. водный раствор солянокислого гидроксиламина

0,5 н. водный раствор NaOH

0,1 % -й раствор бромфенолового синего

0,1 н. стандартный раствор HCl

устройство для сушки посуды ПЭ-2010

конические колбы на 100 мл – 3 шт.

бюретка на 50 мл – 2 шт.

пипетка на 2 мл – 1 шт.

весы аналитические Саух-220

аквадистиллятор АДЭ-5

автоматический титратор 870

### Ход анализа

В две конические колбы на 100 мл, взвешенные на аналитических весах с точностью до 0,0001 г, вносят пипеткой по 1 мл водного слоя и вновь взвешивают. По разности весов определяют точные навески. Далее, в колбы, где находятся пробы, вливают по 20 мл 0,1 н. водного раствора соли гидроксиламина. Через 15 мин содержимое колб титруют 0,5 н. раствором щелочи в присутствии индикатора бромфенолового синего (до перехода желтой окраски через зеленую в голубую). Параллельно титруется холостая проба (без навески анализируемого вещества).

Расчет содержания формальдегида в водном слое (мас. %) производят по формуле:

$$x = \frac{(a - b) \cdot k \cdot 0,015 \cdot 100}{q},$$

где  $a$  – количество 0,5 н. раствора щелочи, затраченное на титрование пробы, мл;

$b$  – количество 0,5 н. раствора щелочи, затраченное на титрование холостой пробы для установления кислотности раствора соли гидроксиламина, мл;

$k$  – поправочный коэффициент 0,5 н. раствора щелочи, определяемый титрованием 0,5 н. раствора щелочи стандартным 0,1 н. раствором соляной кислоты;

0,015 – количество формальдегида, соответствующее 1 мл 0,5 н. раствора щелочи, г;

$q$  – навеска анализируемой пробы, г.

## Контрольные вопросы

1. Способы получения изопрена. Преимущества и недостатки.
2. Физические и химические свойства изопрена.
3. Химизм процесса синтеза ДМД из изобутилена и формальдегида. Основная и побочные реакции.
4. Химизм процесса получения изопрена разложением ДМД. Основная и побочные реакции.
5. Технологическая схема синтеза ДМД.
6. Технологическая схема получения изопрена разложением ДМД.
7. Полимерные материалы на основе изопрена.

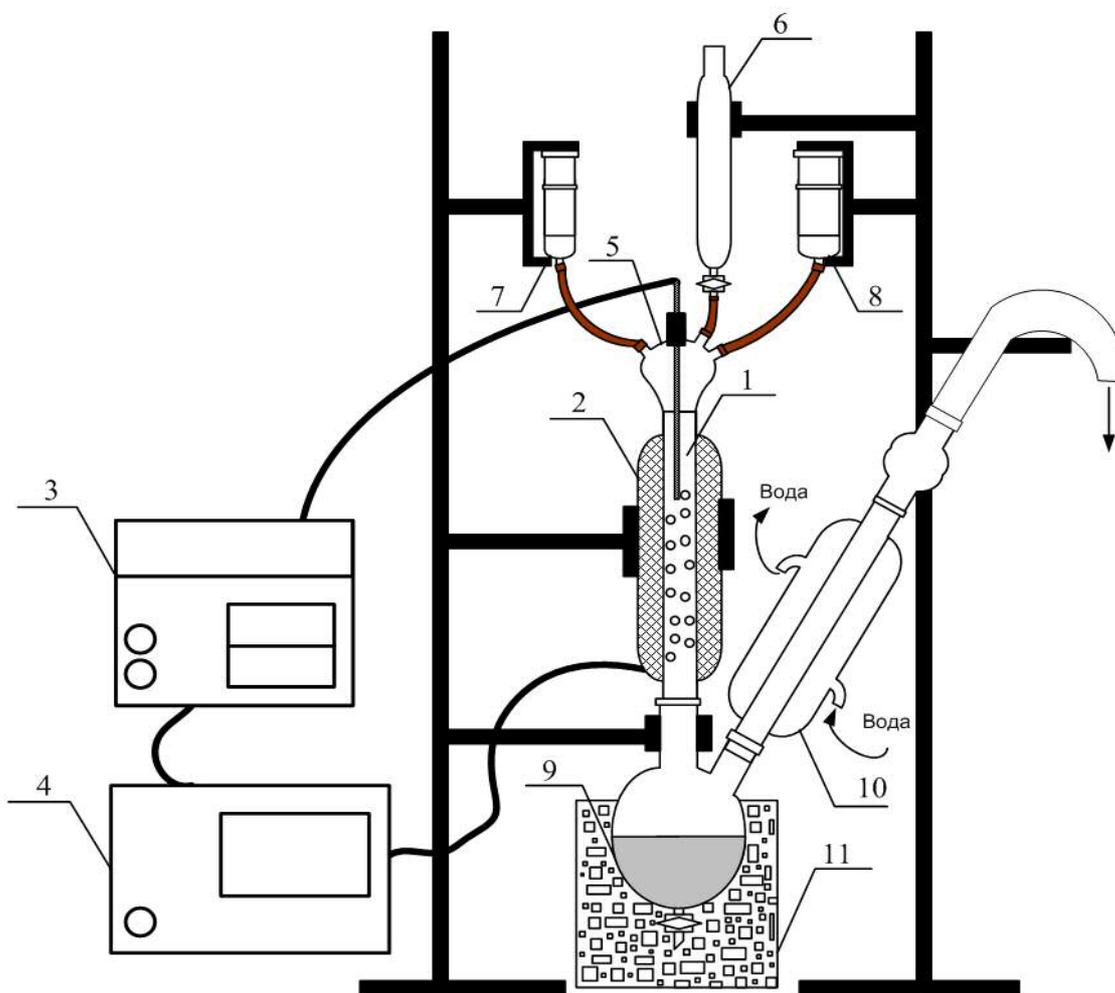


Рис. 2. Установка для разложения ДМД:

1 – кварцевый реактор, 2 – трубчатая печь с электрообогревом, 3 – электронный потенциометр «Метакон», 4 – ЛАТР, 5 – форштос, 6 – капельная воронка, 7, 8 – дозаторы, 9 – приемник, 10 – холодильник, 11 – охлаждающая баня

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. А. В. Кравцов, Е. Н. Ивашкина, Е. М. Юрьев. Теоретические основы каталитических процессов переработки нефти и газа. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 144 с.
2. Кутепов А. М., Бондарева Т. И., Беренгартен М. Г. Общая химическая технология. – Изд. 3-е. – М.: Академкнига, 2007. – 528 с.
3. О. В. Крылов. Гетерогенный катализ. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2004. – 679 с.
4. В. С. Тимофеев, Л. А. Серафимов. Принципы технологии основного органического и нефтехимического синтеза. – М.: Высш. шк., 2003. – 536 с.
5. Н. А. Платэ, Е. А. Сливинский. Основы химии и технологии мономеров. – М.: Наука: МАИК «Наука/Интерпериодика», 2002. – 696 с.
6. Ю. С. Шабаров. Органическая химия. В 2-х кн. – М.: Химия, 1994. – 848 с.
7. Н. Н. Лебедев. Химия и технология основного органического и нефтехимического синтеза. – М.: Химия, 1988. – 592 с.
8. П. А. Кирпичников, В. В. Береснев, Л. М. Попова. Альбом технологических схем основных производств промышленности синтетического каучука. – Л.: Химия, 1986. – 224 с.
9. Н. Н. Лебедев, М. Н. Манаков, В. Ф. Швец. Теория химических процессов основного органического и нефтехимического синтеза. – М.: Химия, 1984. – 376 с.
10. Г. В. Одабашян. Лабораторный практикум по химии и технологии основного органического и нефтехимического синтеза. – М.: Химия, 1982. – 238 с.
11. Ф. Андреас, К. Гребе. Химия и технология пропилена. – Л. Химия, 1973. – 368 с.
12. С. К. Огородников, Г.С. Идлис. Производство изопрена. – Л.: Химия, 1973. – 296 с.
13. Я. М. Паушкин, С. В. Адельсон, Т. П. Вишнякова. Технология нефтехимического синтеза в двух частях. Часть 1. Углеводородное сырье и продукты его окисления. – М.: Химия, 1973. – 448 с.
14. И. И. Юкельсон. Технология основного органического синтеза. – М.: Химия, 1968. – 848 с.
15. О. Б. Литвин. Основы технологии синтеза каучуков. – М.: Химия, 1964. – 648 с.

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
Лабораторная работа № 1 ПОЛУЧЕНИЕ БУТАДИЕНА-1,3 ПРЕВРАЩЕНИЕМ ЭТАНОЛА НА КАТАЛИЗАТОРЕ С. В. ЛЕБЕДЕВА.....	4
Лабораторная работа № 2 ПОЛУЧЕНИЕ ИЗОПРЕНА РАЗЛОЖЕНИЕМ 4,4-ДИМЕТИЛДИОКСАНА-1,3.....	13
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	22

Учебное издание

Составители

Тамара Петровна **Алейникова**  
Ирина Александровна **Хардина**

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ  
ПО ХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ МОНОМЕРОВ**

**Часть I**

*Методические указания к лабораторным работам*

Темплан 2014 г. (учебно-методическая литература). Поз. № 15.  
Подписано в печать 28.04.2014 г. Формат 60×84 1/16. Бумага офсетная.

Гарнитура Times. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40.

Тираж 10 экз. Заказ .

Волгоградский государственный технический университет.  
400005, г. Волгоград, пр. Ленина, 28, корп. 1.

Отпечатано в типографии ИУНЛ ВолгГТУ  
400005, г. Волгоград, пр. Ленина, 28, корп. 7.