

# LABORATORNÍ ÚLOHY Z POLYMERNÍ CHEMIE PRO STŘEDOŠKOLSKÉ STUDENTY

1. [RADIKÁLOVÁ POLYMERACE STYRENU V BLOKU](#)
2. [EMULZNÍ POLYMERACE STYRENU](#)
3. [STANOVENÍ HODNOTY ZMÝDELNĚNÍ POLYVINYLACETÁTU](#)
4. [CHEMICKÁ RECYKLACE PLEXISKLA](#)
5. [ANIONTOVÁ POLYMERACE KYANOAKRYLÁTŮ](#)
6. [STANOVENÍ ZMĚKČOVADLA V PVC](#)
7. [VYTVRZOVÁNÍ EPOXIDOVÉ PRYSKYŘICE](#)

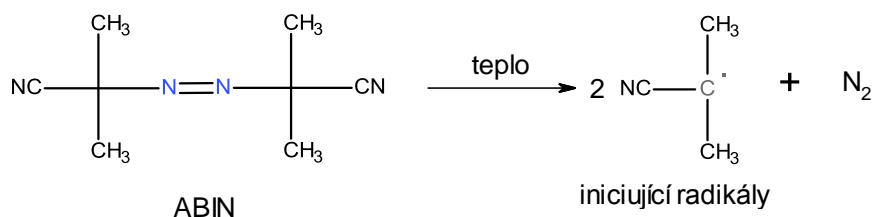


# RADIKÁLOVÁ POLYMERACE STYRENU V BLOKU

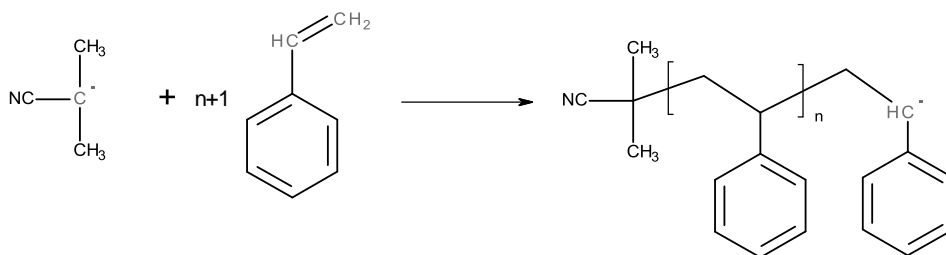
## Úvod:

Technicky nejjednodušší metodou pro přípravu polymerů je tzv. bloková polymerace neboli polymerace v monomerní fázi. Polymerační násada je tvořena pouze monomerem a iniciátorem. Získaný polymer je proto velice čistý. Nevýhodou blokové polymerace je však značný nárůst viskozity reakční směsi a s tím spojené problémy s odvodem tepla. V úloze proto polymeraci povedeme pouze do nízké konverze monomeru na polymer.

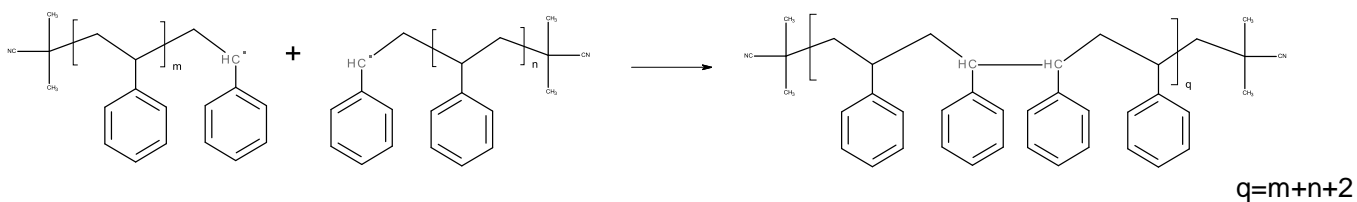
Cílem úlohy je provedení blokové polymerace styrenu pomocí radikálového mechanismu. Iniciační radikály poskytneme tepelným rozkladem labilní azosloučenina azo-bis-isobutyronitril:



Radikály reagují s molekulami styrenu a radikál se vždy přesouvá na konec rostoucího řetězce (propagace), zbytek molekuly iniciátoru zůstane zabudovaný v molekule polymeru:



Ukončení (terminace) reakce může proběhnout několika způsoby, jedním z nich je rekombinace vysoce reaktivních radikálů na koncích dvou rostoucích řetězců:



## Pomůcky a chemikálie:

- Zkumavka 10-20 ml s gumovou zátkou, kádinka 250 ml, vodní lázeň, magnetická míchačka, špachtle, stříkačka 5 ml
- Azo-bis-isobutyronitril (ABIN), styren (stabilizovaný), ethanol technický (denaturovaný), toluen

## Bezpečnost

Styren je toxická látka. Při práci s ním pracujte čistě, v případě ukápnutí styren ihned setřete buničinou a nechte odvětrat v digestoři.

Po celou dobu pobytu v laboratoři používejte ochranné brýle.



## Pracovní postup:

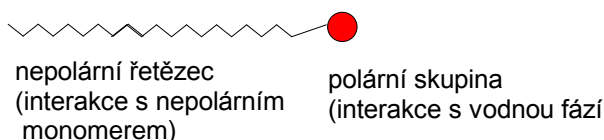
1. Do zkumavky navážíme přibližně přesně 15 mg iniciátoru ABIN.

2. Podle naváženého množství ABIN přidáme takové množství styrenu, aby výsledná koncentrace iniciátoru byla 0,4 hm. %. (Máme-li možnost, probubláme po dobu 5 min reakční násadu dusíkem.)
3. Zkumavku uzavřeme gumovou zátkou (vzduch polymeraci zastavuje) a vložíme do lázně vyhřáté na 70-80°C a ponecháme polymerovat 30 min.
4. Pro ukončení polymerace zkumavku ochladíme pod tekoucí vodou.
5. Polymer vysrážíme (nejlépe v digestoři) vlitím obsahu zkumavky do kádinky se 100 ml míchaného denaturovaného ethanolu. Po vysrážení mícháme směs ještě dalších 10 min, aby nezreagovaný monomer vydifundoval z polystyrenových částíček.
6. Polymer odfiltrujeme na hladkém filtru nebo Büchnerově nálevce, filtrační koláč promyjeme ethanolem.
7. Necháme polymer volně vysušit přes noc (do příštích laboratoří) na vzduchu.
8. Zkumavku od polymerační násady vypláchneme toluenem a ethanolem.
9. Polymer zvážíme a vypočteme konverzi monomeru na polymer.

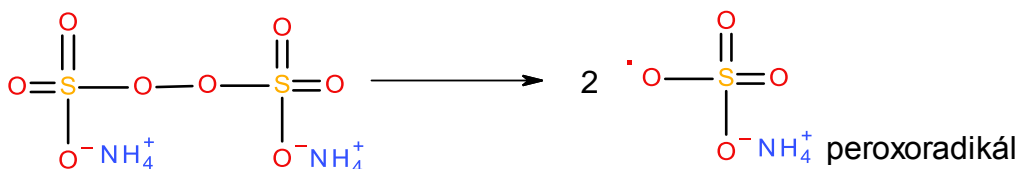
## EMULZNÍ POLYMERACE STYRENU

### Úvod:

Emulzní polymerace patří k nejrozšířenějším polymeračním technikám využívaným průmyslově. Polymerační násada je tvořena monomerem, iniciátorem rozpustným v disperzním prostředí a nerozpustným v monomeru, emulgátorem, disperzním prostředím nemísitelným s monomerem (nejčastěji voda). Získaný polymer je znečištěn emulgátorem a nehodí se tak pro elektrotechnické aplikace (zvýšená vodivost) a aplikace, kde je důležitá čistota materiálů. Emulgátor je látka amfifilní povahy, př. takové látky je mýdlo.:



V této úloze si vyzkoušíme emulzní polymeraci styrenu probíhající radikálovým mechanismem ve vodném prostředí. Pro tvorbu micel využijeme běžného detergentu (jar, mýdlo). Jako iniciátor bude využit vodorozpustný peroxodisíran amonný  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , který obdobně jako ABIN zahříváním generuje iniciující radikály:



Tyto radikály reagují s molekulami styrenu za tvorby krátkých oligomerů, které pronikají do micely s nepolárním styrenem. Po vniknutí oligomeru nesoucího radikál začne v micelle polymerace. Při vniknutí dalšího radikálu dojde k terminaci rekombinací. Jelikož má micela obsahující monomer rozměry v řádu desítek až stovek nanometrů, je dokonale odváděno polymerační teplo. Produktem polymerace je latex, který je možno využít např. jako součást nátěrových hmot (pojivo).

### Pomůcky a chemikálie:

- kulatá baňka 100 ml s plastovou zátkou, injekční stříkačka 2 ml, vodní lázeň (ideálně mg. Míchaná) pro baňku 100 ml, 4x zkumavka se zátkou
- mýdlo/Jar, destilovaná voda, styren, peroxodisíran amonný, síran amonný (nebo sodný), toluen, ethanol, technický benzín, aceton

### Bezpečnost

Styren je toxická látka. Při práci s ním pracujte čistě, v případě ukápnutí styren ihned setřete buničinou a nechte odvětrat v digestoři.

Po celou dobu pobytu v laboratoři používejte ochranné brýle.



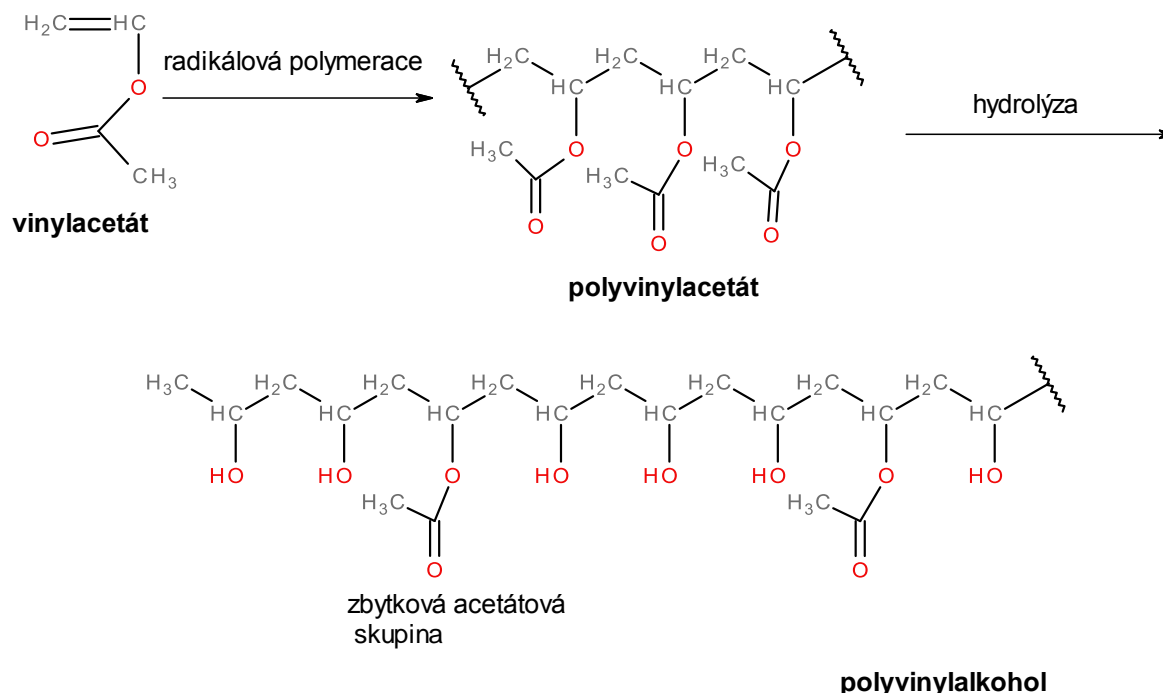
## Pracovní postup:

1. Ve 100 ml baňce rozpustíme ~0,7 g mýdla (nebo jiného detergentu) ve 20 ml destilované vody.
2. Stříkačkou přidáme 1 ml styrenu a intenzivním mícháním (třepáním zazátkované baňky) vytvoříme emulzi.
3. K emulzi přidáme 0,1 g  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , opět protřepeme.
4. Polymerační násadu zahříváme (ideálně za míchání mg. míchadlem) na 90-100°C ve vodní lázni. Za těchto podmínek probíhá polymerační reakce, která styren přeměňuje na polystyren. S časem reakce slábne zápach styrenu, který se spotřebovává polymerací.
5. Po 60 min přidáme do horkého roztoku asi 2 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , který iontovým šokem způsobí koagulaci latexu.
6. Po asi 15 min podtlakovou filtrací přes Büchnerovu nálevku vyizolujeme připravený polystyren, promyjeme ethanolem, necháme sušit přes noc a stanovíme konverzi styrenu na polymer
7. Rozpustnost polystyrenu (připraveného předchozí skupinou) vyzkoušíme v následujících rozpouštědlech: toluen, ethanol, aceton, technický benzín. Rozpustnost zkusíme na malém množství suchého polystyrenu (~10 mg) v 1 ml rozpouštědla v zazátkovaných zkumavkách. Rozpouštění urychlujeme třepáním a přehříváním zkumavky v horké lázni.
8. Na základě provedených rozpustnostních testů rozpustíme zbytek PS ve vhodném rozpouštědle (10 ml) a za míchání vysrážíme do vhodného srážedla (100 ml).

# STANOVENÍ HODNOTY ZMÝDELNĚNÍ POLYVINYLACETÁTU

## Úvod:

Polyvinylalkohol (PVAL) je jedním z mála vodorozpustných syntetických polymerů. Jelikož monomerní vinylalkohol je nestabilní látka (ihned přesmykuje na ethanal), nelze PVAL připravit jeho polymerací. PVAL se tak připravuje nepřímo hydrolýzou acetátových skupin polyvinylacetátu, který lze připravit snadno radikálovou polymerací vinylacetátu:



Podle stupně hydrolýzy acetátových jednotek se mění rozpustnost vznikajícího PVAL, při malém stupni zmýdelnění je polymer (převážně stále polyvinylacetát) rozpustný v alkoholech, při vyšším rozsahu hydrolýzy začíná být PVAL rozpustný ve vodě (horké, a později i studené) a nerozpustný v alkoholech. Stupeň hydrolýzy polyvinylacetátu se běžně vyjadřuje číslem zmýdelnění (DIN 53401), tj. hmotností KOH v mg nutných pro zmýdelnění (hydrolýzu) zbytkových acetátových skupin.

Podobným způsobem se stanovuje číslo zmýdelnění např. v tucích, triacylglycerolech, kde lze dle jeho hodnoty stanovit délku mastných kyselin v daném tuku.

## Pomůcky a chemikálie:

- Polyvinylalkohol (zbytkový obsah acetátových skupin okolo 10%, např. Mowiol 26-88), Erlenmayerova baňka 250 ml 2ks, zpětný chladič 2 ks, vodní lázeň, odměrný válec 50 ml, byreta 25-50 ml
- 0,5 mol/l roztok KOH, 0,5 mol/l vodný roztok kyseliny chlorovodíkové, fenolftalein (indikátor), destilovaná voda

## Bezpečnost

Po celou dobu pobytu v laboratoři používejte ochranné brýle.

Kyselina chlorovodíková a hydroxid draselný jsou i ve zředěném stavu žiravinami, při potřísnění se ihned opláchněte postiženou část vodou.



## Pracovní postup:

1. Navažte 1 g polyvinylalkoholu (PVAL) do vytárované Erlenmayerovy baňky s mg. míchadlem, přidejte 20 ml destilované vody a 25ml 0,5 M roztoku KOH, baňku zahřívajte za míchání při 50-60°C po dobu 20 min
2. Přidejte do baňky varný kamínek, nasadte na baňku chladič
3. Připravte stejnou baňku s chladičem se všemi chemikáliemi kromě PVAL jako slepý test
4. Obě baňky zahřívajte ve vroucí vodní lázni po dobu 30 min
5. Zchladte obě baňky na laboratorní teplotu
6. Do obou baněk přidejte fenolftalein a titrujte pomocí 0,5 M HCl
7. Zapište si spotřebu HCl ve slepém testu
8. Rozdíl mezi spotřebou HCl ve slepém testu a testu vzorku dává množství mililitrů 0,5M KOH nutného pro zmýdelnění 1g PVAL.
9. Spočtete hodnotu (číslo) zmýdelnění PVAL pomocí vzorců:

Hodnota zmýdelnění = mg KOH spotřebované na 1g PVAL

Hmotnost KOH =  $c(\text{KOH}) \times M(\text{KOH}) \times \text{objem KOH roztoku v litrech}$

objem KOH roztoku =  $V(\text{HCl, slepý test}) - V(\text{HCl, test vzorku}) \text{ ml}$

## CHEMICKÁ RECYKLACE PLEXISKLA

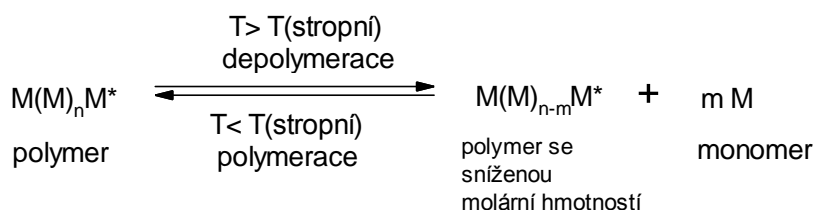
### Úvod:

Fyzikální recyklace, kdy je polymer po separaci znovu přetaven a získá se tak znovu polymerní materiál, vede vždy k částečné degradaci polymeru v důsledku převodu do taveniny (tepelného namáhání a degradace). Důsledkem je vznik méně kvalitního materiálu vhodného pouze pro méně náročné aplikace.

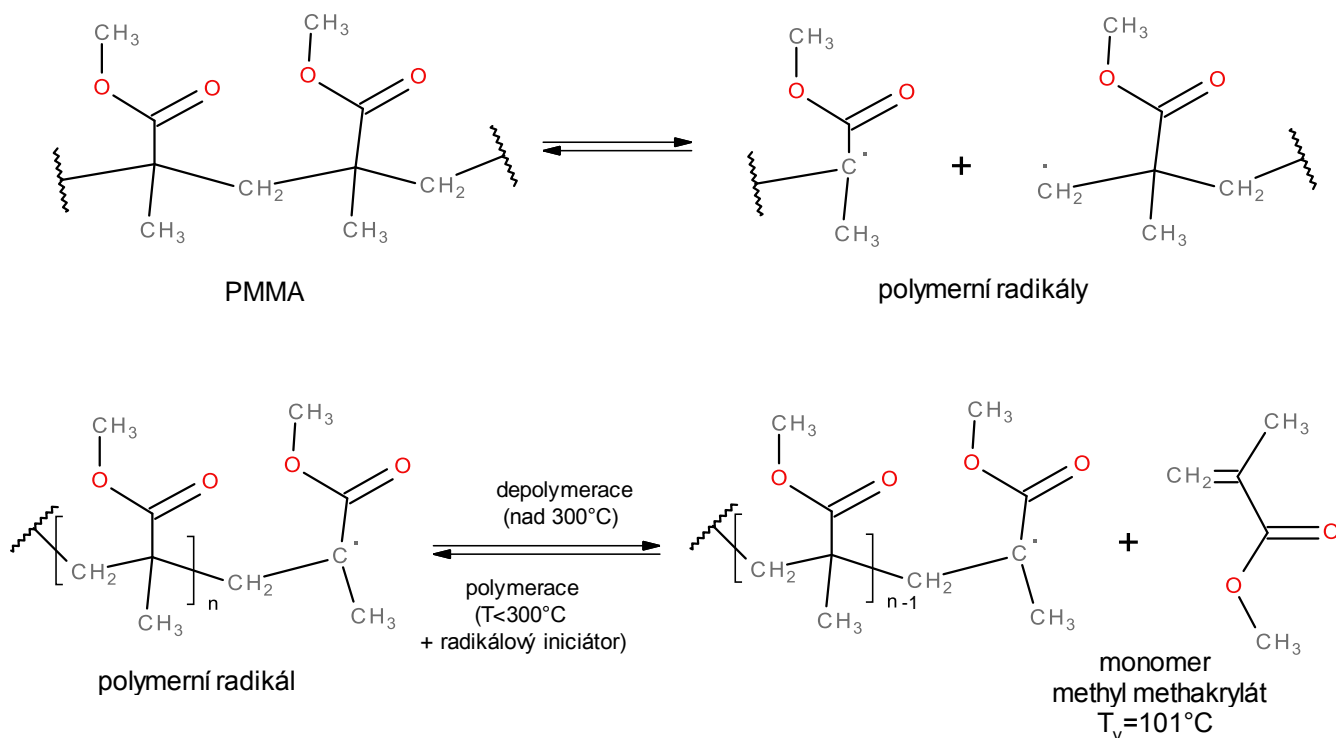
Alternativou k fyzikální recyklaci je u vybraných polymerů recyklace chemická. Její výhodou je příprava čistého monomeru, jehož polymerací se získá opět panenský polymer, který nebyl vystaven degradaci při použití a může být opět využit v původní aplikaci. Nevýhodou je vznik vedlejších produktů, které jsou problematickým odpadem. K chemické recyklaci se tak hodí pouze postupy, které vedou ke vzniku monomerů ve vysokém výtěžku nad 90%. Chemická recyklace může být založena:

a) na katalytickém rozkladu některých polymerů (např. katalyzované hydrolýzy polyamidů a polyesterů, zejm. PET) nebo

b) na tepelné depolymeraci polymerů, zejména těch, které obsahují kvarterní uhlíkové atomy, jako je poly( $\alpha$ -methylstyren) nebo polymethylmethakrylát (PMMA, Plexisklo), které vytvářejí štepěním stabilní terciární radikály. Principem tepelné depolymerace je zahřátí polymeru nad tzv. stropní teplotu, kdy z termodynamických důvodů převažuje depolymerační (depropagační) reakce nad polymerační reakcí (propagací):



V této úloze si vyzkoušíme tepelnou depolymeraci PMMA, která vede k opětovnému získání monomeru methyl methakrylátu (MMA). Prvním krokem depolymerace je náhodné štěpení řetězců, které vede ke vzniku polymerních radikálů, které v druhém kroku podléhají depolymeraci za vzniku monomeru:





Čistota takto získaného MMA je vzhledem k jeho přečištění při destilaci z depolymerujícího PMMA dostatečná i pro opětovnou polymeraci. Tu provedeme pomocí radikálového iniciátoru dibenzoylperoxidu.

### Pomůcky a chemikálie:

- Depolymerace: Zkumavka ~20 ml s pryžovou zátkou, destilační nástavec, jímací zkumavka ~10 ml, gumička, horkovzdušná pistole, polymethylmethakrylát (PMMA)-např. deska.
- Polymerace: 2x zkumavka 5 ml s pryžovou zátkou, dibenzoylperoxid, připravený MMA monomer, špachtle, vodní lázeň 80-90°C, ethanol

### Bezpečnost

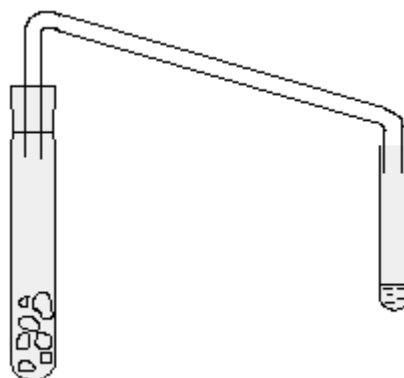
Methylmethakrylát je málo toxická látka. Při depolymeraci však mohou tepelným rozkladem polymeru vznikat i další toxické látky. Práci proto provádějte v dobře větrané digestoři.





Po celou dobu pobytu v laboratoři používejte ochranné brýle.

### Pracovní postup:

9. Plexisklo nadrtíme na malé kousky (nebo odvtáme hobliny) a do zkumavky vložíme přesně zvážené množství PMMA drtě (asi 1-2 g).
10. Zkumavku uzavřeme destilačním nástavcem z gumové zátky a trubičky. Na druhou stranu trubičky umístíme předem zváženou jímací zkumavku a připevníme ji k nástavci gumičkou.



11. Destilační nástavec omotáme kouskem hadříku nebo buničiny namočené ve studené vodě pro lepší chlazení.
12. Zkumavku s PMMA drtí upneme do laboratorního stojanu a začneme ohřívat horkovzdušnou pistolí nařízenou na plný výkon. Pozor na  hořlavé kapaliny v okolí. Pistoli nasměrujeme zespodu zkumavky (co nejbližše dnu  zkumavky), tak aby proudící horký vzduch ohříval stěny celé zkumavky a usnadnila se tak destilace MMA.
13. Při dosažení depolymerační teploty (300-550°C) začne rozklad PMMA, vznikající monomer se ihned odpařuje ( $T_v=101^\circ\text{C}$ ) a kondenzuje na stěnách zkumavky a dále v destilačním nástavci, odkud stéká do jímací zkumavky. Po ukončení vývoje MMA (konec destilace, hnědnutí zbytku PMMA termickým rozkladem) ukončíme zahřívání.
14. Zvážíme zkumavku s najímaným produktem a vypočteme výtěžek depolymerace. Opatrně můžeme čichem identifikovat typický zápach methylmethakrylátu.
15. Nadestilovaný methylmethakrylát rozdělíme na polovinu odlitím do další zkumavky.
16. K odlitému MMA přidáme stříčkou ethanol (3-4 ml), měl by vzniknout čirý roztok. Tímto ověříme nepřítomnost polymeru v námi získaném monomeru.
17. K druhému dílu nadestilovaného MMA přidáme malé množství dibenzoylperoxidu (na špičku špachtle, ~0,5 hm.%)

18. Zkumavku zahřejeme ve vodní lázni s vodou asi na 80-90°C po dobu 30 min.
19. Do zkumavky vstříkneme ethanol (3-4 ml), který vysráží znovuvytvořený PMMA ve formě suspenze. Tím ověříme, že připravený monomer je schopný opětovné polymerace. Z PMMA jsme taky vytvořili pyrolýzou monomer, který jsme opět převedli v polymer PMMA-provedli jsme chemickou recyklaci PMMA.



Při práci se sekundovým lepidlem dejte pozor na potřísnění prstů, na kterých dochází k rychlému vytvrzení lepidla (takto je využíváno i v chirurgii místo šití tkání pomocí nití). Po celou dobu pobytu v laboratoři používejte ochranné brýle.

### Pracovní postup:

#### A. Srážecí nebo roztoková polymerace

1. Do každé z 50 ml kádinek vložím mg. míchadlo.

Do kádinek poté nadávkuje a) 20 ml vody, b) 20ml 10% roztoku kyseliny octové ve vodě, c) 20 ml ethanolu, d) 20 ml cyklohexanu, e) 20 ml diethyletheru, f) 20 ml 10% roztoku kyseliny octové v diethyletheru a g) 20 ml toluenu.

2. Opatrně otevřeme tubu se sekundovým lepidlem (skladovaným v lednici) a do kádinek postupně míchaných na mg. míchačce (jemně aby se tvořil malý vír) za pozorného sledování přikapeme z výšky asi 5-10 cm několik kapek lepidla. Všimáme si rychlosti reakce a tvaru a lepkavosti případně vznikajících polymerních částic a pozorování zapisujeme do tabulky:

Rozpouštědlo	Rychlá polymerace (ANO/NE)	Polymer se sráží (ANO/NE)+	Tvar částic (kulovitý/nepravidelný)	Lepkavost částic (ANO/NE)
voda				
10% CH <sub>3</sub> COOH ve vodě				
ethanol				
cyklohexan				
diethylether				
10% CH <sub>3</sub> COOH v diethyletheru				
toluen				

#### B. Mezifázová aniontová polymerace

1. Do 50 ml kádinky nalijeme 20 ml vody a 20 ml cyklohexanu.

2. Do horní cyklohexanové fáze pak rychle přikapeme asi 0.5 g sekundového lepidla (tubu zvážíme před a po nadávkování). Na rozhraní kapalin se ihned vytváří film polymeru, který můžeme z rozhraní odebírat pomocí špachtle. Polymerace a tvorba polymeru je ukončena v okamžiku spotřebování veškerého monomeru. Polymer lehce promyjeme diethyletherem a osušíme buničinou.

#### C. Test rozpustnosti

1. Rozpustnost malého množství polymeru získaného v předchozích experimentech (~2 mg) otestujeme v a) acetonu, b) ethanolu a c) toluenu vložím do zkumavky a občasným protřepáváním po dobu 15 min.

2. V rozpouštědle nejlépe rozpouštějícím polykvanoakrylát pak vymyjeme všechny kádinky a zkumavky znečištěné polymerem.

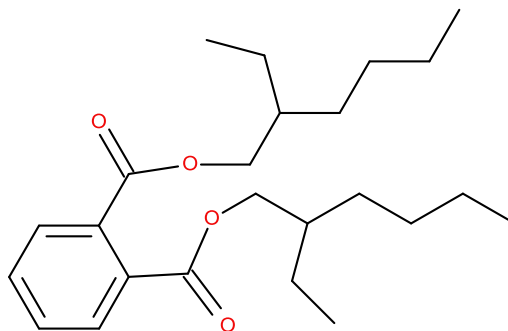
### Otázky:

1. Co způsobilo polymeraci kvanoakrylátu v cyklohexanu a diethyletheru?
2. Polymeroval kvanoakrylát v toluenu?
3. Který z materiálů lze lepit kvanoakrylátovým lepidlem rychleji:
  - a) sklo (bazický povrch)
  - b) dřevo (kyselý povrch)

## STANOVENÍ ZMĚKČOVADLA V PVC

### Úvod:

Polyvinylchlorid se používá buď jako tvrdý plast (např. na výrobu okenních a dveřních ráků) nebo jako měkčený materiál (pro výrobu hadic a podlahových krytin). Princip změkčení, pomocí tzv. změkčovadel, je snížení teploty skelného přechodu ( $T_g$ ) interakcí mezi polymerními řetězci a molekulami změkčovadla. Jako změkčovadla se nejčastěji používají málo těkavé estery organických kyselin, např. dioktylfthalát (DOP), přesněji (2-ethylhexyl)ftalát:



Obsah změkčovadel je poměrně vysoký, běžně desítky procent. Pokles obsahu změkčovadel s časem v důsledku jejich vypocování (migrace) vede k nárůstu  $T_g$  a křehnutí PVC výrobku. Tento proces může v konečné fázi vést až k popraskání výrobku.

V této úloze si vyzkoušíme, jak zpětně stanovit množství změkčovadla v měkčeném PVC.

### Pomůcky a chemikálie:

- kulatá baňka 250 ml, topné hnízdo 250-500 ml, Soxhletův nástavec 100 ml (<http://www.thermofisher.cz/produkty/nastavec-extrakcni-soxhlet-100ml-8293>), zpětný chladič k Soxhletovu nástavci (<http://www.thermofisher.cz/produkty/chladic-kulickovy-k-soxhletovu-extraktoru-100ml-8281>), skleněná patrona s fritou (<http://www.thermofisher.cz/produkty/vlozka-s-fritou-pro-s-100ml>), Erlenmayerova baňka 250 ml, alobal 5x5 cm, Büchnerova nálevka, varné kamínky
- PVC měkčené (gumová hadička, lino apod.), ethanol denaturovaný, aceton, tetrahydrofuran (THF, č. stabilizovaný)

### Bezpečnost

S rozpouštědly pracujte vždy v digestoři. THF používejte vždy stabilizovaný a čerstvý- při delším skladování THF tvoří nebezpečné peroxidy!

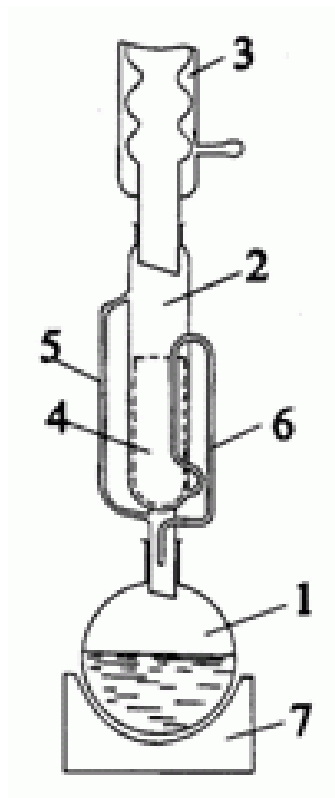
Po celou dobu pobytu v laboratoři používejte ochranné brýle.



### Pracovní postup:

#### A. Extrakce pomocí Soxhletova nástavce

1. Do předem zvážené patrony Soxhletova nástavce navažte přesně asi 1 g měkčeného PVC.
2. Sestavte aparaturu dle obrázku, a shora do nástavce vlijte takové množství acetonu, které bude dostatečné pro naplnění celé patrony, a k tomu přidejte dalších 100 ml. Nezapomeňte vložit do baňky varný kamínek.
3. Zapojte vodu chladiče.
4. Ponechte zkontrolovat aparaturu vedoucím práce
5. Zapněte topné hnízdo a nastavte ho opatrně tak, aby rozpouštědlo intenzivně vřelo a kondenzovalo na chladiči.
6. Ponechte PVC extrahovat po dobu 1 h od počátku varu.
7. Patronu s extrahovaným PVC vysušte v sušárně při 80 °C po dobu 30 min.
8. Patronu zvažte a z rozdílů hmotností PVC před a po extrakci změkčovadla vypočítejte hmotnostní zlomek změkčovadla v původním vzorku PVC.



**Schéma aparatury:** 1. Varná baňka s rozpouštědlem, 2. Tělo extraktoru 3. Zpětný chladič 4. Patrona pro vložení extrahovaného vzorku, 5. Propojka pro páry rozpouštědla 6. Přepad 7. Topné hnízdo

### B. Extrakce přesrážením roztoku PVC

1. Do 250 ml Erlenmayerovy baňky navažte přesně asi 1 g měkčeného PVC, přidejte 40 ml THF a baňku uzavřete kouskem alobalu.
2. Baňku za míchání (nebo třepání) zahřívejte v horké vodě (asi 50°C) pro urychlení rozpouštění PVC.
3. Po úplném rozpuštění vzorku přidejte 100 ml ethanolu pro vysrážení PVC.
4. Filtrací pomocí Büchnerovy nálevky oddělte PVC od extraktu.
5. Vysušte PVC v sušárně při 80°C po dobu asi 30 min.
6. Po ochlazení PVC zvažte a z rozdílů hmotností před a po extrakci změkčovadla vypočtěte hmotnostní zlomek změkčovadla v původním vzorku.

### Závěr

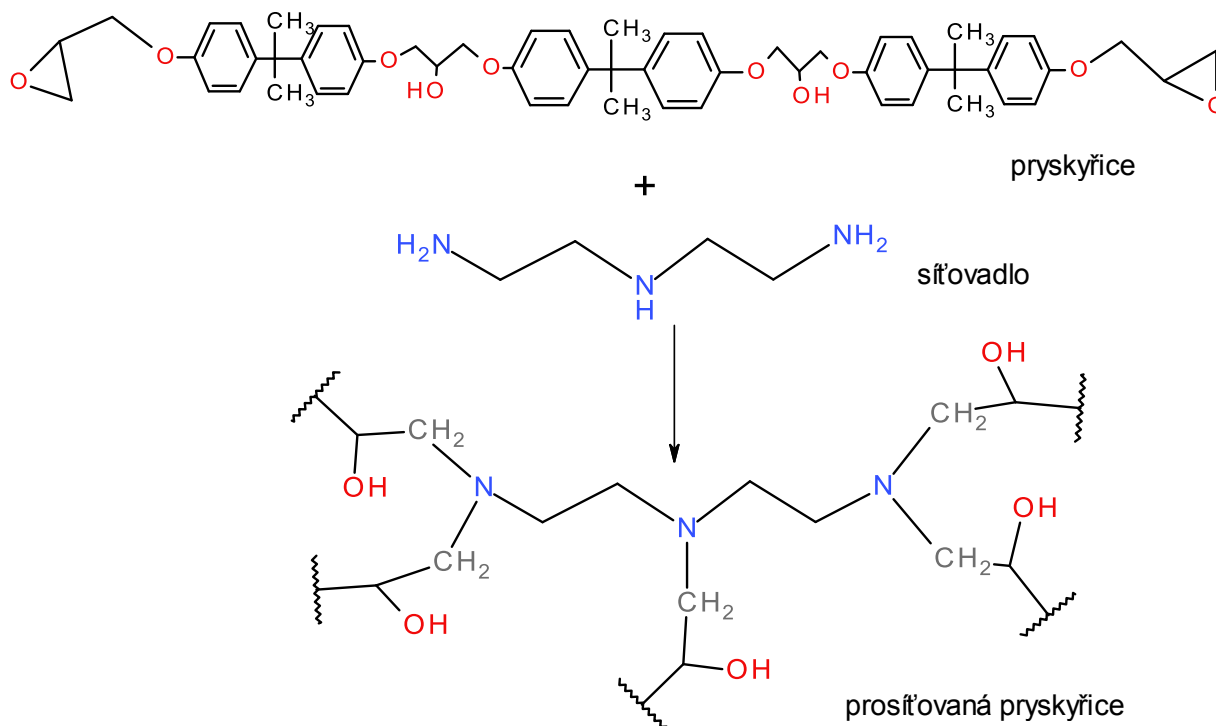
Po vyhodnocení hmotnostního úbytku u obou metod (extrakce a srážení) je porovnejte mezi sebou. Zkuste odhadnout, proč se výsledná hodnota u obou postupů liší a která z hodnot je správnější?

# VYTVRZOVÁNÍ EPOXIDOVÉ PRYSKYŘICE

## Úvod:

Epoxidové pryskyřice mají výbornou adhezi k jiným materiálům a po vytvrzení se stávají nerozpustnými a netavitelnými. Tato vlastnost je předurčující k využití ve formě lepidel a tmelů.

Nejběžněji se tyto pryskyřice připravují reakcí Bisfenolu A a epichlorhydrinem. (viz. pracovní list ZÁKLADNÍ SYNTETICKÉ REAKTOPLASTY II.) Vytvrzení pryskyřice je dosaženo prosífováním pomocí vícefunkčních činidel, často aminů:



V této práci budeme sledovat časový průběh síťování epoxidové pryskyřice (lepidla).

## Pomůcky a chemikálie:

Dvousložkové epoxidové lepidlo (30 min, např. <http://www.5m.cz/userfiles/file/Lepidla%20CZ/TL%20LH%20186%20-%20Cz.pdf>), párátko, hliníkové mističky (<http://www.verkon.cz/miska-hlinikova-na-vzorky>), plastové stříkačky 10 ml (na jedno použití) opatřené 10 cm PE hadičkami (<http://www.merci.cz/zbozi/z1331588780406-hadice-transparentni-pe-46-mm/>), hliníková folie, olej, stopky, termočlánek, (<http://www.ikea.com/cz/cs/catalog/products/20103016/?query=fantast>), skleněná tyčinka nebo špachtle

## Bezpečnost

Při práci dodržujte bezpečnostními pokyny výrobce pryskyřice. Se získanými produkty naložte dle pokynu vyučujícího.

Po celou dobu přítomnosti v laboratoři používejte ochranné brýle.



## Pracovní postup:

1. Teploměr potřete lehce silikonovým olejem a zabalte do kousku alobalu (aby šel vyjmout z pryskyřice po ztuhnutí). Nepoužívejte teploměr k míchání reakční směsi.
2. Do mističky nadávkujte pomocí stříkaček s PE hadičkami asi 15 ml epoxidové pryskyřice (6–8 ml každé komponenty). Dbejte na to, abyste každou složku lepidla navažovali čistou stříkačkou, aby nedošlo ke vzájemné kontaminaci výchozích složek.



3. Obě komponenty **důkladně** zamíchejte špachtlí, přičemž se snažte zabránit vzniku vzduchových bublinek v pryskyřici. Začněte měřit čas.
4. Odeberte trochu vzorku do druhé mističky, tak aby vznikla jen tenká vrstva lepidla.
5. Do stojanu upevněte teploměr, zapište pokojovou teplotu, teploměr vnořte do mističky s většinou pryskyřice a zapište počáteční teplotu. Očistěte špachtli.
6. V intervalu 2-3 min odečítejte teplotu na teploměru a sledujte viskozitu pryskyřice v obou miskách pomocí párátko (jak snadno lze vnořit do pryskyřice, kolik pryskyřice na něm ulpí, lepivost), Údaje zapisujte do následující tabulky:

Čas (min)	Teplota (°C)	Viskozita

7. Po dosažení teplotního maxima sledujte průběh reakce ještě asi 20-30 min, pak vyjměte teploměr. Vyneste teplotní data do grafu.

#### Otázky:

1. Jak si odpovídají teplotní záznam a průběh viskozity (párátkový vpichovací test)?
2. Vytvrdilo se 30 minutové lepidlo zcela během 30 min?
3. Liší se průběh sífování v závislosti na množství vytvrzované pryskyřice?
4. Proč jsou obě složky lepidla baleny zvlášť?