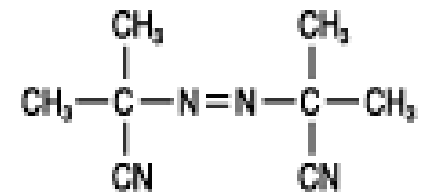


Sintesi del POLISTIRENE in MASSA e in EMULSIONE

1° e 2° giorno

PURIFICAZIONE DELL'AIBN



AIBN
[2,2'-Azobis-isobutyronitrile]

Apparecchiatura

Piastra riscaldante, stativo, imbuto con sostegno ad anello, agitatore magnetico, 2 becker, filtri a pieghe, cilindro graduato, vetrino da orologio, pipette Pasteur.

Materiale

Metanolo, AIBN

Procedura

Portare ad ebollizione, su piastra, circa 50 ml di metanolo.

Pesare 2 g di AIBN e scioglierli nel metanolo bollente, sotto agitazione (con ancorotta).

Filtrare su filtro a pieghe.

Lasciare raffreddare a temperatura ambiente e successivamente in frigorifero per 2 h.

Rimuovere il metanolo e lavare con altri 2-3 ml di metanolo.

Lasciar asciugare sotto cappa, pesare per determinare la resa.

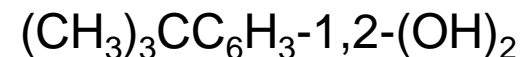
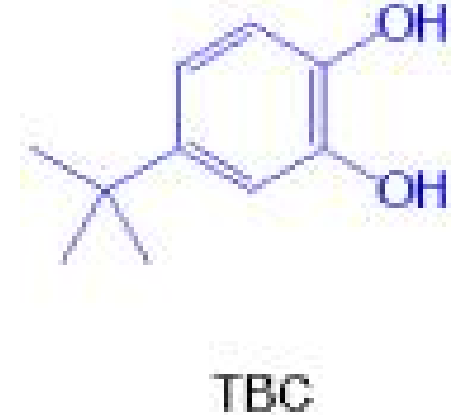
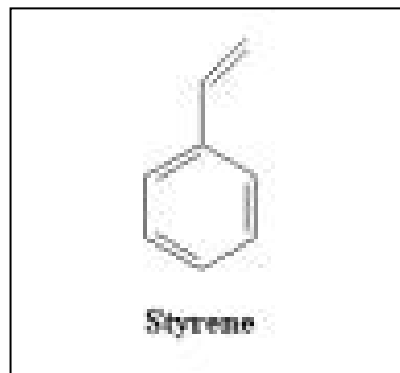
L'AIBN è un iniziatore radicalico molto diffuso, a seguito della sua decomposizione per via termica si formano una molecola stabile di azoto e due radicali liberi che danno inizio alla reazione di polimerizzazione.

Il suo tempo di dimezzamento è 25 h a 60 °C e 50 h a 50 °C

Ha una costante di dissociazione K_d , determinata a 60 °C in benzene, di $0.85 \cdot 10^5 \text{ sec}^{-1}$ e un'energia di attivazione per la decomposizione E_d di 129 KJ/mol.

1° e 2° giorno

PURIFICAZIONE DELLO STIRENE



Apparecchiatura

Colonna per la rimozione del terbutilcatecolo (stativo e pinza); becker 100 ml, beuta 100 ml con tappo, imbutino.

Materiale

Stirene stabilizzato con TBC, acetone.

Procedura

Passare 100 ml di stirene su colonna e raccoglierlo in contenitore da 100 ml con tappo.

Conservare (*sotto azoto*) in frigorifero.

Lavare la colonna con acetone (~ 100 ml) fino a completa eliminazione dello stirene.

Lasciar asciugare la colonna sotto cappa.

1° e 2° giorno tutti i GRUPPI

GOOCH a PESO COSTANTE

Apparecchiatura

Gooch, stufe, essiccatore, pinza.

Procedura

- 1- Pulire accuratamente i Gooch, metterli in stufa a circa 110-120 °C per 30 min
- 2- Mettere i Gooch in stufa a 60°C per 30 min
- 3- Mettere i Gooch in essiccatore per circa 15 min
- 4- Pesare i Gooch utilizzando la bilancia analitica
- 5 – Ripetere le operazioni 2-4 sino peso costante



POLIMERIZZAZIONE DELLO STIRENE IN MASSA SINTESI

Apparecchiatura

Piastra riscaldante e agitante, bagno d'acqua con agitatore magnetico, termometro, pallone a 3 colli da 50 ml con agitatore magnetico, tappo, 2 portagomma con collo smerigliato di cui uno collegato all'azoto e l'altro ad un becker con acqua, pipetta 10 ml, 3 pinze (di cui 2 gialle), cilindro 100 ml.

Materiale

Stirene purificato dall'inibitore, AIBN, N_2 , toluene

Procedura

Portare il bagno alla temperatura di 80°C .

Pesare **100** mg di AIBN e trasferire in pallone tenuto sotto flusso di azoto.

Introdurre 20 ml di stirene con pipetta da 10 ml e immergere il pallone nel bagno ad acqua lasciando solo un leggero flusso di azoto.

Dopo 1h di reazione togliere il pallone dal bagno, aggiungere eventualmente alcuni ml di toluene (per aiutarsi a trasferire) e agitare.



POLIMERIZZAZIONE DELLO STIRENE IN MASSA SINTESI

Apparecchiatura

Piastra riscaldante e agitante, bagno d'acqua con agitatore magnetico, termometro, pallone a 3 colli da 50 ml con agitatore magnetico, tappo, 2 portagomma con collo smerigliato di cui uno collegato all'azoto e l'altro ad un becker con acqua, pipetta 10 ml, 3 pinze (di cui 2 gialle), cilindro 100 ml.

Materiale

Stirene purificato dall'inibitore, AIBN, N_2 , toluene

Procedura

Portare il bagno alla temperatura di 80°C .

Pesare 250 mg di AIBN e trasferire in pallone tenuto sotto flusso di azoto.

Introdurre 20 ml di stirene con pipetta da 10 ml e immergere il pallone nel bagno ad acqua lasciando solo un leggero flusso di azoto.

Dopo 1h di reazione togliere il pallone dal bagno, aggiungere eventualmente alcuni ml di toluene (per aiutarsi a trasferire) e agitare.

POLIMERIZZAZIONE DELLO STIRENE IN MASSA

PRECIPITAZIONE

Apparecchiatura

pipetta Pasteur, becker 600 ml, agitatore magnetico, piastra agitante, gooch G4 (portato a peso costante in stufa a 60°C), beuta codata, pompa ad acqua, spatola, pipetta 10 ml, stufa.

Materiale

Etere di petrolio

Procedura

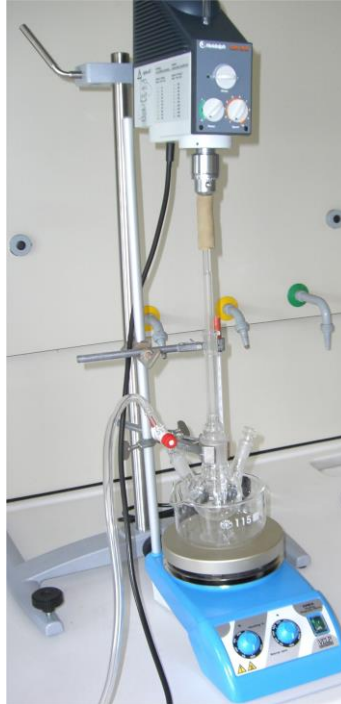
Preparare un becker contenente 300 ml di etere di petrolio sotto agitazione su piastra magnetica e precipitarvi molto lentamente (con pipetta Pasteur) la miscela contenente stirene, polistirene ed eventualmente toluene.

Al termine spegnere l'agitazione e lasciare riposare almeno mezz'ora.

Montare l'impianto di filtrazione collegandolo alla pompa ad acqua e filtrare il precipitato su gooch. Lavare più volte con etere di petrolio.

Lasciare asciugare prima sotto cappa (e infine in stufa a 60°C) fino a peso costante.

tutti i GRUPPI



POLIMERIZZAZIONE DELLO STIRENE IN EMULSIONE

Apparecchiatura

piastra riscaldante e agitante, bagno d'acqua con agitatore magnetico, termometro, pallone 100 ml a 3 colli, 1 rubinetto laterale, 1 tappo 14/19, agitatore in vetro con guida, motore per agitazione meccanica, becker 100 ml, pipetta 10 ml, 2 becker 250 ml, 2 agitatori magnetici, gooch G4 (portato a peso costante in stufa a 60°C sotto vuoto), beuta codata, pompa ad acqua, spatola, 3 pinze, cilindro 20 ml, pipetta Pasteur, stufa.

Materiale

stirene purificato dall'inibitore, acqua deionizzata, sodio lauril solfato, potassio persolfato, sodio idrogeno fosfato, solfato di alluminio, metanolo.

Procedura

- Portare il bagno d'acqua a 70°C.
- Preparare in becker una soluzione con: 25 mg di persolfato di potassio, 10 mg di Na_2HPO_4 , 300 mg di sodio lauril solfato, 20 ml di acqua deionizzata. A solubilizzazione completa trasferire la miscela nel pallone a tre colli immerso nel bagno a 70°C e flussare abbondantemente azoto.
- Introdurre 10 ml di stirene in presenza di forte agitazione meccanica. Chiudere il pallone e interrompere il flusso di azoto.
- Dopo 1 ora e 30 min interrompere la reazione e, con una Pasteur, trasferire l'emulsione in 200 ml di soluzione al 2.5% di solfato di alluminio sotto forte agitazione. Portare all'ebollizione sempre sotto agitazione ed infine lasciare raffreddare e decantare.
- Filtrare su gooch con pompa ad acqua.
- Trasferire il filtrato in becker contenente 200 ml di metanolo, agitare per qualche minuto e filtrare nuovamente sullo stesso gooch.
- Asciugare prima sotto cappa e infine in stufa a 60°C.
- Pesare per determinare la resa.

Determinare le % dei vari componenti di reazione

GRUPPI A, C

Procedura

- Portare il bagno d'acqua a 70°C.
- Preparare in becker una soluzione con: 25 mg di persolfato di potassio, 10 mg di Na_2HPO_4 , 450 mg di sodio lauril solfato, 20 ml di acqua deionizzata. A solubilizzazione completa trasferire la miscela nel pallone a tre colli immerso nel bagno a 70°C e fluxare abbondantemente azoto.
- Introdurre 10 ml di stirene in presenza di forte agitazione meccanica. Chiudere il pallone e interrompere il flusso di azoto.
- Dopo 1 ora e 30 min interrompere la reazione e, con una Pasteur, trasferire l'emulsione in 200 ml di soluzione al 2.5% di solfato di alluminio sotto forte agitazione. Portare all'ebollizione sempre sotto agitazione ed infine lasciare raffreddare e decantare.
- Filtrare su gooch con pompa ad acqua.
- Trasferire il filtrato in becker contenente 200 ml di metanolo, agitare per qualche minuto e filtrare nuovamente sullo stesso gooch.
- Asciugare prima sotto cappa e infine in stufa a 60°C.
- Pesare per determinare la resa.

Determinare le % dei vari componenti di reazione

Frazionamento del POLISTIRENE

Metodo per determinare la distribuzione del peso molecolare nei polimeri, basato sul fatto che i polimeri a più alto peso molecolare sono meno solubili di quelli a peso molecolare più basso.

Massa GRUPPI A,C

Emulsione GRUPPO B

Per verificare effettivamente quanto il polimero finale fosse disperso, esso può essere frazionato per precipitazione con non solvente e di ogni frazione si determina la viscosità. Operando a temperatura costante, la precipitazione frazionata avviene in funzione del peso molecolare.

Apparecchiatura

Becker da 600 ml, ancoretta, cilindro da 100 ml, spatola, 3 capsule di Petri.

Materiale

Etere di petrolio, toluene

Procedura

Scogliere 1-2 g di polimero in 100 ml di toluene quindi per successive aggiunte di etere (50 ml per volta) far precipitare 3 frazioni che vengono recuperate e seccate.

J. R. M. Cantow Ed., "Polymer Fractionation", Academic Press, New York, 1967, Chap. B1.

Riportare i risultati nella seguente tabella:

Frazione N°	Quantità g	$[\eta]$ gr/dl	Tg °C
1			
2			
3			
TOTALE PS			

- C'è una frazione che ha una % in peso maggioritaria rispetto alle altre?
- Questo cosa dimostra sulla dispersione del polimero?
- C'è una frazione che ha le caratteristiche del polimero globale?
- Come varia la viscosità intrinseca passando dalla prima all'ultima frazione?
- Se avessimo determinato l'indice di dispersione delle frazioni (con la GPC) questo come sarebbe stato?

