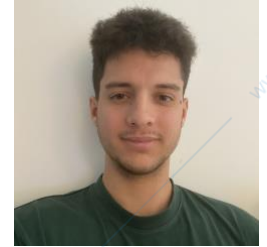


NOME: Giuliano Giangreco 885993

Gruppo di lavoro 20 (Giuliano Giangreco, Ludovica Dissegna)



TITOLO:

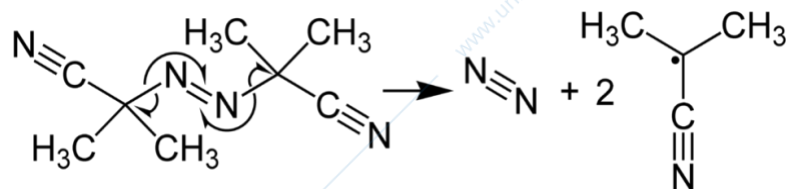
Sintesi radicalica di polistireni (atattici) con differenti concentrazioni di iniziatore

OBBIETTIVO:

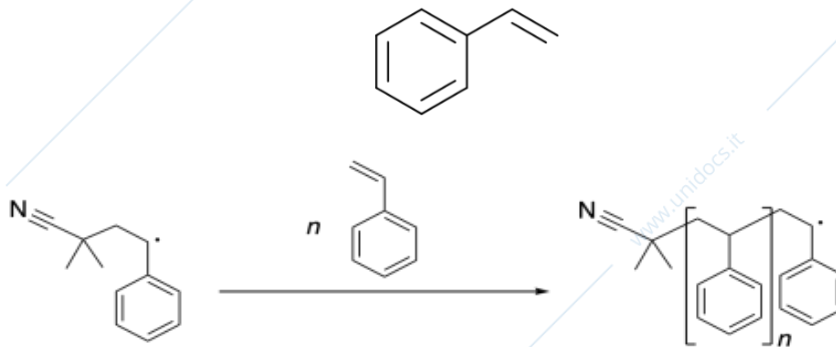
Sintetizzare il polistirene (atattico) per via radicalica con differenti concentrazioni di iniziatore (AIBN) per alterarne il grado di polimerizzazione e quindi le proprietà fisiche e meccaniche.

INTRODUZIONE:

L'iniziatore utilizzato per la polimerizzazione è l'azo-bis-isobutirronitrile (AIBN) una molecola solubile in alcoli che si decompone a 40 °C formando due radicali cruciali per l'inizio della polimerizzazione (la decomposizione può essere accelerata raggiungendo temperature tra i 70 °C e 80°C).



Il monomero che viene usato per la polimerizzazione è lo stirene, un idrocarburo aromatico con la presenza di un gruppo vinilico molto reattivo che reagirà con l'iniziatore e sarà il centro di propagazione della polimerizzazione.

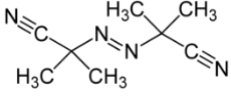
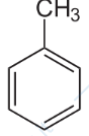
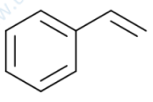
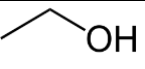


Essendo la polimerizzazione radicalica la quantità di iniziatore presente nell'ambiente di reazione influenzerà estremamente le caratteristiche del polimero, in particolare il suo grado di polimerizzazione DP:

$$\overline{DP} = \frac{k_{propagazione} [M]}{k_{terminazione} \sqrt{\frac{k_{dissociazione}}{k_{terminazione}} n f [I]}} \alpha$$

Le differenze nel grado di polimerizzazione provoca conseguenzialmente una differenza nelle masse molecolari delle catene polimeriche sintetizzate, queste differenze sono apprezzabili e misurabili attraverso tecniche di analisi come la viscosimetria e la GPC e conferiscono ai polimeri le loro proprietà fisiche e meccaniche.

TABELLA REAGENTI:

| Reagenti | CAS | Peso molecolare g/mol | Massa g | Moli mmol | Densità g/cm ³ (c.s.) | T _{fusione} T _{ebollizione} °C | Frasi H |
|---|-----------|-----------------------|---------|-----------|----------------------------------|---|---------------------------|
|  AIBN | 78-67-1 | 164,21 | 0,087 | 0,530 | 1,1 | 103-105 236,2 | 242 302 332 412 |
|  Toluene | 108-88-3 | 92,14 | 8,7 | 94,4 | 0,87 | -95,0 110,6 | 225 315 373 304 336 |
|  Stirene | 100-42-5 | 104,15 | 13,59 | 103,5 | 0,906 | -31 145 | 226 332 315 319 372 |
|  Etanolo | 200-578-6 | 46,07 | 39,45 | 856,3 | 0,789 | -114,3 78,4 | 225 301 319 |

MATERIALI E STRUMENTAZIONE:

Piastra riscaldante, Vertex, becher 150 ml e 600 ml, 3 provette da saggio, propipetta, pipette graduate 5 ml e 10 ml, ancorette magnetiche, pipette Pasteur.

PROCEDURA SPERIMENTALE:

- Preparare 10 ml di soluzione di 2,2-azo-bis-isobutirritrile in toluene allo 1% in peso avendo particolare cura di dissolvere completamente l'AIBN.
- Preparare tre soluzioni in tre provette con i reagenti che seguono (calcolando le percentuali v/v partendo dal volume del monomero):
 - Campione 1: 5 ml Stirene, 10% v/v di soluzione di AIBN e 40% v/v di toluene
 - Campione 2: 5 ml Stirene, 25% v/v di soluzione di AIBN e 25% v/v di toluene
 - Campione 3: 5 ml Stirene e 50% v/v di soluzione di AIBN.
- Dopo aver aggiunto le ancorette magnetiche tenere sotto agitazione le soluzioni in un bagno d'acqua ad 80 °C per 4 ore controllando la temperatura tramite Vertex.
- Trasferire con cura il contenuto di ogni provetta tramite pipetta Pasteur in un becher contenente 50 ml di etanolo. Durante la precipitazione raccogliere il polimero con una spatolina di acciaio e depositarlo su vetro da orologio. Completare la precipitazione del polimero aggiungendo altro etanolo.
- Lasciar asciugare il polimero sintetizzato per una notte in stufa.

CALCOLI E DATI SPERIMENTALI:

- Calcoli per la soluzione di AIBN:

$$d_{\text{toluene}} = 0,87 \text{ g/ml}$$

$$V_{\text{toluene}} = 10,0 \text{ ml}$$

$$m_{\text{toluene}} = 0,87 \text{ g/ml} * 10 \text{ ml} = 8,7 \text{ g}$$

$$m_{\text{AIBN}} = 1/100 * 8,7 \text{ g} = 0,087 \text{ g}$$

- Calcoli volumi di soluzione da utilizzare in ogni campione:

- ◆ Campione 1:

$$V_{\text{AIBN}} = 5/100 * 10 \text{ ml} = 0,5 \text{ ml}$$

$$V_{\text{toluene}} = 5/100 * 40 \text{ ml} = 2 \text{ ml}$$

- ◆ Campione 2:

$$V_{\text{AIBN}} = 5/100 * 25 \text{ ml} = 1,25 \text{ ml}$$

$$V_{\text{toluene}} = 5/100 * 25 \text{ ml} = 1,25 \text{ ml}$$

- ◆ Campione 3:

$$V_{\text{AIBN}} = 5/100 * 50 \text{ ml} = 2,5 \text{ ml}$$

- Calcoli resa:

$$M_{\text{u.m. PS}} = 104,0 \text{ g/mol}$$

$$d_{\text{stirene}} = 0,91 \text{ g/ml}$$

$$m_{\text{stirene}} = d_{\text{stirene}} * V_{\text{stirene}} = 0,91 \text{ g/ml} * 5 \text{ ml} = 4,55 \text{ g}$$

$$n_{\text{stirene iniziali}} = 4,55 \text{ g} / 104,0 \text{ g/mol} = 0,044 \text{ mol}$$

$$m_{\text{PS1}} = 1,43 \text{ g} \rightarrow n_{\text{PS1}} = 1,43 \text{ g} / 104,0 \text{ g/mol} = 0,0138 \text{ mol}$$

$$m_{\text{PS2}} = 1,71 \text{ g} \rightarrow n_{\text{PS2}} = 1,71 \text{ g} / 104,0 \text{ g/mol} = 0,0164 \text{ mol}$$

$$m_{\text{PS3}} = 2,41 \text{ g} \rightarrow n_{\text{PS3}} = 2,41 \text{ g} / 104,0 \text{ g/mol} = 0,0232 \text{ mol}$$

$$R_{\text{PS1}} = 0,0138 \text{ mol} / 0,044 \text{ mol} * 100 = 31,5 \%$$

$$R_{\text{PS2}} = 0,0164 \text{ mol} / 0,044 \text{ mol} * 100 = 37,5 \%$$

$$R_{\text{PS3}} = 0,0232 \text{ mol} / 0,044 \text{ mol} * 100 = 53,0 \%$$

OSSERVAZIONI E CONCLUSIONI:

- Durante l'esperienza è cruciale non scambiare le pipette utilizzate per le diverse operazioni al fine di evitare contaminazione tra i vari campioni.
- Visto l'utilizzo di solventi organici molto volatili è necessario svolgere tutti i passaggi sotto cappa.
- A seguito delle quattro ore di agitazione all'interno delle provette la soluzione contenente il polistirene si presenta trasparente e molto viscosa, ciò ha reso difficoltoso rimuovere il polistirene dalle provette andando così ad incidere sulla resa.
- La precipitazione del polimero all'interno dell'etanolo è istantanea: il prodotto si presenta come un solido molto malleabile e bianco. È apprezzabile la differente morbidezza dei campioni, caratteristica influenzata dalla quantità di AIBN presente nell'ambiente di reazione che ha portato alla formazione di catene polimeriche di lunghezza differente, più precisamente nel campione 3, il più morbido, sono presenti le catene più corte. Ciò può essere confermato con l'analisi viscosimetrica oppure tramite GPC.
- Dopo aver rimosso il polimero agglomeratosi istantaneamente è possibile osservare nell'etanolo altri oligomeri del polistirene estremamente più morbidi del polimero che non è stato possibile rimuovere e che hanno ridotto la resa della reazione.