

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGANICA II PROYECTO FINAL.- SÍNTESIS DE POLIMEROS

Nombre del estudiante: _____
Prof. Ernesto Rivera García

El proyecto estará dividido en 3 prácticas-proyecto:

PRACTICA-PROYECTO I.- POLIMERIZACIONES EN CADENA

- a) Síntesis de poli(metacrilato de metilo)
- b) Síntesis de poliestireno

PRACTICA-PROYECTO II.- POLICONDENSACIONES

- a) Síntesis de polietilentereftalato (PET)
- b) Síntesis de gliptal
- c) Síntesis de una poliamida o nylon

PRACTICA-PROYECTO III.- RESINAS Y POLIMEROS π -CONJUGADOS

- a) Síntesis de resinas fenol-formaldehído (bakelita)
- b) Síntesis de politiofeno

Cada alumno deberá traer 5 tubos de ensayo para la realización de las practicas, es decir 10 tubos por equipo. Esto debido a que en algunos casos los tubos no se podrán recuperar.

El reporte global de la práctica se entregará por equipos de dos personas, en este caso será un macro-reporte y equivaldrá a 3 reportes ordinarios, es decir, 25% de la calificación final de esta asignatura.

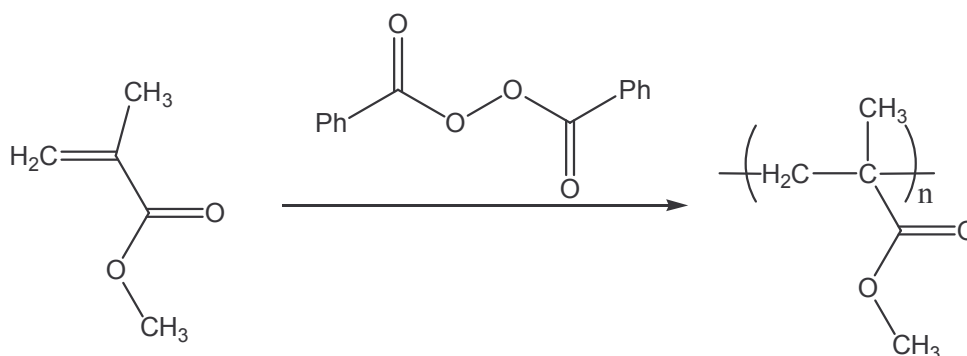
Al final del proyecto se hará un examen global sobre química de polímeros, el cuál se realizará en clase y tendrá un valor equivalente al de 3 exámenes de laboratorio.

El alumno deberá leer debidamente el protocolo de las prácticas-proyecto para acelerar el desarrollo de las prácticas.

PARTE I.- POLIMERIZACIONES EN CADENA

a) Síntesis de poli(metacrilato de metilo)

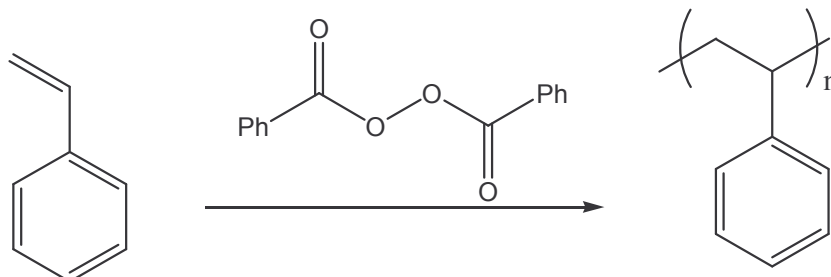
Material	Reactivos
1 tubo de ensayo 1 baño maría eléctrico con conexión papel aluminio baño de hielo	metacrilato de metilo 20 ml peróxido de benzoilo 0.09g solución metanólica de hidroquinona al 1% 5 gotas



En un tubo de ensayo coloque 20 ml de metacrilato de metilo ($d = 0.936$) recién destilado, agregue 0.2% de peroxido de benzoilo (0.09g) en solución de metacrilato de metilo. Caliente el tubo a baño maría durante 30 min, teniendo cuidado de tapar el tubo con papel aluminio. Una vez terminado el tiempo de reacción, enfríe en baño de hielo y agregue 5 gotas de solución metanólica de hidroquinona al 1%.

b) Síntesis de poliestireno

Material	Reactivos
1 vaso de precipitados 100ml parrilla de calentamiento pinzas para tubo de ensayo agitador de vidrio largo papel aluminio	estireno 12-15 ml peroxido de benzoilo 0.35g

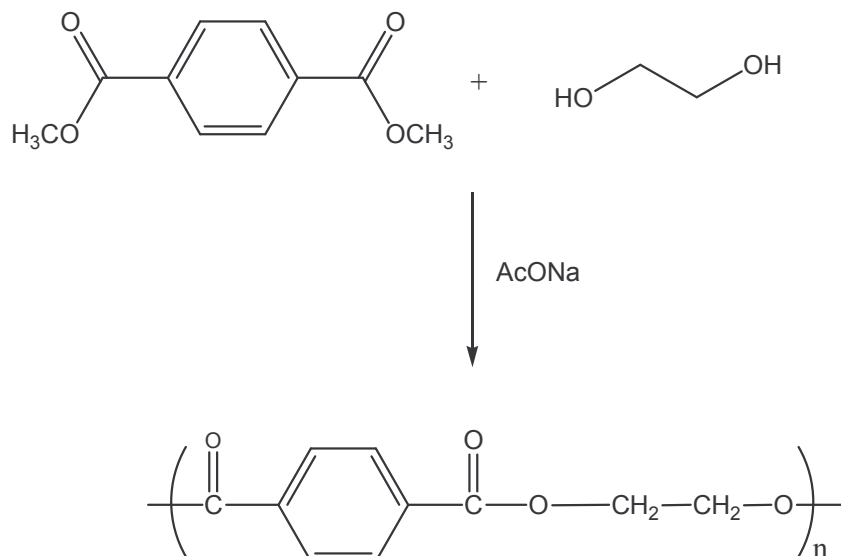


En un vaso de precipitados de 100 ml coloque de 12 a 15 ml de estireno y adicione 0.35g de peroxido de benzoilo. Caliente la mezcla en una parrilla hasta que la mezcla se vuelva amarilla. Cuando el color desaparezca y la mezcla comience a burbujear, retire el vaso de la parrilla porque la reacción es exotérmica (use pinzas o guante). Una vez que la reacción se tranquilice, ponga de nuevo el vaso en la parrilla y continúe calentando hasta que el liquido se vuelva viscoso como jarabe. Introduzca un agitador de vidrio largo en el polímero, y jale un filamento o hilo del vaso. Si el hilo se puede romper limpiamente después de unos segundos de enfriamiento, el poliestireno está listo para usarse, si no, continúe calentando la mezcla y repita este procedimiento hasta que el filamento se rompa fácilmente.

PARTE II.- POLICONDENSACIONES

a) Síntesis de Polietilentereftalato (PET)

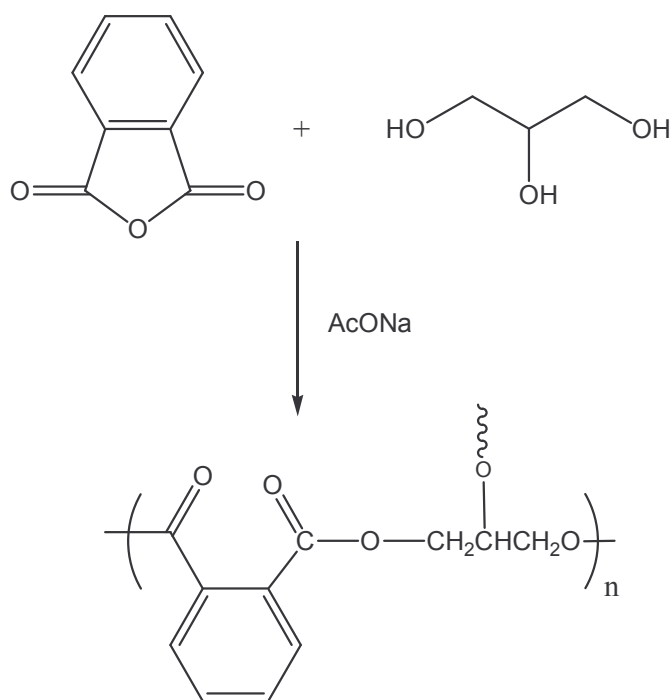
Material	Reactivos
1 tubo de ensayo tela de asbesto anillo metálico mechero pinzas para tubo de ensayo papel aluminio	tereftalato de dimetilo 5g etilénglicol 1.5 ml acetato de sodio 0.05g



En un tubo de ensayo coloque 5g de tereftalato de dimetilo y 1.5 ml de etilenglicol (d = 1.113) y 0.05g de acetato de sodio. Inicie el calentamiento suave a través de la tela de asbesto hasta fundir ambos reactantes, continúe el calentamiento hasta que el metanol escape por evaporación. Una vez completada la reacción, vierta el polímero obtenido en un recipiente de papel aluminio.

b) Síntesis de Gliptal

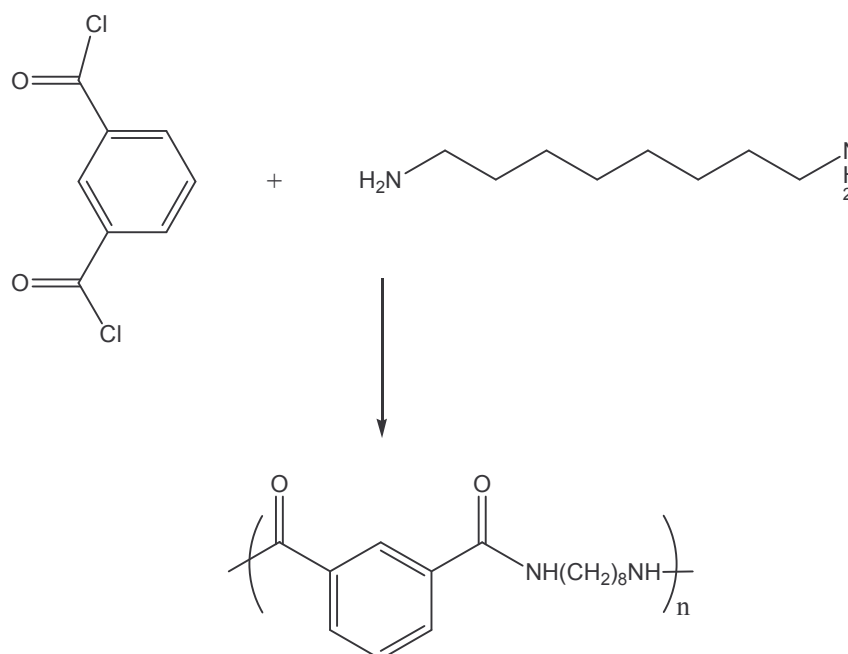
Material	Reactivos
1 tubo de ensayo pinzas para tubo de ensayo tela de asbesto anillo metálico mechero papel aluminio	anhídrido ftálico 1g glicerina 0.4g acetato de sodio 0.05g



Coloque 1g de anhídrido ftálico y 0.05 g de acetato de sodio en un tubo de ensayo, agregue 0.4 g de glicerina. Cubra el tubo con papel aluminio haciendo pequeñas perforaciones en el aluminio. Sostenga el tubo con una pinza y caliéntelo a la flama. Caliente el tubo suavemente hasta que la solución parezca hervir (se elimina agua durante la esterificación), continúe calentando durante 5 minutos. Una vez completada la reacción, en caliente, vierta el polímero obtenido sobre un recipiente hecho de papel aluminio

b) Síntesis de una poliamida o nylon (Polimerización interfacial)

Material	Reactivos
1 vaso de precipitados 50 ml gancho de alambre de cobre papel aluminio	octametildiamina (sol. ac. 5%) 5ml cloruro de isoftaloilo (sol. CHCl ₃ 8%) 10ml NaOH 20%

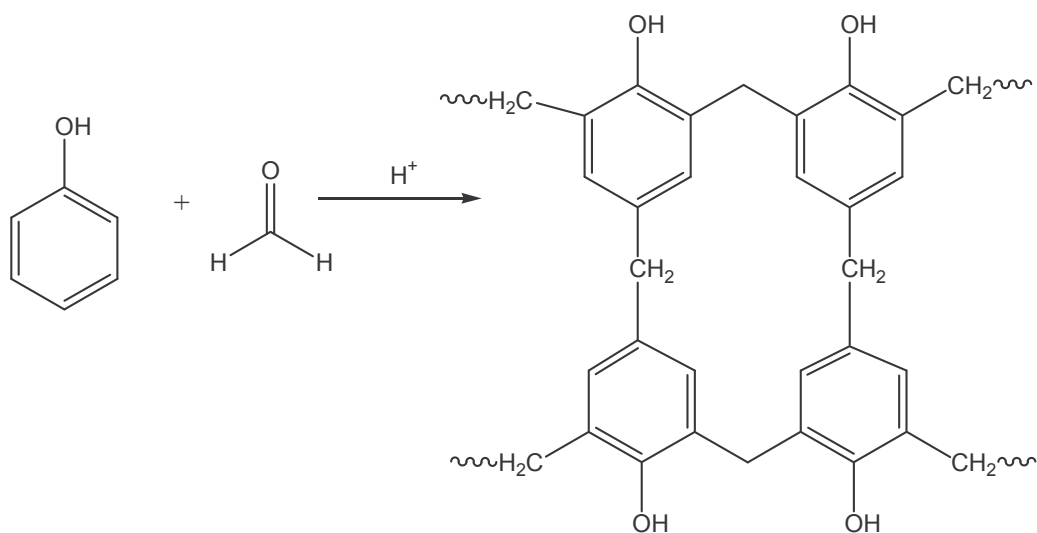


En un vaso de precipitados de 50 ml coloque 5ml de una solución acuosa de octametildiamina al 5%. Adicione 10 gotas de una solución de hidróxido de sodio al 20%. Agregue cuidadosamente 10 ml de una solución de cloruro de isoftaloilo al 8% in cloroformo, deslizándola por las paredes del vaso. Dos fases se van a formar y habrá una formación inmediata de una película de polímero en la interfase liquido-liquido. Utilizando un gancho de alambre de cobre (un fragmento de 6 pulgadas de alambre de cobre, plegado en un extremo), libere suavemente las paredes del vaso del hilos de polímero adherido. Luego, inserte el gancho en el centro de la masa, y jale suavemente el hilo de manera que la poliamida se forme continuamente produciendo una cuerda que puede alargarse por varios pies. Esta tira puede romperse empujándola rápido. Enjuague la cuerda obtenida varias veces con agua y póngala en una toalla de papel a secar. Con el gancho de cobre, agite vigorosamente el resto del sistema bifásico para formar mas polímero. Decante el liquido y lave el polímero con agua, permita que le polímero se seque y no deseche el nylon en la tarja, use un contenedor especial para ello.

PARTE III.- RESINAS Y POLIMEROS π -CONJUGADOS

a) Síntesis de resina fenol-formaldehído (bakelita) y resina resorcinol-formaldehído

Material	Reactivos
1 Probeta de 25 ml 2 Vaso de precipitados 250 ml 2 tubos de ensayo 1 termómetro 1 pipeta graduada de 5ml vidrio de reloj tela de asbesto anillo metálico mechero agitador de vidrio vaso de precipitados 150 ml espátula pinzas para tubo de ensayo baño maría eléctrico con conexión	fenol 5g formaldehído 10 ml ácido sulfúrico conc. 2 gotas resorcinol 2g glicerina 3 gotas



Obtención de la resina fenol-formaldehído (bakelita)

En un tubo de ensayo coloque 5g de fenol, 5 ml de solución de formaldehído (36-48%) y 2-3 gotas de ácido sulfúrico concentrado, mezcle y caliente a baño maría (añada cuerpos porosos) hasta que la mezcla presente marcada viscosidad.

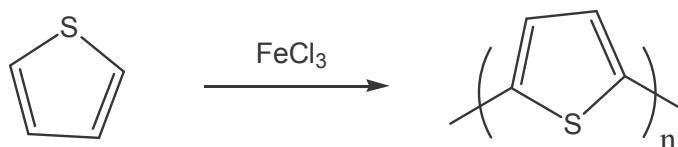
Enseguida pase el tubo (previamente secado) a un baño de aceite y caliente lentamente hasta llegar a la temperatura de 120-130°C. Mantenga esa temperatura (evitar que la temperatura rebase 140°C) hasta que la resina sea altamente viscosa y posteriormente deje que por enfriamiento solidifique. Ya endurecida la resina, rompa el tubo de ensayo para recuperar la barra de bakelita formada, la cual presenta coloración amarillo opalescente (si se controló bien la temperatura) o rojo vino (si la temperatura excedió 140°C).

Obtención de la resina resorcinol-formaldehído

En un tubo de ensayo coloque 2g de resorcinol, 5 ml de solución de formaldehído y 3 gotas de glicerina, mezcle (añada cuerpos porosos) y caliente en baño de aceite a una temperatura de 80-100°C hasta que la mezcla sea altamente viscosa y solidifique. Ya endurecida la resina rompa el tubo de ensayo para recuperar la barra de resina formada, cuyo aspecto es de color rojo vino.

b) Síntesis de politiofeno

Material	Reactivos
1 matraz erlenmeyer 100ml 2 tubos de ensayo 2 parrillas con agitación 2 agitadores magnéticos vaso de precipitados 250 ml buchner kitasato papel filtro lámpara UV	Tiofeno 1.05 g (1 ml) Cloroformo 45 ml cloruro de férrico (FeCl ₃) 1.62 g hidracina 2 ml metanol 500 ml



En un matraz erlenmeyer disuelva FeCl₃ (1.62g) en 25ml de CHCl₃. Paralelamente en otro matraz erlenmeyer disuelva tiofeno (1.05g, 1ml) en 20 ml de CHCl₃ y adiciónelos a la primera solución. Agite a temperatura ambiente por espacio de 1 hora. Al cabo de este tiempo agregue 2ml de hidracina, agite vigorosamente. Precipite el producto a partir de metanol, agregando la mezcla de reacción a un vaso de precipitados conteniendo 400 ml de metanol. Filtre el producto en un buchner y lávelo con metanol.