

Άσκηση 1^η

ΠΟΛΥΜΕΡΙΣΜΟΣ ΜΕΣΕΠΙΦΑΝΕΙΑΣ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΣΗΜΕΙΟΥ ΤΗΞΕΩΣ

A). Παρασκευή πολυμερών με σταδιακό πολυμερισμό σε μεσεπιφάνεια

Πειραματικό Μέρος

Συσκευές

1. Ογκομετρικός κύλινδρος των 100 ml
2. Ποτήρια ζέσεως των 100 ml
3. Γυάλινη ράβδος για λήψη του πολυμερούς από την μεσεπιφάνεια

Χημικές Ουσίες

1. Διάλυμα διχλωριδίου του δεκανοδικού οξέος $[\text{ClCO}(\text{CH}_2)_8\text{COCl}]$ σε τετραχλωράνθρακα (0.75% v/v, δηλαδή 0.75 ml διχλωριδίου/ 100 ml διαλύματος). Η πυκνότητα του διχλωριδίου δίνεται: $d = 1.121 \text{ g/ml}$
2. Διάλυμα εξαμεθυλενοδιαμίνης $[\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_6\text{NH}_2]$ σε νερό (2% w/v, δηλαδή 2 γραμμάρια διαμίνης και πλήρωση μέχρι τα 100 ml με απεσταγμένο νερό)
3. Υδατικό διάλυμα ακετόνης 1:1

Πορεία Πολυμερισμού

Συγκεκριμένη ποσότητα, 30 ml, διαλύματος του διχλωριδίου τοποθετούνται στο ποτήρι ζέσεως 100 ml. Κατόπιν γίνεται προσθήκη σχεδόν σταγόνα-σταγόνα με την βοήθεια της ράβδου 15 ml του διαλύματος της εξαμεθυλενοδιαμίνης, ώστε να αποφευχθεί η ανάμιξη των δύο φάσεων. Όπως είναι αναμενόμενο στην μεσεπιφάνεια των δύο υγρών σχηματίζεται το πολυμερές. Πρέπει να τονιστεί ιδιαίτερα ότι τα μονομερή αντιδρούν με το αναπτυσσόμενο, στη μεσεπιφάνεια των δύο υγρών, μακρομόριο και όχι με τα άλλα μονομερή, γιατί δε μπορούν να περάσουν τη μεμβράνη του πολυμερούς και να φθάσουν στην άλλη φάση. Το πολυμερές απομακρύνεται με την βοήθεια της γυάλινης ράβδου, η οποία περιστρέφεται πολύ αργά προκειμένου να ληφθεί υπό την μορφή ίνας. Το πολυμερές λαμβάνεται μέχρι πλήρους αντίδρασης ενός εκ των δύο μονομερών.

Το λαμβανόμενο πολυμερές τοποθετείται σε προζυγισμένο ποτήρι των 100 ml, όπου εκπλένεται με το υδατικό διάλυμα ακετόνης, αρκετές φορές (τουλάχιστον τρεις ή τέσσερις), ξηραίνεται σε φούρνο μέχρι σταθερού βάρους και υπολογίζεται η απόδοση.

B). Προσδιορισμός του σημείου τήξεως πολυμερικού υλικού

Πειραματικό Μέρος

Συσκευές

1. Τριχοειδής σωλήνας
2. Θερμόμετρο με εύρος θερμοκρασιών -10° έως $+250^{\circ}\text{C}$
3. Συσκευή σημείου τήξης, τύπου Stuart Scientific SMP1.

Χημικές Ουσίες

1. Πολυμερικό υλικό σε μορφή σκόνης ή σε μορφή ξηρού (άγνωστο δείγμα)

Πορεία Μέτρησης

Η μέτρηση του σημείου τήξεως γίνεται με συγκεκριμένα όργανα, τα οποία αποτελούνται από θερμαντική πλάκα ή ελαιόλουτρο, όπου θερμαίνεται το εξεταζόμενο πολυμερικό υλικό. Μικρή ποσότητα του υλικού τοποθετείται σε πολύ μικρή γυάλινη ράβδο ή τριχοειδή σωλήνα και η θερμοκρασία μετράται με θερμόμετρο με όρια θερμοκρασιών -10° έως $+250^{\circ}\text{C}$. Οι εμπορικά διαθέσιμοι τριχοειδείς σωλήνες είναι ανοιχτοί και στα δύο άκρα οπότε πρέπει το ένα άκρο να κλείσει πριν εισέλθει η ουσία στον σωλήνα, κάτι που πραγματοποιείται με χρήση φλόγας. Αφού εισαχθεί η ποσότητα του εξεταζόμενου υλικού αρχίζει η θέρμανσή του με συγκεκριμένο ρυθμό θέρμανσης.

Το πρώτο σημάδι έναρξης τήξης είναι η απομάκρυνση του υλικού από τα τοιχώματα του σωλήνα, ώστε να είναι εφικτή η δημιουργία της πρώτης σταγόνας που υποδηλώνει την έναρξη τήξης. Η ολοκλήρωσή της πραγματοποιείται όταν εξαφανίζεται και ο τελευταίος κρύσταλλος. Η περιοχή θερμοκρασίας όπου εμφανίζεται η πρώτη σταγόνα και εξαφανίζονται οι τελευταίοι κρύσταλλοι είναι το σημείο τήξεως.

Έκθεση

- Περιγραφή σύνθεσης του Nylon-6,10 με αντιδράσεις
- Υπολογιστικός προσδιορισμός του βάρους του τελικού προϊόντος με βάση τις ποσότητες των αντιδρώντων (προσδιορισμός απόδοσης)
- Προσδιορισμός του πολυμερούς ή/και των πολυμερών που εμφανίζουν το αντίστοιχο σημείο τήξεως από το Polymer Handbook