



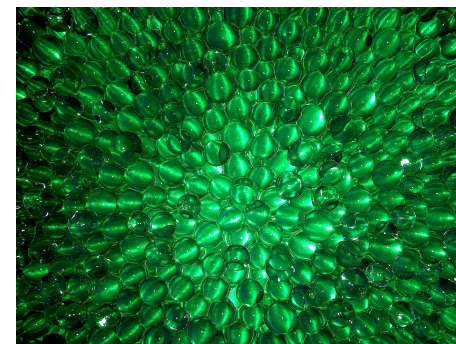
Universidad del País Vasco Euskal Herriko Unibertsitatea



EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA FÍSICA

Práctica laboratorio:

“Reacciones de polimerización. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales”



*Enrique Dans. Creative Commons.
<http://www.flickr.com/photos/edans/1239466879/>*

Jorge Bañuelos, Luis Lain, Leyre Pérez, Maria Nieves Sánchez Rayo, Alicia Torre, Miren Itziar Urrecha

Dpto Química Física

PRÁCTICA LABORATORIO: “Polimerizaciones. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales”

OBJETIVO:

- A) Análisis de los diferentes tipos de reacción de polimerización.
- B) Determinación del peso molecular promedio de un polímero comercial (valoración de grupos finales).

BASE EXPERIMENTAL:

- A) **Polimerizaciones cualitativas.**
- B) Determinación peso molecular por **valoración ácido-base** de un polímero previamente modificado.

FUNDAMENTO PRÁCTICO

MATERIALES

gradilla con 6 tubos de ensayo
1 probeta de 10 ml.
2 vasos de precipitado de 100 ml.
1 vaso de precipitado de 500 ml.
1 varilla de vidrio.
2 pinzas
2 varillas metálicas/ pies, para soporte.
cuentagotas
2 erlenmeyer de 100 mL
1 pipeta 10 mL
1 pipeteador
1 pipeta 1 mL
1 bureta

SUSTANCIAS

Metacrilato de metilo (MMA)
Azobisisobutironitrilo (AIBN)
Etil acetato
Metanol
Acetona
Hexano-1,6-diamina
Cloruro de sebacilo
Poli(etilenglicol) (PEG): diferente MM
Dianhídrido piromelítico (PDMA)
Imidazol
NaOH
Ftalato ácido de potasio
Fenofaleína

Recomendaciones como precaución general:

- Usar guantes y gafas de seguridad.
- No verter ningún residuo por las piletas. Tener en cuenta que puede producirse polimerización en el interior de las tuberías con el consiguiente atasco.
- Los residuos líquidos orgánicos se verterán en los contenedores de residuos orgánicos,
- El material de vidrio se lavará con acetona y ésta se dispondrá en los bidones de residuos y sólo entonces se lavara con agua en las piletas.
- Los residuos sólidos se recogerán con papel.
- Se debe trabajar en la campana extractora el mayor tiempo posible.

FUNDAMENTO PRÁCTICO

A) Polimerizaciones:

- SÍNTESIS DE PMMA:

Reacción de polimerización por adición en bloque empleando un iniciador térmico.

- Síntesis del NYLON 6-10:

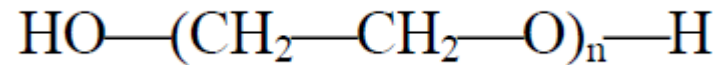
Reacción de policondensación mediante polimerización interfacial. Obtención de fibras.

Polimerizaciones. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales

	PMMA	NYLON-6,10
Monómero/s		
Homopolimerización- Copolimerización		
Etapas/Cadena		
Iniciador		
Tipo iniciador		
Disolvente		
Temperatura		
Propiedades polímero		

B) Determinación peso molecular: valoración de grupos finales

Polietilenglicol PEG;

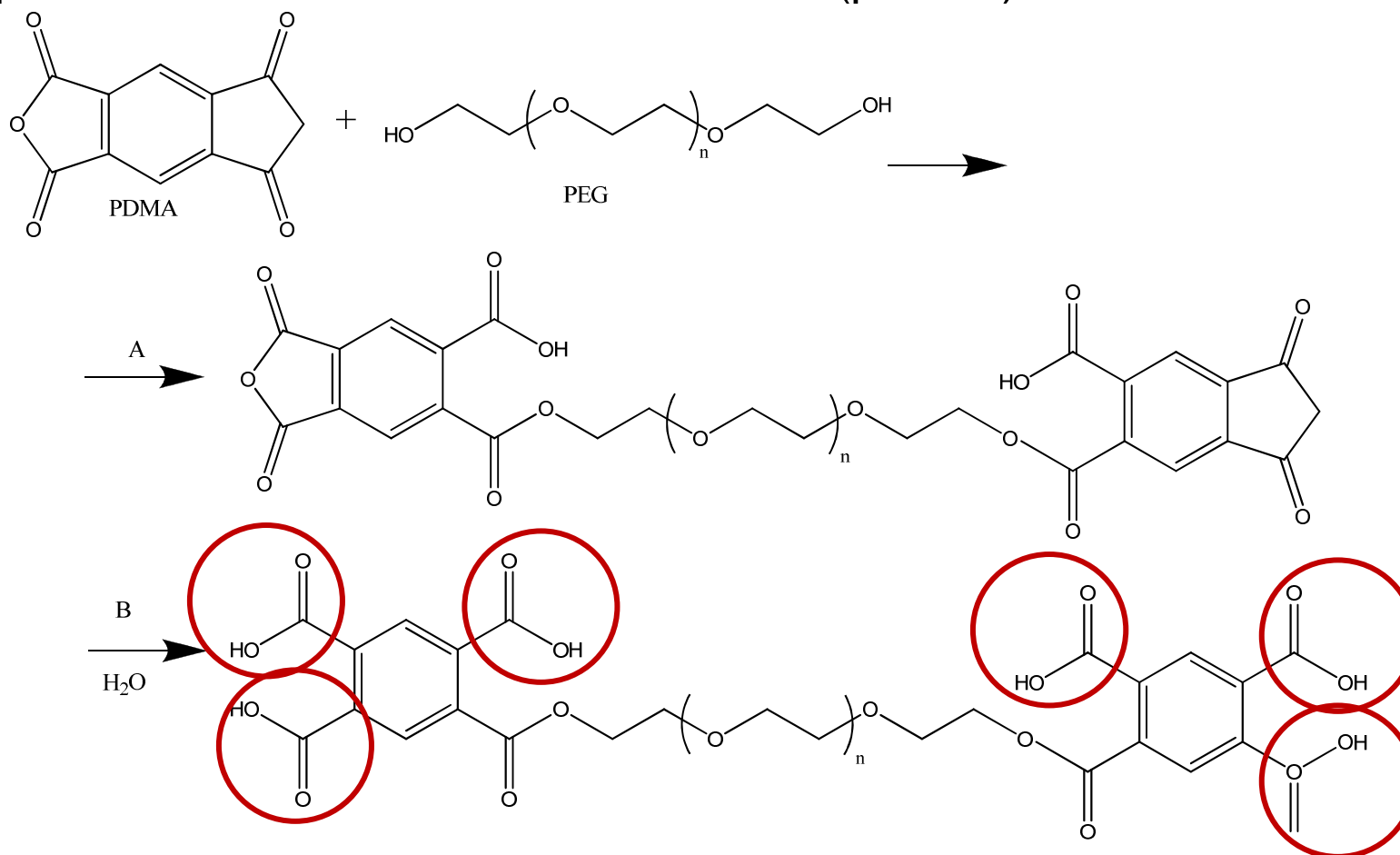


El polietilenglicol cuenta con grupos hidroxilo como finales de cadena que no son suficientemente ácidos para ser directamente valorados.

Se lleva a cabo una modificación previa del PEG:

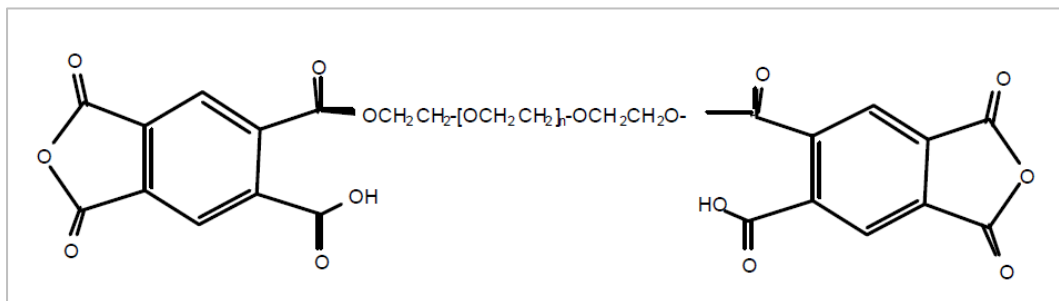
Polimerizaciones. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales

que consiste en una esterificación con un dianhídrido (PDMA, paso A) y la posterior hidrólisis del diéster obtenido (paso B).



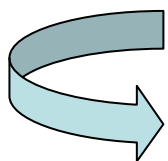
De esta forma se obtiene por cada molécula de PEG 6 grupos carboxílicos que podrán ser valorados con NaOH

Polimerizaciones. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales



Conocidos así los moles de ácido inicial y final se determina el número de moles de anhídrido reaccionados con el PEG

Moles anhídrido reaccionados = moles ácido carboxílico_{iniciales} - moles ácido carboxílico _{finales}

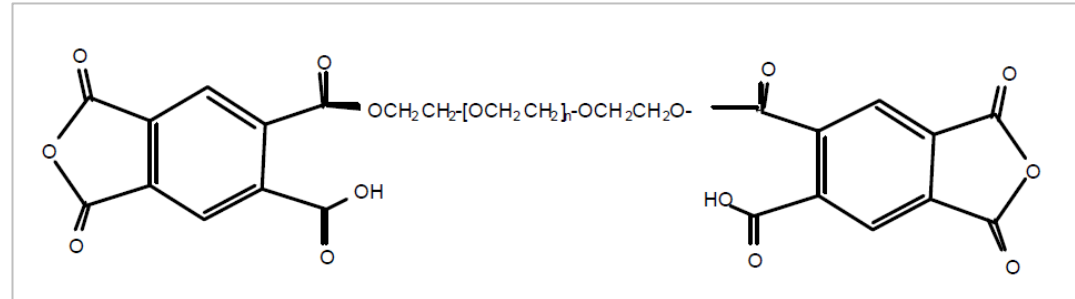


Moles anhídrido reaccionados = moles OH PEG = moles PEG x 2



$M_n = \text{masa PEG} / \text{moles PEG}$

Polimerizaciones. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales



Conocidos así los moles de ácido inicial y final

**Valoración ácido-base con una disolución de NaOH
previamente valorada.**



un **experimento en blanco**:
número total de grupos
ácidos iniciales.



el **PEG modificado**: número
total de grupos ácidos finales.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

A) Polimerizaciones

1.- Obtención del plexiglás

Colocar en un tubo de ensayo 3 ml de metacrilato de metilo y una punta de espátula de azobisisobutilonitrilo (iniciador). Calentar suavemente el tubo en un baño a 70° C. Una vez finalizada la misma, observar las características del producto formado.



2.- Obtención del Nylon-610

Disolver aproximadamente 200 mg de hexano-1,6-diamina en 25 ml de agua destilada y añadir 1 ml de NaOH 4 N en un vaso de precipitado de 100 ml. Añadir lentamente 1 ml de cloruro de sebacilo teniendo cuidado de no mezclar las dos fases.

Debe formarse una película blanca de Nylon-610 entre las dos capas, esta película puede tomarse con unas pinzas o una varilla de vidrio y estirarse lentamente para formar una fibra que puede enrollarse sobre la varilla de vidrio.

B) Determinación peso molecular: valoración de grupos finales

- Se preparan 100 mL de disolución de PDMA 0,2 M en dimetilformamida.
- En un erlenmeyer de 100 mL se pesan entre 200-240 mg de PEG y se añaden con la pipeta 10 mL de la disolución de dianhídrido preparada y 1 mL de la disolución del imidazol que actuará como catalizador de la reacción.
- Tapar el erlenmeyer y dejar reaccionar 1 hora para que ocurra la esterificación. (PASO A)
- Se valora la disolución preparada de NaOH frente a ftalato ácido de potasio
- Con el volumen gastado en la valoración y a partir del resultado obtenido de todos los compañeros se calcula la concentración media de la disolución de NaOH.

Polimerizaciones. Determinación del peso molecular de un polímero mediante análisis de grupos finales

- Separadamente se realiza un **experimento en blanco** para poder determinar el número total de **grupos ácidos iniciales**.

Se añaden a un erlenmeyer de 100 mL 10 mL de PDMA 1 mL de Imidazol y 30 mL de agua destilada.

Agitar y proceder a su valoración con la disolución de NaOH previamente valorada.

- En el matraz el matraz de la esterificación se añaden 30 mL de agua destilada. Agitar para que se produzca la hidrólisis y proceder al igual que en el experimento en blanco para la valoración de los grupos ácidos formados. Esta **valoración** permitirá determinar el número de **grupos ácidos finales**

ANALISIS DE RESULTADOS

A) Objetivos generales

1. Diferenciar los diferentes tipos de polimerización y reactivos necesarios en cada caso.
2. Comprender el concepto de peso molecular promedio e identificar los diferentes promedios así como los métodos de determinación.

B) Objetivos experimentales

1. Utilizar el material apropiado para pesar, preparar disoluciones, tomar alícuotas, etc. y conocer el error de medida en cada caso.
2. Manipular adecuadamente el material volumétrico (pipetas, buretas, matraces aforados).
3. Preparar una disolución de una concentración determinada a partir de un reactivo sólido.
4. Limpieza adecuada del material y tratamiento de residuos de polimerizaciones.
5. Valorar una disolución de NaOH con ftalato ácido de potasio (calcular la cantidad necesaria de patrón primario).
6. Trabajar con destreza con materiales de elevada viscosidad.

C) Objetivos conceptuales

a) Polimerizaciones

1. Diferenciar los dos tipos de polimerizaciones llevadas a cabo
2. Identificar los reactivos necesarios en ambos tipos de reacción
3. Reconocerlos mecanismos de ambas polimerizaciones
4. Reconocer la importancia de la temperatura en la polimerización radical empleada
5. Relacionar las propiedades de los polímeros sintetizados con su estructura química

b) Determinación de peso molecular promedio

1. Comprender el concepto de peso molecular promedio. Tipos.
2. Identificar como promedio en número el peso molecular determinado

c) Reactividad orgánica

1. Esterificación entre un dianhídrido y un alcohol
2. Hidrólisis de un diéster

d) Valoración ácido-base

1. Definir qué es un indicador ácido-base y cuál es su función.
2. Definir punto de equivalencia y punto final de una valoración.
3. Definir patrón primario.