

9. SÍNTESIS DE UN POLÍMERO A PARTIR DEL MONÓMERO Y FABRICACIÓN DE UNA LÁMINA POLIMÉRICA

9.1. Objetivos docentes

Familiarizarse con el tipo de materias primas y material necesario para la síntesis y fabricación de materiales poliméricos.

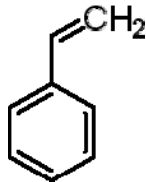
9.2. Objetivo del trabajo práctico

Sintetizar un poliestireno a partir del monómero (estireno) y un agente oxidante (peróxido de benzoilo) y fabricar una lámina con este polímero.

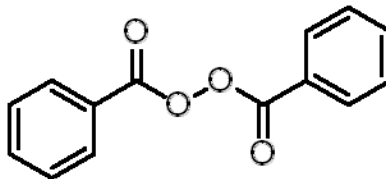
9.3. Fundamento teórico

Preparación del poliestireno mediante polimerización por radicales libres

El poliestireno se sintetizó por primera vez en 1839. En 1917 se patentó que el peróxido de benzoilo es un catalizador para la polimerización de monómeros del mismo tipo que el estireno.



Estireno

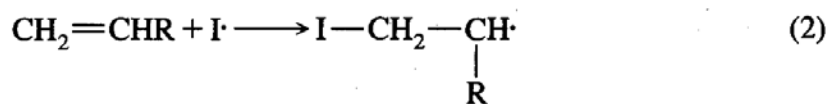


Peróxido de benzoilo

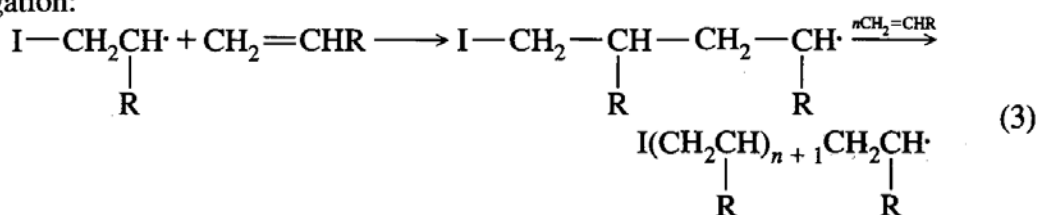
Para realizar la polimerización por radicales libres se necesita el monómero, un iniciador (o catalizador) y un aporte de calor que inicie la reacción química.

La polimerización por adición se inicia y progresa según el siguiente esquema:

Initiation:



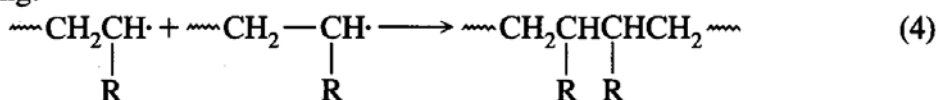
Propagation:



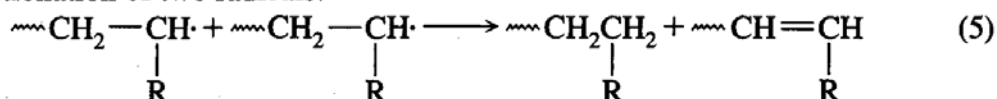
donde $\text{I}\cdot$ es el iniciador ya activado.

La reacción termina por alguna de las siguientes vías:

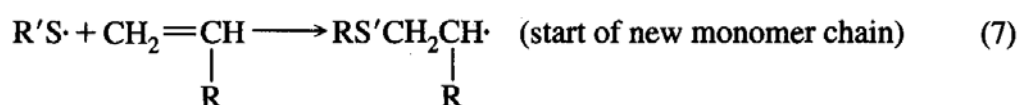
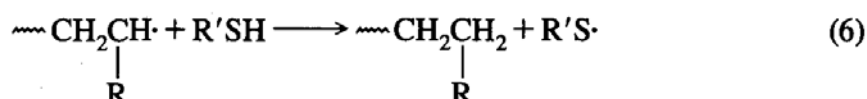
Radical coupling:



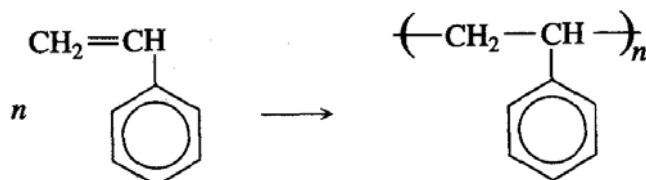
Disproportionation of two radicals:



Chain transfer:



La polimerización del estireno por radicales libres se puede hacer fácilmente en el laboratorio, consiguiendo un material polimérico sólido de propiedades completamente diferentes a los reactivos iniciales. La reacción es exotérmica (17 Kcal/mol) una vez que se ha activado, por lo que hay que prever la evacuación del calor producido. Esto junto con el hecho de que el poliestireno resultante se adhiere fuertemente al vidrio u otro material que lo contiene, son los mayores problemas que aparecen en la realización de este experimento.



El estireno se puede utilizar incluso sin destilar, esto es, con los inhibidores de polimerización que lleva el monómero, únicamente hay que añadir un pequeño exceso de iniciador. La polimerización progresa en un tiempo corto, produciéndose normalmente un alto grado de conversión del monómero en polímero y sin que el oxígeno del aire sea un problema.

Sin embargo, el poliestireno que se obtiene por este método es amorfo, con una distribución de pesos moleculares muy ancha y de propiedades mecánicas muy pobres.

9.4. Material e instrumental necesarios

Elementos de protección: Guantes, gafas y mascarilla
 Tubo de ensayo de vidrio
 Pinza para sujetar tubos de ensayo
 Pipeta de 10 ml con succionador
 Espátula o cuchara para pesar
 Vidrio de reloj o trozo de papel satinado para pesar

Varilla fina de madera
Reactivos: Estireno y peróxido de benzoilo
Balanza de sensibilidad 0,001 g
Pistola de decapar de alta potencia (fuente térmica)
Hoja de material polimérico rígido para hacer el separador
Espátula de hoja metálica ancha
Holo de papel satinado
Soporte nivelado (placa de vidrio gruesa)
Micrómetro
Cúter y tijeras

9.5. Protocolo para la realización práctica

La síntesis del poliestireno se realiza a partir del monómero (estireno) y un agente oxidante (peróxido de benzoilo). Estos productos químicos son peligrosos, por lo que el alumno tiene a su disposición las hojas de seguridad correspondientes que debe leer.

Advertencia: Los reactivos son productos químicos tóxicos y peligrosos, como se puede ver en la etiqueta informativa.
El peróxido de benzoilo es explosivo si se calienta o se tritura en seco. ¡Manejar con mucha precaución!

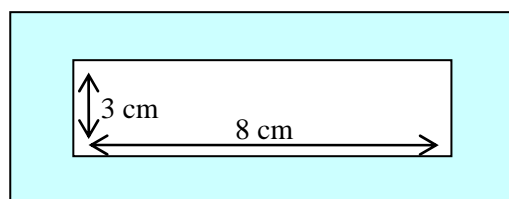
El estireno es perjudicial para la salud y muy volátil. Hay que **trabajar en campana** y **evitar el contacto con la piel**, con especial cuidado de los ojos y la cara. **No olerlo nunca directamente**. Procurar que el frasco esté abierto el menor tiempo posible, y siempre dentro de la campana.

¡PONTE GUANTES, GAFAS Y MASCARILLA! y no te los quites hasta el final de la práctica

1- Preparación del material para hacer la lámina:

Antes de comenzar la síntesis hay que dejar listo todo lo necesario para hacer la lámina.

- Coge un trozo de lámina para hacer el separador, cuyo espesor va a determinar el espesor de la lámina que vamos a fabricar. Recorta un rectángulo interior de 3 x 8 cm² aproximadamente.



Forma del **separador**

- En el rectángulo extraído, se mide el espesor con un micrómetro. Aplica la Teoría de Medidas y si es necesario realiza hasta 15 medidas en diferentes puntos.
- Coloca una placa de vidrio en posición horizontal en la campana de gases. Encima una hoja de papel satinado, y encima el separador que has preparado.
- Localiza la espátula de hoja ancha que va a servir para extender la lámina de polímero y ponla a mano.

2- Pesar el agente oxidante en la balanza de 0.001 g:

- Lleva el frasco con el peróxido de benzoilo, una espátula para pesar, un trozo de papel satinado y el tubo de ensayo dentro de un recipiente que lo mantenga vertical a la balanza de sensibilidad 0.001 g.
- Coloca un papel de filtro para proteger el plato de la balanza. Dobla por la mitad el papel satinado y luego otra vez por la mitad. Ábrelo de modo que le queden las marcas del doblado en forma de cruz. Coloca el papel satinado sobre el papel de filtro y tara la balanza con el compartimento cerrado.
- Utiliza una espátula o cuchara limpia para extraer y pesar 0.4 g de peróxido de benzoilo. Cuando lo tengas con una precisión 0.001 g con las puertas de la balanza cerradas, llévalo a la campana y resérvalo con cuidado de no perder producto, ni calentarlo ni machacarlo en seco.

Advertencia: El peróxido de benzoilo es explosivo si se calienta o se tritura en seco. Si se cae algún grano al hacer la pesada debes localizarlo, recogerlo con un papel húmedo y llevarlo al fregadero lavando el papel con abundante agua.

- Acabada la pesada, vierte el peróxido con mucho cuidado en el tubo de ensayo, aprovechando los dobleces hecho en el papel satinado.



- Lleva el papel satinado, el de filtro y la espátula al fregadero y enjuágalos con abundante agua corriente. Tira los papeles húmedos. Enjuaga la espátula con un poco de agua destilada y sécala con papel.
- Devuelve todo el material a tu lugar de trabajo en la campana dejando la balanza limpia y tarada.

3- Medir el volumen de estireno necesario:

- Con una pipeta de 10 ml y una pera succionadora, toma 5 ml de estireno y viértelos en el tubo de ensayo puesto dentro de un recipiente para que esté vertical.
- Cierra la botella del estireno. Retira la pera de la pipeta y deja ambas cosas al fondo de la campana sobre papel adsorbente.



4- Mezclar el estireno y el agente oxidante:

Sujetando el tubo con la pinza, agítalo circularmente para mezclar bien ambos reactivos. Mira a contraluz para ver cuando se ha disuelto totalmente el peróxido, ¡siempre con el tubo de ensayos dentro de la campana!

5- Reacción de polimerización:

Enciende la pistola de aire caliente, y coloca el extremo del tubo (sujetándolo con la pinza) sobre la fuente de calor agitándolo continuamente. La boca del tubo debe quedar orientada hacia el fondo de la campana de gases.

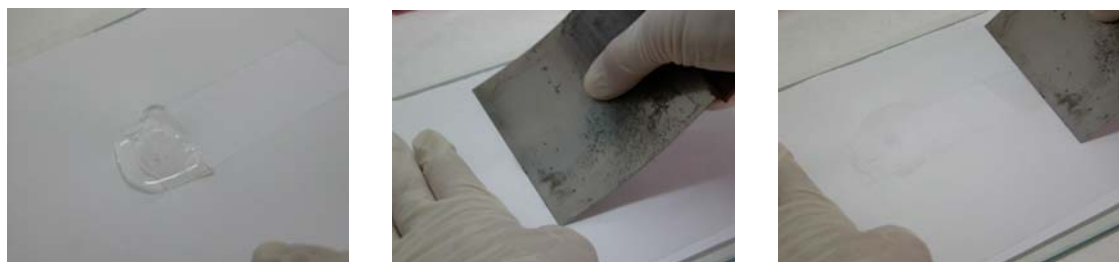
La mezcla suele tornarse amarilla al poco rato, luego se vuelve transparente y empieza a burbujear. Cuando burbujee muy violentamente se retira de la fuente de calor, ya que la reacción de polimerización es muy exotérmica. Cuando deje de burbujear se acerca de nuevo a la fuente de calor, todo ello sin dejar de agitar.



En unos minutos (pueden ser hasta 10-12 minutos) verás que la mezcla se hace más viscosa. Manteniéndolo en el foco de calor, introduce una varilla y mójala en el material. Al sacarla del tubo, toca el borde del tubo de ensayo y estira rápidamente. Si se forma un hilo que al enfriarse es frágil (no pegajoso) es que la mezcla está lista para verterla y hacer la lámina.

6- Preparación de la lámina polimérica:

Con el material caliente, viértelo rápidamente en un extremo del hueco rectangular hecho en el separador. Coge la espátula y arrástrala desde ese extremo hasta el final del separador extendiendo la masa de polímero uniformemente sobre el papel satinado.



Cuando se enfríe la mezcla debe quedar una película de poliestireno de un espesor que vendrá determinado por el espesor del separador utilizado.

7- Determinación del espesor de la película:

En la siguiente sesión de prácticas la lámina ya estará bien sólida y habrá que determinar el espesor del material conseguido. Retira el separador y quédate con la lámina polimérica sobre el soporte de papel.

La lámina es muy frágil y queda bastante adherida al papel. Lo más probable es que haya que determinar su espesor midiendo con un micrómetro la lámina de poliestireno junto al papel soporte y restándole el espesor del papel soporte.

Aplica la Teoría de Medidas para determinar ambos espesores.

Intenta despegar la lámina. Fíjate cómo es la fractura y otras propiedades mecánicas del polímero que puedas observar utilizando la fuerza de tus manos.

9.6. Claves para el informe

- Masa de peróxido pesada y volumen de estireno que se han utilizado realmente. Conociendo los pesos moleculares y la densidad del estireno (0.906 g/ml a 20°C y 0.909 g/ml a 25 °C), ¿cuántos moles de iniciador hacen falta para polimerizar un mol de estireno sin destilar? ¿Se ha puesto el iniciador en exceso?
- Evolución de la mezcla durante el calentamiento (cambios de color, formación de burbujas, pequeñas explosiones durante el calentamiento, etc.).
- Espesor del separador y dimensiones del molde que has hecho expresados correctamente (valor medio y error estimado).
- Espesor y forma de la lámina obtenida.
- Color de la lámina de poliestireno y algunas propiedades mecánicas que puedas testear con tus manos: tipo de fractura, dureza, resistencia a la flexión, tracción, etc.