

POLIMERYZACJA W ROZTWORZE – OTRZYMYWANIE POLISTYRENU

Zagadnienia teoretyczne:

Polimeryzacja, Rodzaje polimeryzacji, Polimeryzacja kationowa, Mechanizm polimeryzacji kationowej styrenu, Metody polimeryzacji, Polimeryzacja w roztworze, Polistyren – otrzymywanie, budowa, właściwości, rodzaje, zastosowanie.

1. Wiadomości wstępne

Polimeryzacja – to proces chemiczny, w którym następuje przemiana monomeru lub mieszaniny monomerów w polimer.

Rodzaje polimeryzacji (obecnie przyjęte nazewnictwo):

- polimeryzacja addycyjna [klasyczna polimeryzacja (proces łańcuchowy) oraz poliaddycja (proces stopniowy) wg starszej nomenklatury].

Reakcjom tym NIE towarzyszy wydzielanie produktów ubocznych

Polimeryzacja addycyjna może przebiegać według różnych mechanizmów, stąd wyróżniamy:

- polimeryzację rodnikową
- polimeryzację jonową kationową
- polimeryzację jonową anionową
- polimeryzację koordynacyjną

Według polimeryzacji addycyjnej otrzymuje się na skalę przemysłową polimery:

- winylowe, takie jak: polietylen, polipropylen, polistyren, polimetakrylany, poli(chlorek winylu), poli(tetrafluoroetylen)
 - elastomery (poliizopren, polibutadien, polichloropren, kopolimery butadienu ze styrenem i akrylonitrylem)
 - różnego rodzaju kopolimery, np. chlorku winylidenu i akrylonitrylu
- polimeryzacja kondensacyjna [zwana dawniej polikondensacją (proces stopniowy)] to reakcja międzycząsteczkowa zachodząca w sposób stopniowy między:
 - cząsteczkami różnych monomerów dwu- i więcej funkcyjnych (heteropolikondensacja)
 - cząsteczkami tego samego monomeru dwu- i więcej funkcyjnego (homopolikondensacja).

Reakcjom tym TOWARZYSZY wydzielanie małowcząsteczkowych produktów ubocznych, np. wody, chlorowodoru, amoniaku, alkoholu.

Według polimeryzacji kondensacyjnej otrzymuje się na skalę przemysłową następujące polimery: poliestry, poliamidy, poliacetale, żywice fenolowo-formaldehydowe itp.

2. Polimeryzacja kationowa

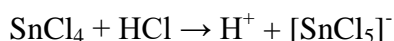
Proces polimeryzacji kationowej polega na przemianie monomeru lub mieszaniny monomerów w polimer według mechanizmu kationowego (poprzez stadium tworzenia się karbokationów), w obecności katalizatorów. Charakterystyczne dla tej reakcji katalizatory to mocne kwasy protonowe, takie jak: kwas siarkowy, nadchlorowy, trifluoroctowy lub kwasy Lewisa (trifluorek boru, trichlorek glinu, tetrachlorek cyny, tetrachlorek tytanu – tzw. katalizatory Friedla-Craftsa). Aktywność tych katalizatorów znacznie zwiększa się w obecności w środowisku polimeryzacji tzw. kokatalizatorów, tj. zwykle związków będących źródłem protonów. Najczęściej wykorzystywanym kokatalizatorem jest woda dodawana w niewielkich ilościach, ale znane są też kokatalizatory bazujące na kwasach chlorowcowodorowych oraz chlorowcopochodnych węglowodorów alifatycznych.

Zaletą polimeryzacji kationowej jest jej duża szybkość w niskich temperaturach, co prowadzi do otrzymywania polimerów o dużym ciężarze cząsteczkowym (unika się niepożądanych reakcji ubocznych). Wzrost temperatury procesu polimeryzacji kationowej powoduje zmniejszenie ciężaru cząsteczkowego powstających polimerów. Na przebieg polimeryzacji kationowej wpływa również rodzaj użytego rozpuszczalnika. Najlepiej reakcja przebiega w rozpuszczalnikach polarnych, a w miarę wzrostu ich stałej dielektrycznej zwiększa się szybkość polimeryzacji oraz ciężar cząsteczkowy powstającego polimeru.

Monomery stosowane w procesie polimeryzacji kationowej cechują się dużą gęstością elektronową przy nienasyconym atomie węgla i mają tendencję do tworzenia względnie trwałego kationu karboniowego. Należą do nich m.in. izobutylen, etery winylowo-alkilowe, styren, α -metylostyren, izopren, kumaron i inden.

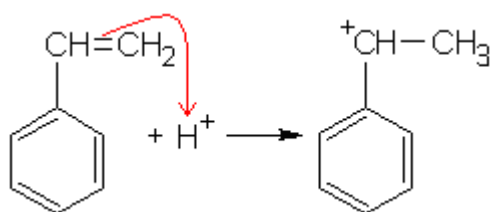
2.1. Mechanizm reakcji polimeryzacji kationowej na przykładzie styrenu

W wyniku reakcji katalizatora Friedla-Craftsa z kokatalizatorem powstaje związek kompleksowy, który dysocjuje na jony zgodnie ze schematem:



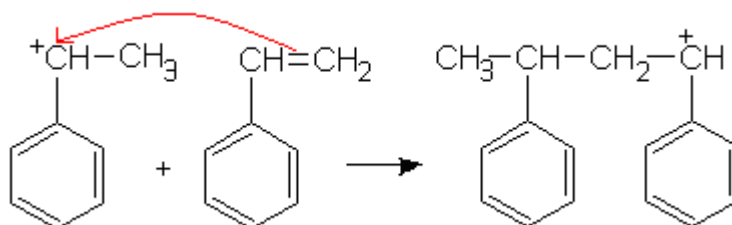
Powstający proton H^+ przyłącza się do cząsteczki monomeru nadając mu strukturę karbokationu (kationu karboniowego).

- inicjacja (zapoczątkowanie)

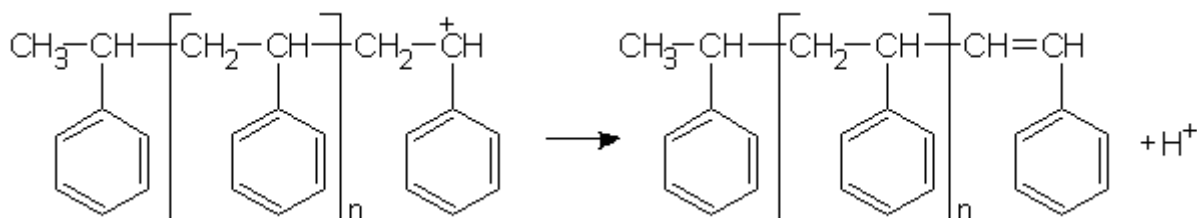


karbokation

- propagacja (wzrost łańcucha)



- terminacja (zakończenie)



3. Metody prowadzenia polimeryzacji

Polimeryzacja blokowa (w masie) – przebiega w środowisku monomeru, w którym rozpuszcza się powstający polimer (polimeryzacja blokowa w środowisku jednorodnym). W miarę wzrostu stopnia przereagowania zwiększa się lepkość mieszaniny reakcyjnej, a następnie przy dużym stopniu konwersji następuje żelowanie i powstający polimer przybiera kształt naczynia reakcyjnego. Z tego powodu polimeryzację w masie przeprowadza się dwuetapowo. W pierwszym etapie, zwanym prepolimeryzacją, otrzymuje się roztwór polimeru o określonej lepkości, który następnie wlewa się do form. W drugim etapie polimeryzację końcową prowadzi się w podwyższonej temperaturze w formach. Wzrost temperatury reakcji zwiększa szybkość polimeryzacji w masie, lecz powoduje zmniejszenie

masy molowej polimeru. Zaletą tej polimeryzacji jest możliwość uzyskania polimeru bardzo czystego, który można wykorzystywać do zalewania organopreparatów lub minerałów. Wady to m.in. duża lepkość mieszaniny reakcyjnej, złe przewodnictwo cieplne otrzymanego polimeru, przegrzanie powodujące powstawanie pęcherzy. Ponadto, metoda ta jest generalnie trudna do prowadzenia.

Polimeryzacja blokowo-strącenkowa – jest odmianą polimeryzacji w masie, podczas której powstający polimer nie rozpuszcza się w monomerze i wypada w postaci osadu. Do polimeryzacji stosuje się wyłącznie monomer z rozpuszczonym w nim inicjatorem, którym jest z reguły nadtlenek organiczny w ilości ok. 0,1%. Polimeryzację strącenkową prowadzi się dwuetapowo: w pierwszym etapie wydziela się dużo ciepła, a powstający polimer zaczyna się strącać w postaci drobnych cząstek osadu. Dalsza konwersja prowadzi do łączenia się ziaren w większe agregaty, których rozmiary zależą od szybkości mieszania. Środowisko reakcji jest nadal ciekłe, ziarna mają ukształtowaną strukturę, a dalsza polimeryzacja nie powoduje zwiększania liczby ziaren. W drugim etapie polimeryzacji, stopień konwersji zmienia się z 8% mas do 90% mas, średnica ziaren rośnie, przy czym ulegają one aglomeracji i tworzą porowate zlepy. W tym czasie środowisko reakcji gęstnieje, aż w końcu uzyskuje się polimer w postaci proszku.

Polimeryzacja suspensyjna (inaczej polimeryzacja w zawiesinie lub perełkowa) – przebiega pod wpływem inicjatora rozpuszczonego w monomerze zdyspergowanym w wodnym roztworze koloidów organicznych lub wodnej zawiesinie soli nieorganicznych, stanowiących stabilizatory czyli utrwalacze suspensji. Otrzymuje się polimer w postaci perełek. Na przebieg polimeryzacji suspensyjnej i właściwości powstałego polimeru mają duży wpływ:

- stabilizatory zawiesiny, tj. utrwalacze suspensji (koloidy ochronne) – przeciwdziałają one aglomeracji perełek w czasie polimeryzacji, a także wpływają na rozmiar perełek. Często stosowane stabilizatory (stanowiące 1% zawiesiny) to: poli(alkohol winylowy), poli(metakrylan sodowy), metyloceluloza, żelatyna, skrobia, talk oraz krzemiany, fosforan wapniowy, wodorotlenek wapniowy i magnezowy.
- inicjatory polimeryzacji - to głównie nadtlarki, np. nadtlenek benzoilu. Zwiększenie stężenia inicjatora w układzie skraca czas polimeryzacji, ale jednocześnie zmniejsza masę cząsteczkową i porowatość polimeru.

- mieszanie układu – jego intensywność wpływa na wielkość perełek, ich kształt i polidispersyjność. Mało energiczne mieszanie może sprzyjać aglomeracji cząstek, a zbyt szybkie – rozdrobnieniu polimeru. Mieszanie jest szczególnie ważne w pierwszym okresie polimeryzacji, gdy konwersja wynosi 10-60%, gdyż zatrzymanie mieszania, nawet na chwilę, powoduje nieodwracalną aglomerację, a zlepione perełki tworzą gumowatą masę.

Polimeryzacja emulsyjna – polega na tym, że monomer dysperguje się w wodzie za pomocą emulgatorów (surfaktantów, detergentów). Emulgatory to związki powierzchniowo czynne umożliwiające otrzymanie trwałej emulsji monomeru w wodzie. Pod wpływem mieszania monomer tworzy kropelki emulsji, tzw. micidele, chronione przez adsorbowany na powierzchni emulgator. Rozpuszczalność większości monomerów w wodzie jest ograniczona. Dodatek emulgatora zwiększa rozpuszczalność monomeru w wodzie nawet do 6%, a zjawisko to nosi nazwę solubilizacji. Monomery hydrofilowe można polimeryzować w hydrofobowych układach niewodnych (inwersyjna polimeryzacja emulsyjna).

Polimeryzacja w mikroemulsji – układy czteroskładnikowe złożone z monomeru, fazy rozpraszającej, surfaktantu i kosurfaktantu. Mikroemulsje charakteryzują się jednorodnością, są optycznie izotropowe, mają małą lepkość i wykazują znacznie większą stabilność. Są one termodynamicznie trwałe i tworzą spontanicznie ciągłą fazę z dwóch nie mieszających się składników.

Polimeryzacja w roztworze – przebiega w rozpuszczalniku, w którym rozpuszczają się zarówno monomer, jak i polimer (polimeryzacja jednorodna). Przebieg polimeryzacji w roztworze zależy głównie od rodzaju i ilości użytego rozpuszczalnika. Pozwala ona na uzyskanie polimerów o stosunkowo małym rozrzucie mas molowych (małej polidispersyjności), a także na wykorzystanie roztworów do wytwarzania włókien syntetycznych metodami przędzenia z roztworu i do przyrządzania klejów rozpuszczalnikowych i lakierów. Trudnością jest konieczność usuwania rozpuszczalnika z gotowego polimeru.

Zastosowanie rozpuszczalników polarnych do procesu polimeryzacji prowadzonej według mechanizmu jonowego znacznie poprawia efektywność tych reakcji. Pewne trudności nastroczają jednak metody wyodrębniania polimerów z roztworu. Reakcja w tych układach praktycznie nigdy nie przebiega do końca i pewna ilość nieprzereagowanego monomeru

pozostaje zawsze w roztworze. Również część rozpuszczalnika zostaje zaabsorbowana w masie wydzielonego polimeru i powoduje zmianę jego końcowych właściwości.

Wyodrębnianie polimeru z roztworu następuje na drodze destylacji z parą wodną lub przy użyciu metod strąceniowych z wykorzystaniem rozcieńczalników mieszających się z rozpuszczalnikiem, a nie rozpuszczających wydzielanego polimeru. Podczas polimeryzacji w roztworze mogą przebiegać procesy uboczne, które czasami stają się procesami głównymi. Przykładem takiego procesu jest reakcja telomeryzacji, która przebiega wówczas, gdy cząsteczki rozpuszczalnika mają tendencję do tworzenia trwałych stabilizowanych przez rezonans wolnych rodników lub jonów. Szczególnie przydatne do tego celu są chlorowcopochodne organiczne, takie jak tetrachlorometan, chloroform i chlorek etylenu. Cząsteczki rozpuszczalnika mogą wówczas brać udział w przenoszeniu łańcucha. W wyniku takiej reakcji powstają cząsteczki telomeru, które różnią się tym od cząsteczek oligomeru, że na ich końcach znajdują się duże podstawniki, pochodzące z rozpadu cząsteczki rozpuszczalnika (np. -Cl i takiej grupy jak $-CCl_3$, $-CHCl_2$, $-CH_2CH_2Cl$ itp.), które wywierają decydujący wpływ na właściwości końcowe produktu. Z tego też powodu telomerów nie można utożsamiać z oligomerami, nie mającymi reaktywnych, końcowych grup funkcyjnych. Reakcja telomeryzacji jest prowadzona często celowo, aby otrzymać małowcząsteczkowe reaktywne substancje, będące surowcami do syntezy innych polimerów lub związków cyklicznych.

Polimeryzacja roztworowo-suspensyjna – polega na użyciu rozpuszczalnika rozpuszczającego tylko monomer, a nie rozpuszczającego polimeru, wskutek czego powstający polimer wypada ze środowiska reakcji w postaci bardzo drobnego proszku lub zawiesiny, którą oddziela się przez wirowanie lub sączenie. W procesie tym wzrastający makrorodnik przy określonej długości łańcucha przestaje być rozpuszczalny i wypada z roztworu. Wynikiem tego jest mała polidispersyjność masy cząsteczkowej powstającego polimeru. Zaletą tej metody jest także możliwość otrzymywania polimerów o małej masie cząsteczkowej. Za przykład takiej reakcji może służyć polimeryzacja styrenu w alkoholu, metakrylanu metylu w węglowodorach nasyconych i akrylonitrylu w wodzie.

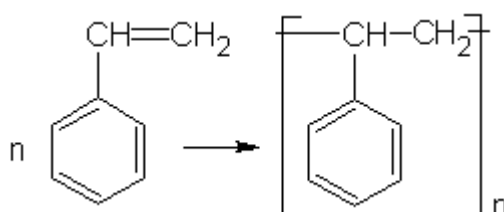
4. Polistyren – otrzymywanie, właściwości, zastosowanie

Polistyren jest jednym z najstarszych i jednocześnie jednym z najczęściej stosowanych tworzyw sztucznych. Wynika to z faktu, iż polimer ten charakteryzują dobre właściwości

mechaniczne, stosunkowo niska cena, dobra przetwarzalność, łatwość barwienia, przezroczystość, a także dobra odporność chemiczna.

4.1. Otrzymywanie polistyrenu

Otrzymywanie polistyrenu następuje w procesie polimeryzacji styrenu. W przemyśle dominują metody polimeryzacji styrenu w masie i suspensji (w mniejszym stopniu stosuje się polimeryzację w emulsji i w roztworze). Reakcja przebiega wg schematu:



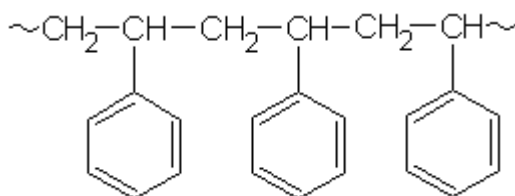
Polimeryzacja styrenu może zachodzić wg trzech różnych mechanizmów: wolnorodnikowego, jonowego (kationowego, anionowego) oraz koordynacyjnego.

- Polimeryzacja wolnorodnikowa – otrzymuje się ataktyczny, amorficzny polimer
- Polimeryzacja jonowa: kationowa (wobec katalizatorów o charakterze elektrofilowym) lub anionowa (wobec katalizatorów o charakterze nukleofilowym)
- Polimeryzacja koordynacyjna (na katalizatorach Zieglera-Natty, tj. katalizatorach opartych na kompleksach związków metaloorganicznych). Można otrzymać polimer stereoregularny: izotaktyczny (nie produkowany z uwagi na małą stabilność termiczną) i syndiotaktyczny (wobec katalizatorów Zieglera-Natty metalocenowych), o stopniu krystalizacji 97 - 98% i $T_t \approx 270^\circ\text{C}$)

Największe znaczenie w praktyce przemysłowej ma polimeryzacja wolnorodnikowa, ze względu na cenne właściwości użytkowe tak otrzymanego polimeru i umiarkowane koszty wytwarzania.

4.2. Budowa i właściwości polistyrenu

Polistyren jest polimerem termoplastycznym o budowie liniowej i dużej masie cząsteczkowej. Stopień polimeryzacji (ilość merów wchodzących w skład makrocząsteczki) przemysłowych gatunków polistyrenu zależy od metody otrzymywania i wynosi 500-2000. Struktura polistyrenu jest I – rzędowa i ma budowę typu głowa do ogona:



Właściwości mechaniczne polistyrenu zależą od jego ciężaru cząsteczkowego oraz temperatury i maleją wraz ze zbliżaniem się jej do punktu mięknięcia polistyrenu. Ponadto polistyren charakteryzuje się następującymi cechami:

- rozpuszczalny w aromatycznych i chlorowanych węglowodorach (benzenie, toluenie, styrenie, trichloroetylenie), estrach, ketonach, dioksanie, cykloheksanie, disiarczku węgla i pirydynie
- nierozpuszczalny w węglowodorach alifatycznych, niższych alkoholach, eterze, fenolu, kwasie octowym i w wodzie
- palność - polistyren wprowadzony do płomienia palnika zapala się gwałtownie i pali się również po usunięciu źródła ciepła, żółtopomarańczowym, silnie kopcącym płomieniem
- interesujące właściwości optyczne - przepuszczalność światła widzialnego przez polistyren ok. 90%, dzięki czemu może być stosowany do celów optycznych i znalazł zastosowanie w wytwarzaniu światłowodów (współczynnik załamania światła n_D (20°C) = 1,5916 - 1,5927, krytyczny kąt padania światła - 38°55", dzięki temu zjawisko całkowitego wewnętrznego odbicia światła występuje nawet przy małym promieniu krzywizny); wadą polistyrenu w zastosowaniu do elementów optycznych jest jego niewielka twardość, a więc łatwe rysowanie się powierzchni.
- odporny na działanie kwasów (z wyjątkiem azotowego), zasad, węglowodorów nasyconych, alkoholi, olejów mineralnych i roślinnych
- w stosunku do polietylenu i polipropylenu ma niższą temperaturę mięknięcia (T_m = 80 – 120°C) i mniejszą lepkość stopu, dzięki czemu łatwiej jest z niego otrzymywać w procesie formowania wtryskowego niewielkie przedmioty o złożonych kształtach.
- wytrzymały cieplnie, można go kilkakrotnie przerabiać bez pogorszenia właściwości fizykomechanicznych, depolimeryzuje dopiero przy 300°C
- jest twardy, kruchy, łamliwy i przezroczysty
- należy do najlżejszych tworzyw sztucznych (gęstość 1,03-1,06 g/cm³)
- dobre właściwości dielektryczne (związane z charakterem węglowodorowym polimeru nie zawierającego grup polarnych).

4.3. Rodzaje i zastosowanie polistyrenu

Najistotniejszymi wadami polistyrenu jest jego palność i kruchość (przy uderzeniu łatwo pęka). Stąd opracowano różne odmiany polistyrenu modyfikowanego o lepszych właściwościach. W Polsce produkowane są dwa typy polistyrenu:

- polistyren S niskoudarowy o właściwościach przeciętnych (PN-71/C-89292)
- polistyren K wysokoudarowy (PN-71/C-89293), modyfikowany kauczukiem butadienowym lub butadienowo-styrenowym.

W handlu polistyren znajduje się w postaci perełek, proszku lub granulatu o różnym zabarwieniu, przezroczyste - T, przeświecające - P, inkrustowane- S itd.

Polistyreny wysokoudarowe zawierające kauczuk związany fizycznie (typ K) lub chemicznie w reakcji wszczepienia (typ G) mają dobre właściwości mechaniczne, a dodatek dekabromodifenylu czyni go samogasnącym tworzywem.

4.3.1. Polistyren ogólnego stosowania (*general purpose polystyrene GPPS*)

Polistyren niskoudarowy otrzymuje się w polimeryzacji wolnorodnikowej. Jest polimerem bezpostaciowym, o właściwościach dielektrycznych, przejrzystym i łatwo poddającym się barwieniu. Jest odporny na związki chemiczne, jednak rozpuszcza się w rozpuszczalnikach organicznych. Główne kierunki zastosowania GPPS to: przedmioty gospodarstwa domowego, wyroby galanteryjne, zabawki, wkłady wewnętrzne do kasków, wyroby elektrotechniczne.

4.3.2. Polistyren wysokoudarowy (*high impact polystyrene PS-HI*)

PS wysokoudarowy jest wytwarzany na drodze polimeryzacji wolnorodnikowej styrenu w mieszaninie z kauczukiem polibutadienowym, w wyniku której otrzymuje się łańcuch PS ze szczepionymi łańcuchami polibutadienu. Łańcuchy polibutadienu stanowią oddzielną fazę (polibutadien i polistyren nie mieszają się ze sobą), dzięki czemu polistyren jest sztywny i jednocześnie odporny na uderzenia. PS-HI jest polimerem półprzejrystym.

Główne kierunki zastosowania polistyrenu wysokoudarowego to: opakowania do żywności, opakowania jednostkowe (kasety i płyty CD, kasetki na biżuterię), towary konsumpcyjne (zabawki, kabiny prysznicowe), artykuły jednorazowe (kubki, sztućce), drobny sprzęt medyczny (pojemniki na odpady, szalki Petriego), artykuły AGD (m.in. obudowy telewizorów, komputerów, konstrukcja nośna lodówek i zamrażarek).

4.3.3. Styropian

Najbardziej masowym zastosowaniem polistyrenu jest produkcja jego formy spienionej, nazywanej styropianem (polistyren ekspandowany). Styropian można otrzymać metodą z prasowaniem oraz bez prasowania. Styropian charakteryzuje łatwość obróbki (nie pyli, nie powoduje uczuleń, nie wymaga stosowania środków ochrony osobistej), ekologiczność (małe zużycie energii pierwotnej do wyprodukowania styropianu, znaczące obniżenie emisji szkodliwych substancji z budynków ocieplonych tym materiałem, wielorakie możliwości recyklingu) oraz doskonały stosunek ceny do użyteczności.

Zastosowanie styropianu: płyty izolacyjne, wypełniacze opakowań tekturowych, profile i listwy dekoracyjne, elementy ozdobne, rozety ozdobne, kasetony sufitowe, kaski rowerowe, foteliki samochodowe, kształtki i opakowania.

4.3.4. Polistyren ekstrudowany (styrodur)

Styrodur to materiał podobny do styropianu - służący do wykonywania ociepleń. Jest to materiał znacznie twardszy i o mniejszej nasiąkliwości niż styropian. Jest również znacznie cieplejszy od styropianu. Współczynnik przewodności cieplnej dla styropianu wynosi około 0,035 W/mK, natomiast dla styroduru wynosi około 0,022 W/mK. Oznacza to, że płyta ze styroduru o grubości 5 cm ociepla tak samo jak płyta ze styropianu o grubości 8 - 9 cm. Płyty ze styroduru łatwo odróżnić od styropianowych ponieważ są kolorowe (np. niebieskie, zielone lub różowe). Produkty z ekstrudowanej pianki polistyrenowej mają jednorodną, zamkniętokomórkową budowę, której zawdzięczają takie właściwości jak: dobrą wytrzymałość mechaniczną, wysoką odporność na działanie wilgoci oraz niski współczynnik przewodności cieplnej. Inne właściwości produktów z polistyrenu ekstrudowanego to:

- wrażliwość na promieniowanie ultrafioletowe
- palność (w procesie produkcji produktów z ekstrudowanego polistyrenu dodawana jest domieszka opóźniająca palność)
- dobra odporność termiczna (płyty mogą być stosowane w przedziale temperatur od -50°C)

Parametry wytrzymałościowe i odporność na działanie wilgoci w połączeniu z niskim współczynnikiem przewodzenia ciepła, pozwalają na wykorzystanie ekstrudowanej pianki polistyrenowej do produkcji płyt, które znajdują różnorakie zastosowanie (np. w dachach o odwróconym układzie warstw, izolacjach ścian piwnic od zewnątrz, podłogach na gruncie, izolacjach podłoży drogowych i kolejowych).

5. Wykonanie ćwiczenia

Odczynniki:

Styren 20 cm³

Chloroform 20 cm³

Roztwór 0,2 cm³ tetrachlorku cyny w chloroformie 5 cm³

Etanol 200 cm³

Chloroform (do czyszczenia szkła)

Sprzęt laboratoryjny:

Mieszadło magnetyczne + termopara

Mieszadełko kuliste

Łaźnia wodna

Kolba kulista, trójszyjna o poj. 100 cm³

Statyw, łapa do kolby, łapa do chłodnicy

Chłodnica zwrotna

Wkraplacz o poj. 25 cm³ z korkiem szklanym

Termopara ze szklaną obudową

Kolba stożkowa z szeroką szyjką, szkiełko zegarkowe

Cylinder miarowy szklany o poj. 25 cm³

Cylinder miarowy szklany o poj. 5 cm³

Pipeta z nasadką lub strzykawka

Bagietka szklana

Przebieg ćwiczenia:

Do kolby kulistej, trójszyjnej o pojemności 100 cm³ zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne, termoparę i chłodnicę zwrotną wprowadza się 20 cm³ styrenu i 15 cm³ chloroformu. Kolbę umieszcza się w łaźni wodnej, uruchamia się mieszadło i ogrzewa do temperatury 40°C. Po osiągnięciu tej temperatury wkrapla się roztwór 0,2 cm³ bezwodnego tetrachlorku cyny w 5 cm³ chloroformu. Mieszaninę reakcyjną utrzymuje się w temperaturze 40°C przez okres 2 godzin. Po zakończeniu procesu zawartość kolby wlewa się do kolby stożkowej zawierającej 200 cm³ alkoholu etylowego. Wytrąca się osad, który pozostawia się w alkoholu aż do chwili gdy stanie się kruchy. Produkt odsącza się na lejku i suszy na powietrzu, po czym waży.

Uwagi:

1. Przystąpienie do wykonania ćwiczenia wymaga zapoznania się z kartami charakterystyk substancji.
2. Przed rozpoczęciem procesu polimeryzacji chloroform uwalnia się od zanieczyszczeń przez przepuszczenie przez kolumnę z tlenkiem glinu (przygotowane przez prowadzącego). Oczyszczony w ww. sposób chloroform używa się do przygotowania roztworu tetrachlorku cyny w chloroformie oraz do przeprowadzenia reakcji polimeryzacji.
3. Przygotowanie roztworu $0,2 \text{ cm}^3$ tetrachlorku cyny w 5 cm^3 chloroformu obejmuje następujące etapy: pobranie za pomocą strzykawki z igłą $0,2 \text{ cm}^3$ tetrachlorku cyny oraz wymieszanie z 5 cm^3 chloroformu.
4. Podczas prowadzenia procesu polimeryzacji nie dopuścić do przekroczenia temperatury 42°C . W przypadku gwałtownego skoku temperatury należy chłodzić mieszaninę reakcyjną zmieniając wodę w łaźni wodnej (pipetą lub strzykawką).

Literatura:

1. Jan Pielichowski, Andrzej Puszyński „Preparatyka polimerów” WNT, Kraków 2005
2. Jan Pielichowski, Andrzej Puszyński „Technologia tworzyw sztucznych” WNT, Warszawa 2003
3. Jan Pielichowski, Andrzej Puszyński „Chemia polimerów” WNT, Kraków 2004
4. Jan F. Rabek „Współczesna wiedza o polimerach” PWN 2008