

**Corso di Laurea Magistrale in Chimica Industriale**  
**Anno Accademico 2024-2025**

**Chimica Industriale Macromolecolare**  
**(Laboratorio)**

**Docente: Prof.ssa Carla Marega**



# Identification Chart/IR (Esperienza 1)

## Obiettivo

Identificare materiali polimerici di uso quotidiano

## Procedura

### Lavorare sotto cappa

Vari materiali polimerici di uso comune verranno analizzati seguendo i percorsi indicati nella Identification Chart che consente l'identificazione mediante semplici operazioni di galleggiamento, successiva bruciatura (**ATTENZIONE i guanti sono infiammabili**) e analisi del colore, odore e tempo e modo di estinzione della fiamma (tenere sempre presente che i materiali sono quasi sicuramente additivati)

Tra i campioni così analizzati si sceglieranno quelli adeguati per l'analisi IR che permetterà di confermare l'identificazione.

## Materiali

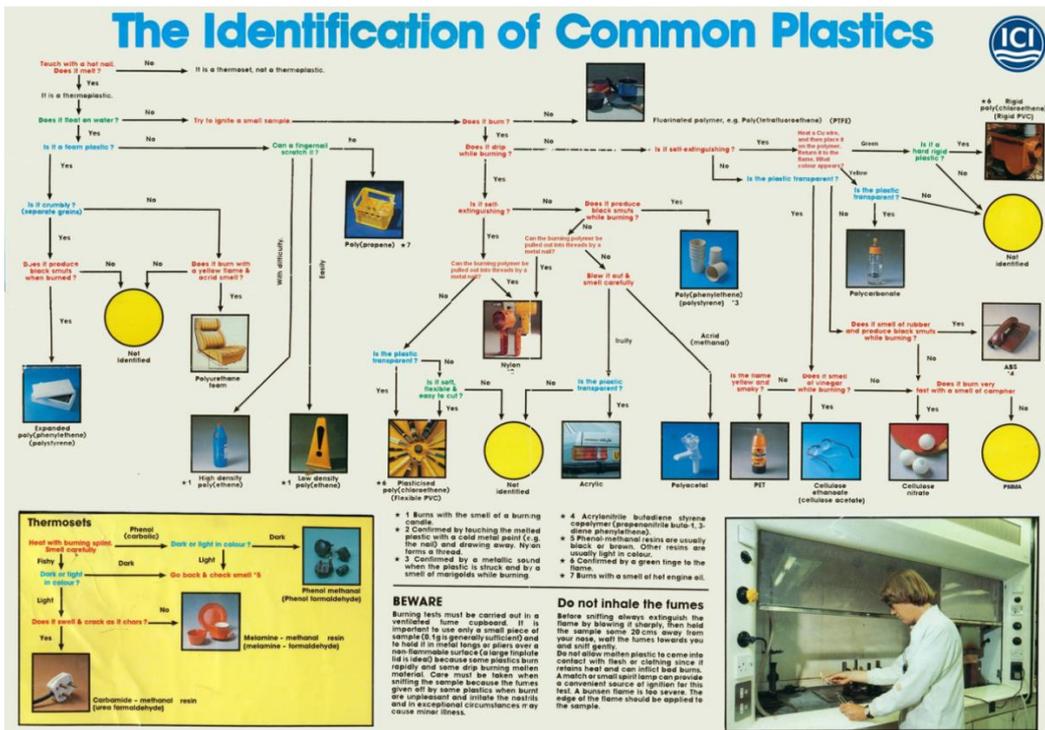
Polimeri reperiti da ogni singolo gruppo tra quelli di uso quotidiano

Non meno di 15 complessivamente, di cui almeno 5 in forma di film trasparente

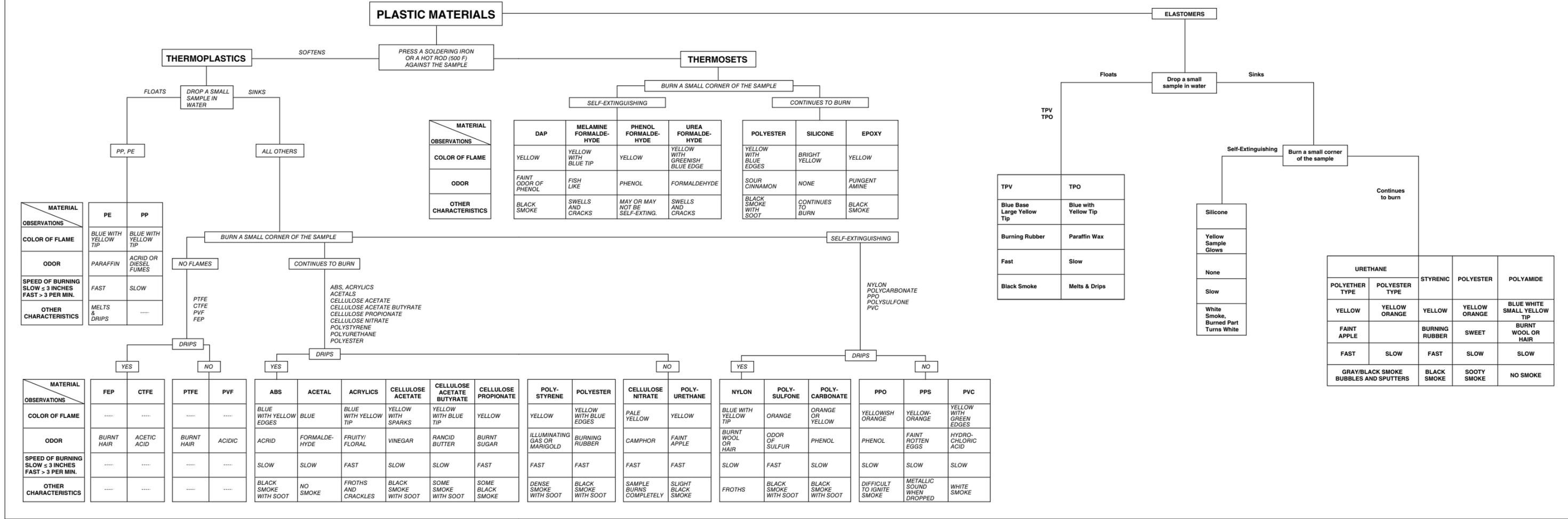
Identification Chart

Becher per le prove di galleggiamento

Accendino (non presente in laboratorio) per le prove di bruciatura



# PLASTICS AND ELASTOMERS IDENTIFICATION CHART



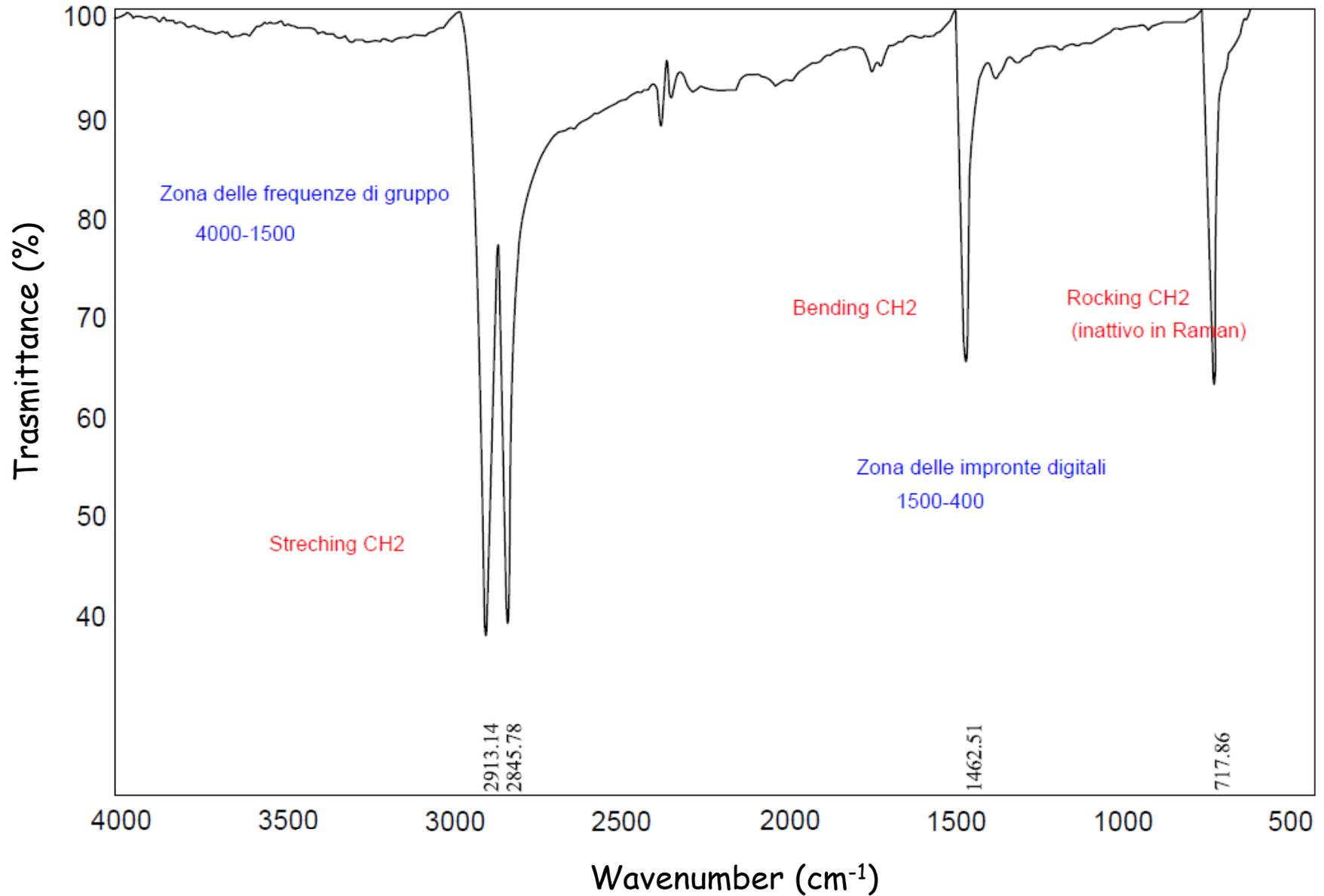
© Vishu Shah, Consultek, LLC, 460-D West Lambert Road, Brea, CA 92821, 714-674-1981

The Plastics identification technique is laid out in flowchart for each step-by-step identification by process of elimination. This is shown in the plastics Identification Chart. There are some basic guidelines one must follow in order to simplify the procedure. The first step is to determine whether the material is thermoplastic or thermoset. This distinction is made by simply probing the sample with a soldering iron or a hot rod heated to approximately 500°F. If the sample softens, the material is thermoplastic. If not, it is thermoset. The next step is to conduct a flame test. It is desirable to use a colorless Bunsen burner. A matchstick can also be used in place of a Bunsen burner. However, care must be taken to distinguish between the odor of the materials used in the match and the odor given off by burning plastic materials. Before commencing the burning test, it is advisable to be prepared to write down the following observations:

1. Does the material burn?
2. Color of flame
3. Odor
4. Does the material drip while burning?
5. Nature of smoke and color of smoke.
6. The presence of soot in the air.
7. Self-extinguishes or continues to burn.
8. Speed of burning--fast or slow

To identify the material, compare the actual observations with the ones listed in the flowchart. The accuracy of the test can be greatly improved by performing similar tests on a known sample. While performing the identification tests, one must not overlook safety factors. The drippings from the burning plastic may be very hot and sticky. After extinguishing the flame, inhale the smoke very carefully. Certain plastics like acetals give off a toxic formaldehyde gas that may cause a severe burning sensation in the nose and chest.

# Polietilene (PE)



## Pressa (Esperienza 2)

### Obiettivo

1-Preparare dei campioni di polimero (iPP, LDPE, eterofasico, composito iPP+Perkalite) nelle due diverse condizioni di trasformazione, in forma di film per la misura del grado di cristallinità

2-Preparare dei campioni di polimero (iPP, LDPE, eterofasico, composito iPP+Perkalite) nelle due diverse condizioni di trasformazione, in forma di barretta per la determinazione delle proprietà fisico-meccaniche

### Preparazione dei campioni in pressa

Porre dei pellet (granuli) di polimero tra due piastre di alluminio, cercare di disporli al centro delle piastre in modo tale che poi, fondendo, vadano a riempire anche la superficie periferica della piastra. Non eccedere con la quantità di campione per evitare fuoriuscite del campione fuso. Incartare tutto con il foglio di alluminio e inserire all'interno della pressa.

Prima di far scaldare la pressa, chiudere i piatti per controllare che, con le piastre che contengono il campione in posizione, si possano chiudere senza sforzo, pur operando una certa pressione. SOLO SE NECESSARIO E DOPO AVER CONSULTATO LA DOCENTE regolare la distanza tra i piatti della pressa con la rotellina posta sul retro dell'asta di comando.

Riscaldare la piastra della pressa al di sopra della temperatura di fusione del polimero e settare il cronometro della pressa a 900 secondi. Posizionare i piatti di alluminio contenenti il campione e, una volta raggiunta la temperatura preselezionata, chiudere la pressa. Un segnale acustico segnalerà il termine del tempo selezionato.

Per i campioni in forma di barretta si devono utilizzare gli stampi, disporre i pellet in modo da evitare la formazione di bolle.

### Condizioni di trasformazione:

1-quenching (raffreddamento rapido per immersione in acqua e ghiaccio al termine della fusione in pressa, le piastre vanno prelevate con i guanti da alta temperatura)

2-raffreddamento lento (al termine della fusione in pressa, si spegne e si lasciano i campioni all'interno fino al giorno dopo)

## **Materiali**

Polipropilene isotattico (iPP)

Polietilene a bassa densità in pellet (LDPE)

Copolimero eterofasico in pellet

Composito iPP+Perkalite

## Istruzioni utilizzo pressa

- Tenere premuto S e impostare la temperatura tramite i pulsanti + e -  
(per il polipropilene T=200°C)
- Tenere premuto T e impostare il tempo tramite i pulsanti + e -
- Impostati i dati di T e t parte il riscaldamento, quando la temperatura sul display raggiunge la T impostata, si chiude la pressa e parte il tempo.



# Calorimetria Differenziale a Scansione (DSC) (Esperienza 3)

## Obiettivo

Determinare temperatura di fusione e grado di cristallinità di materiali polimerici e discutere i risultati

## Procedura

Si imposta il programma di temperatura con un riscaldamento di  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  fino ad una  $T$  tale da ottenere la fusione del campione (circa  $200^{\circ}\text{C}$  per polipropilene isotattico). Il picco ottenuto verrà integrato per determinare l'entalpia associata alla fusione. Il rapporto tra l'entalpia misurata e quella teorica del polimero in esame al 100% cristallino (vedi tabella), corrisponde al grado di cristallinità misurato tramite DSC. Il materiale utilizzato per le misure DSC sarà costituito dai film di polimero ottenuti dalla preparazione in pressa o da pellet originali.

## Materiali

Polipropilene isotattico (iPP) (film, pellet)

Polietilene a bassa densità (LDPE) (film, pellet)

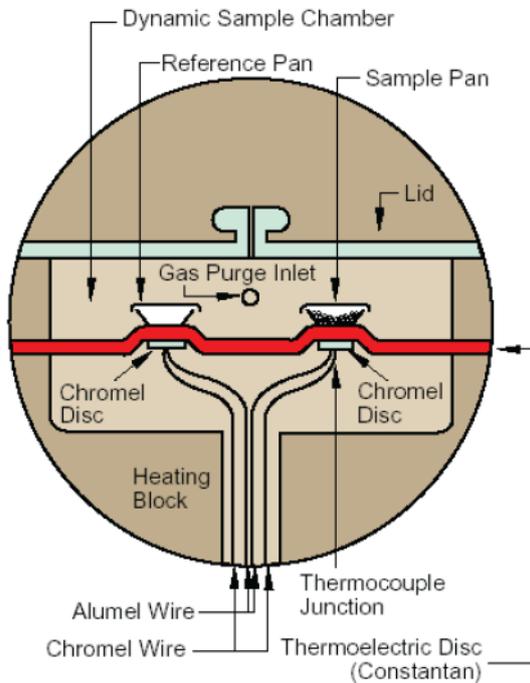
Copolimero eterofasico (film, pellet)

Composito iPP+Perkalite (film, pellet preparati dopo estrusione)

Poliammidi (pellet)



## DSC - Flusso di calore



Il calore fluisce nel campione e nel riferimento attraverso una piattaforma termoelettrica di costantana riscaldata elettricamente

La differenza di temperatura tra campione e riferimento viene misurata dalle termocoppie poste sotto i campioni. Il flusso di calore differenziale è direttamente proporzionale alla differenza tra i segnali in uscita dalle termocoppie

$$X\% = \frac{\Delta H}{\Delta H_{f1}} \times 100$$

$\Delta H_{f1}$  rappresenta l'entalpia di fusione del teorico polimero totalmente cristallino  
(vedi tabella)

**Tabella per DSC**

Sigla	Polimero	Entalpia di fusione 100% cristallino (J/g)	T <sub>m</sub> (°C)
PE	Polietilene	293	130
iPP	Polipropilene isotattico	207	170
PA6	Policaprolattame	230	230
PA11	Poliundecanolattame	244	200
PA12	Polilaurilattame	245	180
PA6,6	Poli(esameten adipamide)	226	270
PA6,10	Poli(esameten sebacamide)	254	240

## Istruzioni utilizzo DSC

- Accendere il PC, inserire USB della scheda di controllo
- Accendere lo strumento
- Pesare 3-4 mg di campione nel crogiolino
- Aprire e togliere i coperchi d'argento
- Posizionare il crogiolino con il campione nell'alloggiamento SAMPLE
- Posizionare un crogiolino vuoto nell'alloggiamento REFERENCE
- Entrare nel programma di acquisizione (icona DSC)

DATA ⇒ Data Acquisition ⇒ Type ⇒ Sample measurement

DATA ⇒ Data Acquisition ⇒ Setting⇒

End Temperature

I dati relativi a Sample e Reference,

Il nome del File ([creare una cartellina con il numero del gruppo in CIM Anno Accademico](#))

CONTROLLER ⇒ Temperature Profile ⇒ Inserire Rate e Target Temp (5°C in più di End Temperature)

DATA ⇒ Start

Alla fine della misura

OPTION ⇒ Fan

Aprire e togliere con le pinze (la fornace è ad alta temperatura) i coperchi d'argento per favorire il raffreddamento

CONTROLLER ⇒ Current Value (per controllare la diminuzione della temperatura, la seconda misura può iniziare  $T < 40^{\circ}\text{C}$  circa)

Minimizzare ad icona e, durante il raffreddamento, procedere con l'elaborazione dei dati

## Elaborazione dati

-Entrare nel programma di elaborazione (icona TA)

FILE ⇒ New ⇒ inserire il nome del file (può essere uguale a quello dell'acquisizione)

FILE ⇒ Load Data ⇒ inserire il nome del file di acquisizione ⇒ Apri  
selezionare Temperature in ascissa e Differential Temp in ordinata

EVALUATION ⇒ Signal Calibration ⇒ Ok

TRACE ⇒ Hide ⇒ selezionare la curva originale

EVALUATION ⇒ Smoothing ⇒ Ok

EVALUATION ⇒ Data Peak Evaluation ⇒ Selezionare in Legend i dati che verranno riportati sul grafico finale ⇒ Ok

Indicare con il cursore sulla curva gli estremi di integrazione

PRINT ⇒ Graphic (accertarsi che la stampante sia accesa e che ci siano fogli)

In TRACE si possono fare modifiche al grafico (cancellare o nascondere tracce, cambiare range in ascissa e ordinata, cambiare colori...)

Se ascissa o ordinata scompaiono, premere il secondo o terzo pulsantino in alto a destra

**NOTA:** nel termogramma le endoterme corrispondono a picchi con minimo

## Instron (Esperienza 4)

### Obiettivo

Determinare la curva stress-strain di materiali polimerici in una misura di trazione e discutere i risultati

### Procedura

Si misurano spessore, larghezza, lunghezza del tratto utile e distanza tra i morsetti per ogni provino. Si impostano i parametri della misura seguendo le istruzioni allegate dello strumento (Instron), con particolare attenzione alla velocità di movimento della traversa superiore (in mm/min).

### Materiali

- Provini di polimeri preparati in pressa
- Provini polimerici di produzione industriale



## Istruzioni utilizzo Instron

-Accendere lo strumento e attendere

DOPO 5 MINUTI

Sul display dello strumento (sul lato) si accende:

2., una luce rossa lampeggiante, una verde fissa

-Accendere il PC

Login: lab6

Password: lab6bis

-Nella cartella s9/OUTPUT/ CIM Anno Accademico creare una cartellina con il numero del gruppo in cui inserire i risultati

-Si entra nel programma dell'INSTRON (icona Series IX/s)



-Premere il primo pulsante a sinistra per bilanciare



-In alto a destra ci sono 3 tasti, premere quello centrale per la taratura (rimuovere il carico se c'è sullo strumento); finita la taratura premere FATTO e attendere 15 minuti per stabilizzare tutti i componenti del carico, poi ritarare il sistema



-Entrare in **METODI**



FILE ⇒ APRI scegliere il metodo da modificare

**Inserire il provino nella cella di carico  
(accertarsi che il provino non scivoli dalle pinze)**

PROVINO ⇒ DIMENSIONE compilare i campi sulle dimensioni del provino

PROVA ⇒ compilare i campi (impostare sempre direzione su)  
(inserire una velocità bassa se non si vuole arrivare precocemente a rottura)

LIMITI ⇒ notare il carico 0.1 N è quello che lo strumento riconosce per la rottura, quindi serve pretensionare il provino ad un valore superiore facendo attenzione all'unità di misura

CALCOLI ⇒ SCHERMO si scelgono i parametri della misura che saranno riportati nel grafico  
(Max. 6)

SI SALVA IL METODO

FILE ⇒ schermo iniziale

-entrare in **PROVA**



⇒ inserire il nome del file dati da salvare nella cartellina del gruppo

⇒ scegliere il metodo

⇒ inserire il nome del file .txt da salvare nella cartellina del gruppo

Premere il tasto  sullo schermo per bilanciare (primo pulsante a sinistra)

**pretensionare**

Premere il tasto  sullo schermo per azzerare (secondo pulsante a sinistra)

AVVIO  (triangolo verde in alto) o **avvio** sul menù

**Alla fine della prova:**

1-I parametri calcolati compaiono in basso a sinistra sullo schermo: copiare lo schermo (CTRL+ALT+STAMP) e incollarlo in PAINT

2-**termina lotto** (compare una finestra ⇒ Continua) ⇒ Annulla (non si salva file report)  
⇒ Annulla ⇒ NO (non si fa un'altra prova)

3-I dati sono salvati nel file .txt

4-Il grafico stress/strain è nel file .mrd (copiare lo schermo (CTRL+ALT+STAMP) e incollarlo in PAINT)

NOTA1: il pulsante nero per lo spostamento si attiva solo dopo essere entrati nel programma

NOTA2: per uscire definitivamente dal programma, in schermo iniziale, EXIT



## ESEMPIO DI METODI

FILE ⇒ APRI ⇒ scegliere il tipo di misura, per esempio 01 trazione

### **Metodo 01 Trazione**

PROVINO ⇒ DIMENSIONE compilare i campi sulle dimensioni del provino

PROVA ⇒ CONTROLLO ⇒ compilare i campi (impostare sempre direzione su e impostare la velocità della traversa [per esempio 1 mm/min, più alta è la velocità e prima si rompe il provino])

LIMITI ⇒ compilare i campi (notare il carico 0.1 N è quello che lo strumento riconosce per la rottura, quindi serve pretensionare il provino ad un valore superiore facendo attenzione all'unità di misura)

LIVELLO CARICO: 0.001 kN

LIVELLO SUPERIORE CARICO: 4.9 kN

CORSA MAX: 950 mm

CALCOLI ⇒ SCHERMO si scelgono i parametri della misura da visualizzare nel grafico (Max. 6)

SI SALVA IL METODO

FILE ⇒ schermo iniziale

## **Estrusione (Esperienza 5)**

### **Obiettivo**

Trasformare tramite estrusione:

1-polipropilene isotattico di produzione industriale

2-composito i-PP+Perkalite

### **Procedura**

Dopo aver preriscaldato le zone dell'estrusore seguendo le istruzioni allegate, si pesano circa 50 g di

1- polipropilene isotattico

e successivamente

2- composito con la perkalite.

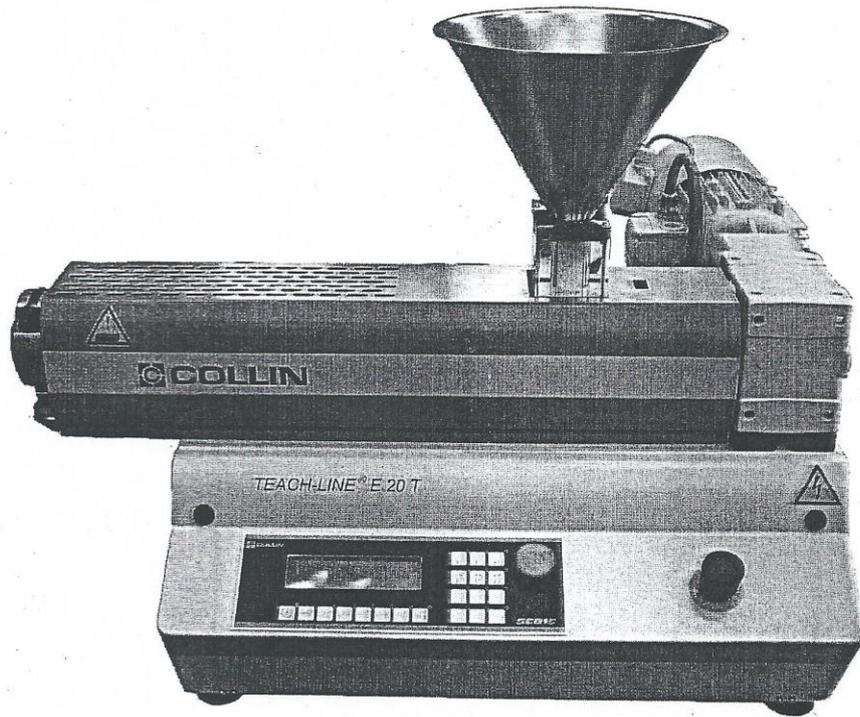
Si immette il polimero (o il composito) nell'estrusore attraverso una tramoggia sotto forma di pellet, uscirà attraverso un foro posto al termine dello strumento un filamento che viene raffreddato tramite un bagno ad acqua.

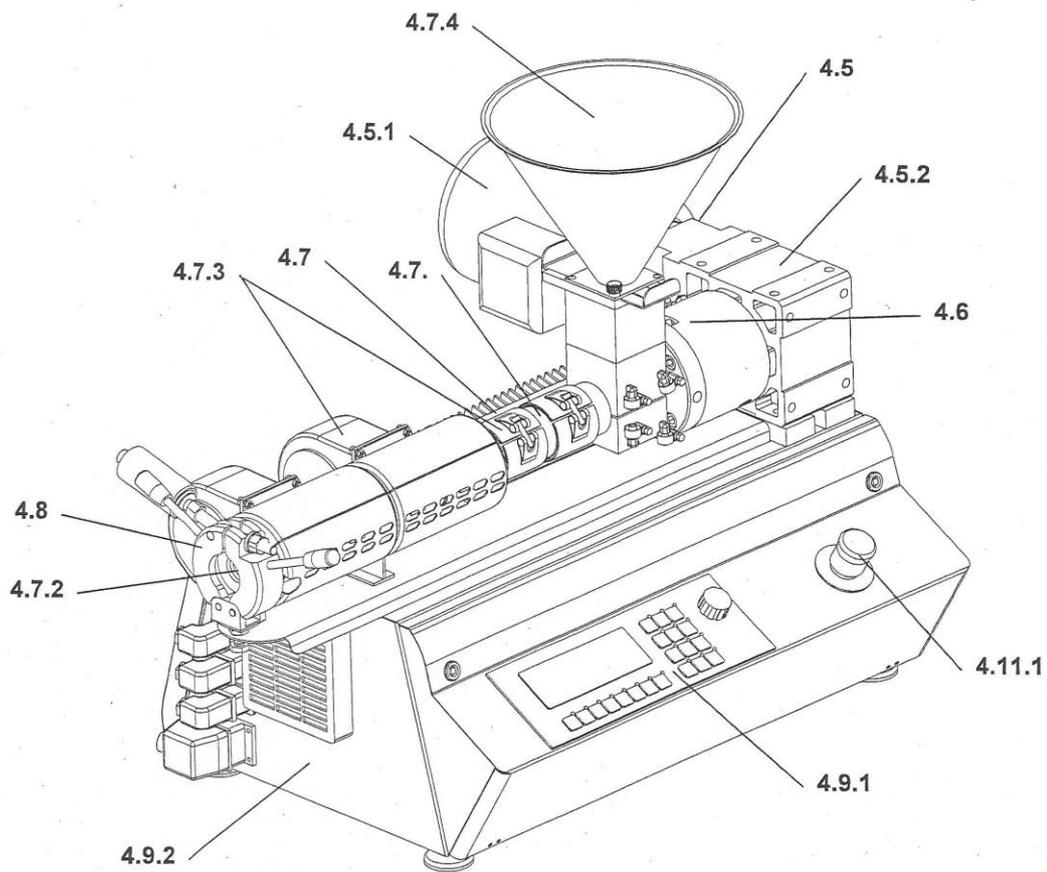
Dopo la raccolta manuale, il filamento verrà tagliato in pellet e il polimero estruso potrà essere utilizzato come materiale di partenza per la preparazione in pressa.

### **Materiali**

Polipropilene isotattico (i-PP) in pellet

Composito i-PP+Perkalite (per preparare il composito si addiziona il polipropilene con circa il 2% in peso di Perkalite).





- 4.5      Unità motrice
- 4.5.1   Motoriduttore AC
- 4.5.2   Trasmissione a ruota conica a denti diritti
- 4.6      Supporto di reazione
- 4.7      Unità di processo
- 4.7.1   Cilindro
- 4.7.2   Vite
- 4.7.3   Riscaldamento/raffreddamento
- 4.7.4   Tramoggia
- 4.8      Flangia di bloccaggio
- 4.9      Equipaggiamento elettrico
- 4.9.1   Quadro di comando
- 4.9.2   Armadio di comando
- 4.11.1  Arresto d'emergenza

## Istruzioni utilizzo estrusore

- Aprire l'acqua (rubinetto verde sul bancone, posizionare nello scarico sotto cappa il tubicino di uscita dell'acqua)
- Accendere l'interruttore generale sulla parete e quello sul fianco destro
- Inserire il polimero nella tramoggia con il fermo inserito
- Tasto di accensione sul pannello a sinistra (tasto del controllore) (controllare che il pulsante di emergenza sia alzato, altrimenti lampeggia)
- Far salire la temperatura gradualmente nelle 5 zone dell'estrusore (pulsanti a destra )

1- 30°C

2- 160°C

3- 190°C

4- 190°C

5- 200°C

- Non superare il 100% di efficienza (3° colonna) altrimenti va in allarme
- Quando la T è raggiunta in tutte le zone si toglie il fermo dall'imbuto, si imposta il numero di giri (tasto di selezione del numero dei giri) tra 10 e 20 e poi si avvia la vite (tasto di azionamento).
- Prima di spegnere portare T a un valore inferiore ai 100°C in tutte le zone

### AVVERTENZE:

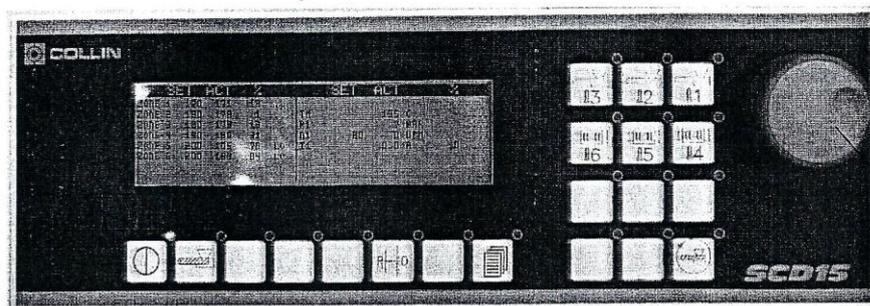
- Se non si accende il tasto del controllore, controllare la temperatura nelle zone, se c'è molta differenza con quella reale, bisogna regolare quella impostata
- Se non si accende il tasto di azionamento controllare che nelle zone 6 e 7 la temperatura sia uguale a quella 'attuale'.

## 4.9 Impianto elettrico

### 4.9.1 Interruttore generale

L'estrusore viene attivato attraverso l'interruttore generale.

### 4.9.2 Quadro di comando



4.9.3

Sul quadro di comando sono sistemati tutti gli elementi di comando e indicazione. Si tratta dettagliatamente di:

- Tasti di selezione dei valori nominali per le zone di riscaldamento e raffreddamento:  
4 temperature cilindri (zona 1-4)  
3 zone utensili (zona 5-7)
 

			
#4	#3	#2	#1
			
#7	#6	#5	
- Tasto di selezione del numero di giri della coclea
 


---
- Tasto del controllore
 


---
- Tasto dell'azionamento
 


---

# Determinazione del grado di isotatticità di un polipropilene (Esperienza 6)

## Obiettivo

Verificare il grado di isotatticità di un polipropilene di produzione industriale

## Procedura

Lavorare sotto cappa, la vetreria deve essere pulita

- 1- Pesare un quantitativo di circa 3-4 g di polipropilene isotattico
- 2- Scioglierlo in o-xilene a 135°C (100 ml circa)
- 3- Raffreddare lentamente a 25°C
- 4- Filtrare
- 5- Mettere il campione raccolto in stufa a seccare
- 6- Pesare il campione (frazione insolubile)

La frazione insolubile è costituita dalle catene isotattiche, quelle atattiche rimangono in soluzione.

## Materiali e reagenti

Bilancia

Polipropilene isotattico

Ortoxilene

Pallone da 250 ml

Condensatore a bolle

Cilindri graduati

Mantello riscaldante

Carta da filtro

Buchner

# Preparazione di polistirene con polimerizzazione a catena radicalica in massa (Esperienza 7)

## Obiettivo

Preparazione del polistirene tramite polimerizzazione a catena radicalica in massa e controllo della resa

## Procedura

Lavorare sotto cappa, la vetreria deve essere pulita

- 1- Mettere a scaldare acqua a 80 °C in un contenitore di vetro di dimensioni adeguate
- 2- Mettere 15 g di stirene libero da inibitore (vedi Nota 1) nel provettone di plastica spessa
- 2- Aggiungere 0.3 g di benzoyl perossido e agitare delicatamente
- 3- Flussare brevemente azoto nel provettone per togliere l'aria e chiudere con parafilm
- 4- Inserire il provettone nell'acqua a 80 °C e mantenere a questa temperatura per circa 2 ore

Quando il contenuto del provettone comincia a diventare viscoso (consistenza di uno sciroppo) e prima che solidifichi completamente

- 5- Scioglierlo in 15 ml di toluene e successivamente aggiungere 150 ml di metanolo per precipitare il polistirene che si è formato.
- 6- Filtrare il polimero (se il polimero formato è poco viscoso, mescolare con una bacchetta di vetro nel metanolo e raccoglierlo senza filtrare)
- 7- Mettere il polimero ottenuto in stufa a seccare
- 8- Calcolare la percentuale di conversione a questo tempo di reazione (indicare il tempo di reazione)

## Materiali e reagenti

Bilancia

Stirene

Soluzione al 25% di NaOH in acqua

Acqua distillata

Benzoyl perossido (iniziatore)

Toluene

Metanolo

Piastra riscaldante con controllo di temperatura

Imbutto separatore per i lavaggi

Provettone di plastica spessa

Beuta per filtrare

Buchner

Carta da filtro

### **Nota 1**

Lavare lo stirene monomero almeno due volte con porzioni da 25 ml di NaOH acquoso per rimuovere l'inibitore; lavare almeno altre due volte con 25 ml di acqua distillata per rimuovere ogni traccia di idrossido e controllare il pH.

# Preparazione di polistirene con polimerizzazione a catena radicalica in emulsione (Esperienza 8)

## Obiettivo

Preparazione del polistirene tramite polimerizzazione a catena radicalica in emulsione e controllo della resa

## Procedura

Lavorare sotto cappa, la vetreria deve essere pulita

- 1- Mettere a scaldare acqua a 80 °C in un contenitore di vetro di dimensioni adeguate
- 2- Mettere 12.82 g di acqua distillata in un pallone a tre colli con inserito un agitatore magnetico
- 3- Aggiungere 7.12 g di stirene libero da inibitore (vedi Nota 1), 3.14 ml di potassio persolfato allo 0.68% (vedi Nota 2) e 10 ml di sodiolauril solfato al 3.56%
- 4- Flussare continuamente azoto nel pallone per rimuovere l'aria
- 5- Inserire il condensatore a bolle
- 6- Inserire il pallone nell'acqua a 80 °C e mantenere a questa temperatura per circa tre ore in modo da permettere una buona conversione del polimero (vedi Nota 3)
- 7- Versare l'emulsione in un becher
- 8- Isolare il polimero formatosi aggiungendo una piccola quantità di Alum direttamente nell'emulsione (vedi Nota 4), facendo bollire
- 9- Filtrare il polimero
- 10- Mettere il polimero ottenuto in stufa a seccare
- 11- Calcolare la percentuale di conversione a questo tempo di reazione (indicare il tempo di reazione)

## Materiali e reagenti

Bilancia

Stirene

Soluzione al 25% di NaOH in acqua

Acqua distillata

Potassio persolfato (iniziatore)

Sodio laurilsolfato (emulsionante)

Alum (alluminio potassio solfato dodecaidrato)

Piastra riscaldante con controllo di temperatura

Condensatore a bolle

Imbuto separatore per i lavaggi

Pallone a tre colli

Ancoretta magnetica  
Beuta per filtrare  
Buchner  
Carta da filtro

### **Nota 1**

Lavare lo stirene monomero almeno due volte con porzioni da 25 ml di NaOH acquoso per rimuovere l'inibitore; lavare almeno altre due volte con 25 ml di acqua distillata per rimuovere ogni traccia di idrossido e controllare il pH.

### **Nota 2**

Il potassio persolfato si degrada velocemente in acqua

### **Nota 3**

Controllare che il condensatore a bolle non rimuova troppo liquido (tenere il flusso di azoto al minimo) ed eventualmente inserire una piccola quantità di acqua distillata preriscaldata a 80°C.

### **Nota 4**

Se alla fine della polimerizzazione il liquido fosse insufficiente per procedere con l'ebollizione dopo l'aggiunta dell'Alum, inserire una piccola quantità di acqua distillata preriscaldata a 80°C.

# Preparazione di poliammide 6,10 per polimerizzazione interfacciale (Esperienza 9)

## Obiettivo

Preparazione della poliammide 6,10 tramite polimerizzazione interfacciale e controllo della resa

## Procedura

Lavorare sotto cappa, la vetreria deve essere pulita

- 1- Preparare una soluzione di 3.0 ml di sebacoil cloruro (0.014 mol) sciolto in 100 ml di tetracloroetilene (vedi Nota 1)
- 2- Metterla in un becher da 250 ml alto e stretto
- 3- Versare con attenzione e lentamente nella soluzione di acido una soluzione di 4.4 g (0.038mol) di esametildiammina (vedi Nota 2) sciolta in 50 ml di acqua distillata
- 4- Prendere con le pinze il film di poliammide che comincia a formarsi all'interfaccia delle due soluzioni e arrotolarlo delicatamente e in modo continuo, su una bacchetta di vetro cercando di non romperlo. Fermarsi quando uno dei reagenti viene a mancare.
- 5- Lavare la fettuccia di polimero ottenuta con una soluzione acquosa al 50% di etanolo, mettere in stufa a seccare, pesare e determinarne la resa.

## Materiali e reagenti

Bilancia

Sebacoil cloruro

Tetracloroetilene

Esametildiammina

Acqua distillata

Soluzione al 50% di etanolo in acqua

Becher da 250 ml

Cilindro graduato

Bacchetta di vetro

Pinze lunghe

## Nota 1

I reagenti devono essere puri ma non è necessario distillarli prima dell'uso.

## Nota 2

Un leggero eccesso di diammina è utile per "chiudere" la polimerizzazione.

L'eccesso di diammina usato nell'esperimento agisce anche come accettore acido.

# Preparazione di polipirrolo e misura della conduttanza (Esperienza 10)

## Obiettivo

Preparazione del polipirrolo e controllo della conduttanza.

## Procedura

Lavorare sotto cappa, la vetreria deve essere pulita

- 1- Preparare una soluzione (A) di 1 ml di Pirrolo in 350 ml di acqua deionizzata nel becher da 500 ml. Agitare fino a completa omogeneizzazione (circa 15 min, alla fine la soluzione deve apparire limpida)
- 2- Preparare una soluzione (B) di 2.2 g di  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  in 100 ml di acqua deionizzata.
- 3- Formare una soluzione (C) mescolando 50 ml della soluzione (A) con 50 ml della soluzione (B) nel becher da 200 ml, agitare bene. Immergere completamente nella soluzione due strips di carta da filtro e cercando di mantenerle immerse, agitare lentamente per circa un'ora
- 4- Contemporaneamente, immergere completamente una strip nella soluzione (A) e una nella soluzione (B) separatamente, lasciandole per circa 15 - 20 min, quindi estrarle, lavarle con acqua deionizzata e metterle ad asciugare su carta
- 5- Dopo circa un'ora estrarre le due strips dal becher con la soluzione (C) che devono essere ormai nere, lavarle con acqua deionizzata e asciugare su carta
- 6- Stendere su un'altra strip della grafite con una matita o con il carboncino.
- 7- Controllare la resistenza delle strip con il tester, tramite misure a diversa distanza dei puntali, riportare i dati di resistenza ottenuti (o la conduttanza) in funzione della distanza e discutere i risultati ottenuti.

## Materiali e reagenti

Pirrolo

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Acqua deionizzata

Becher da 500 ml, 200 ml, 100 ml

Cilindro graduato da 250 ml, 100 ml Pipetta graduata da 1 ml

Ancoretta magnetica

Agitatore magnetico

Pinzetta

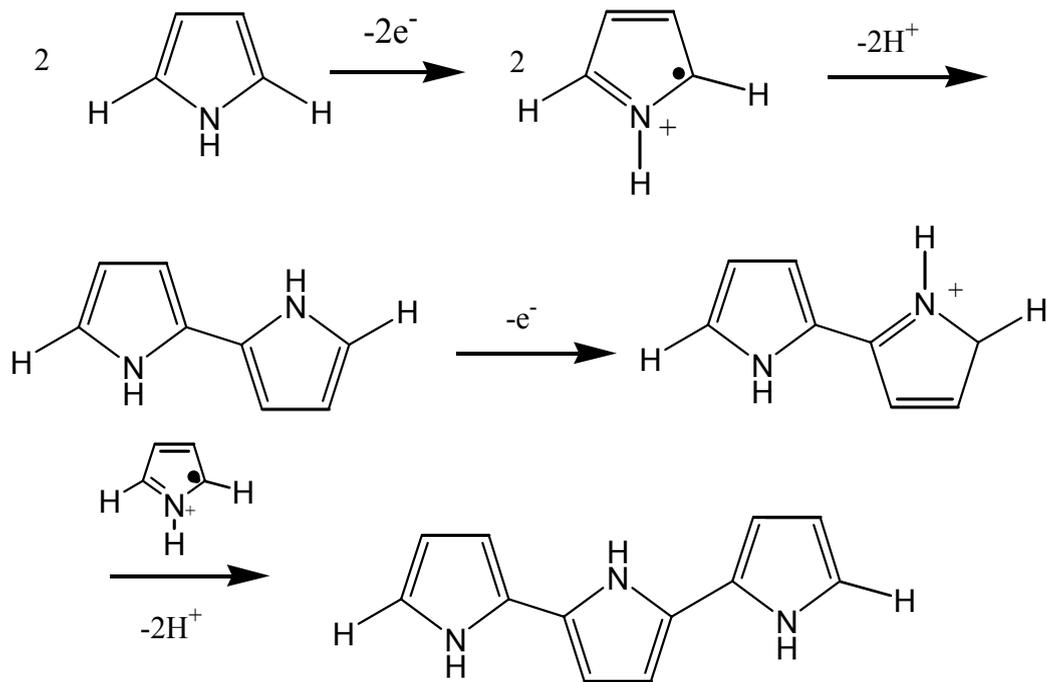
Bacchettine di vetro

Matita (la grafite deve essere cristallina, per esempio HB)

Tester

6 strip di carta da filtro 2X8 cm

Polypyrrole (PPy) can be formed chemically or electrochemically through oxidative polymerization of pyrrole monomer, Figure 1.



**Figure 1.** Oxidative polymerisation of pyrrole to polypyrrole proceeds via a one electron oxidation of pyrrole to a radical cation, which subsequently couples with another radical cation to form the 2,2'-bipyrole. This process is then repeated to form longer chains.