

Andreas Stanzel

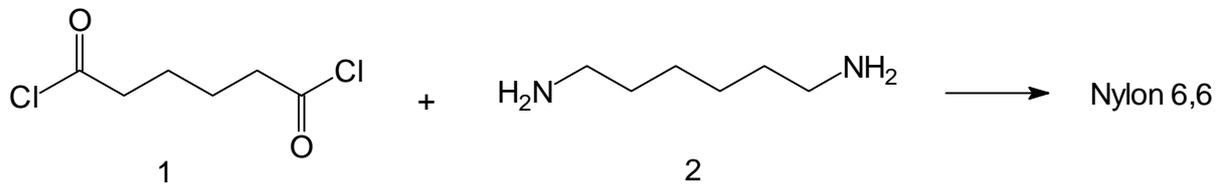
Protokoll zu Versuch 8: Grenzflächenkondensation

1. Allgemeiner Teil

Bei der Polykondensation reagieren Moleküle mit bifunktionellen Gruppen miteinander. Prinzipiell sind bei dieser Stufenreaktion zwei verschiedene Kombinationen möglich. Entweder wird ein Monomer eingesetzt, welches zwei verschiedene funktionelle Gruppen besitzt ein, oder es werden zwei verschiedene bifunktionelle Monomere mit je zwei gleichen funktionellen Gruppen eingesetzt. Die Herstellung von Polykondensaten mit hohen Kettenlängen ist auch in der Industrie schwierig. Z.B. besitzen Polyester, wie Nylon und Perlon nur Molekulargewichte um 20.000, während technische Polymerisate, wie Plexiglas, Polystyrol und PVC in der Regel Molekulargewichte um 300.000 haben. Gemäß der Gleichung von W. H. Carothers, der ein Pionier auf dem Gebiet der Polykondensation ist, werden hohe Polymerisationsgrade, und damit lange Ketten erst bei sehr hohen Umsätzen erzielt. Während der Reaktion wird ständig HCl abgespalten, welches abgetrennt werden muss, damit die Gleichgewichtsreaktion zu Gunsten des Polykondensats verschoben wird. Eine andere Möglichkeit, das Gleichgewicht nach rechts zu verschieben ist die Abtrennung des Polykondensates aus der Reaktionslösung. Für thermisch wenig belastbare Ausgangskomponenten oder sehr hoch schmelzende Polykondensate eignet sich daher eine Reaktion die analog der Schotten-Baumann-Reaktion abläuft. Das Diamin und das Natriumcarbonat, welches die Salzsäure abfängt werden in Wasser gelöst. Das Säurechlorid wird in Chloroform gelöst. Da beide Lösungen nicht miteinander mischbar sind erhält man eine Grenzfläche zu der die Monomere hin diffundieren können und ein Polykondensat bilden können. Der entstehende Film wird in der Mitte vorsichtig herausgezogen. Es ist eine gleichmäßige Geschwindigkeit zu wählen. Wenn zu schnell gezogen wird, reißt der Faden da am Rande der Grenzfläche die Monomere nicht schnell genug zum Reaktionsort diffundieren können und der Faden dann zu dünn wird. Bei zu langsamer Ziehgeschwindigkeit können sich unschöne Einschlüsse von Lösemittel bilden.

2. Experimenteller Teil

1,5 ml (10 mmol) Adipinsäuresichlorid (**1**) wurden in 50 ml Chloroform gelöst. Des weiteren wurden 2,2 g (19 mmol) Hexamethyldiamin (**2**) und 4,0 g (38 mmol) Natriumcarbonat in 60 ml Wasser gelöst.



2.1 Das Fadenziehen

25 ml der organischen Lösung wurden in ein hohes 100 ml Becherglas gegeben und vorsichtig mit 30 ml der wässrigen Lösung überschichtet. Der sich an der Grenzfläche sofort gebildete Film wurde in der Mitte vorsichtig mit einer Pinzette erfasst und herausgezogen. Der Faden wurde anschließend kontinuierlich auf einer Spindel aufgewickelt, wobei er gleichzeitig mit Wasser gespült wurde. Nach dem Recken wurde der Faden zum trocknen aufgehängt. Es wurde ein etwa 50 cm langer Faden erhalten.

2.2 Die Perlkondensation

Die restliche Diaminlösung wurde in einen 300 ml Erlenmyerkolben gegeben. Unter Einleiten von Stickstoff durch eine Pasteurpipette wurde die restliche organische Lösung unter heftigen Rühren eingetropt. Das entstandene Produkt wurde noch 2 Stunden lang heftig gerührt, abgenutscht und getrocknet. Bei genauem Hinsehen konnte man wenige Perlen erkennen, dass Gesamtergebnis war aber eher dürftig.

4. Literatur

Praktikumsanleitung

B. Vollmert, *Grundriss der makromolekularen Chemie*, Vollmert-Verlag, Karlsruhe 1988