

令和 5 年度 化学生命工学実験 4

ラジカル共重合、リビングラジカル重合、界面重縮合

学籍番号 : 082110424

氏名 : 中村優作

班 : B-3

実施日 : 2024/1/11/, 1/16, 1/17

1 目的

2 操作

2.1 MMA と St のラジカル共重合

試験管に、メタクリル酸メチル (MMA) 3.14mL (2.94mmol)、スチレン (St) 1.45mL (12.6mmol)、アゾビスイソブチロニトリル (AIBN) 水溶液 1.34mL (AIBN: 0.06mmol) を加えた。セプタムで蓋をして密閉した。試験管を氷浴に入れて N_2 で 3 回排気、充填をした。その後、 $120^\circ C$ のオイルバスに入れ 30 分間攪拌をした。その後、氷浴に入れて重合をクエンチした。

500mL ビーカーにメタノール 200mL を加え、マグネティックスターラーで攪拌をした。ピペットを用いて、攪拌中のメタノールにゆっくりと滴下したところ、白い沈殿が析出した。吸引濾過で生成物を回収した。生成物を 6mL のクロロホルムに溶かした。300mL ビーカーに 200mL のメタノールを用意し、マグネティックスターラーで攪拌をした。そこに調整したクロロホルム溶液をゆっくり加えたところ、白い沈殿が析出した。吸引濾過で生成物を回収し、濾紙で乾燥させた。生成物の重量を測定したところ、0.7986g であった。

2.2 MMA と St のリビングラジカル重合

試験管に、メタクリル酸メチル (MMA) 3.14mL (2.94mmol)、スチレン (St) 1.45mL (12.6mmol)、St-TEMPO 水溶液 1.34mL (AIBN: 0.06mmol) を加えた。セプタムで蓋をして密閉した。試験管を氷浴に入れて N_2 で 3 回排気、充填をした。その後、 $120^\circ C$ のオイルバスに入れ 24 時間攪拌をした。その後オイルバスから取り出し、氷浴に入れて重合を急冷した。

500mL ビーカーにメタノール 200mL を加え、マグネティックスターラーで攪拌をした。反応溶液に $CHCl_3$ を 4mL 加えた。この反応溶液を攪拌中のメタノールに対してゆっくり滴下した。吸引濾過でポリマーを回収したところ、??であった。

2.3 界面重縮合

$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ を (2.5g) とヘキサメチレンジアミン 2.0g (17mmol) を 200mL ビーカーに加えた。このビーカーに蒸留水 50mL を加え溶かした。また、300mL ビーカーに、セバコイルクロリド 5mL (23mmol)、四塩化炭素 50mL を加え溶液を調整した。

ヘキサメチレンジアミンの水溶液をセバコイルクロリドの溶液にゆっくりと加えた。界面で反応が起こり白い膜 (ナイロン) が生成した。ガラス棒でナイロンを巻き取り、全て回収した。得られたポリマーを水で洗浄し、1 日乾燥させた。

3 結果

4 考察

5 設問/課題

参考文献