

## Polímeros de Silicio: Síntesis de Boligoma

### Problema

- ¿Cómo influye la variación de la proporción de óxido de boro en las propiedades físicas del polímero sintetizado?  
¿Cuál fue la proporción óptima de  $B_2O_3$  para esta síntesis?

### Material:

1 Dewar y Trampa para Línea de vacío (por grupo)	
1 Adaptador con llave (con junta igual a matraces bola pequeños o incluir reducción para junta macho 24 y hembra 14)	
Matraces bola: 2 de 100/50 y 1 de 250 mL (24/40)	Termómetro (400°C)
Vaso de pp: 2 de 100 y 1 de 500 mL	Nave para pesar
Embudo de separación	Refrigerante (24/40)
Barra de agitación magnética	2 Mangueras de látex
Soporte	Pinzas de tres dedos
Parrilla de agitación magnética	Varilla de vidrio
Probeta graduada (30 mL)	Propipeta
Pipeta graduada (10 mL)	Grasa para las juntas
Kitasato de 100 mL	Embudo Buchner
Equipo de destilación Quickfit ó Rotavapor	Espátula
Recristalizador para baño de aceite /arena	Línea de Vacío
Papel pH	Papel filtro

### Reactivos:

Óxido de Boro	Sulfato de magnesio anhidro
Diclorodimetilsilano ( $Me_2SiCl_2$ )	éter etílico
Disolución al 10% de bicarbonato de sodio (1/2 L)	Agua destilada
Arena o Baño de aceite	

### Desarrollo Experimental:

Todo el experimento debe llevarse a cabo en la campana:

a) Hidrólisis: En un matraz bola de 250 mL que contiene una barra de agitación magnética se colocan 15 mL de  $Me_2SiCl_2$ . Coloque un refrigerante al matraz y adicione 30 mL de éter etílico mientras agita la mezcla. Después adicione 30 mL de agua gota a gota (la reacción procede vigorosamente si la adición del agua es rápida). Cuando el burbujeo de la reacción cese, quite el refrigerante, separe la capa acuosa y determine su pH, puede descartar esta fase acuosa al pasar el contenido a un embudo de separación. Adicione lentamente a la fracción de éter una disolución de bicarbonato de sodio al 10% para lavar (15 mL). Descarte la fase acuosa como lo hizo en el paso anterior, mida el pH y continúe con la neutralización hasta que la fase acuosa ya no esté ácida. Para finalizar agregue agua, separe y descarte la fase acuosa. Trasfiera su fase orgánica a un vaso de precipitados y seque la fase de éter con sulfato de magnesio anhidro. Decante la disolución de éter, filtre cualquier sobrante de sulfato de magnesio y vacíe en un matraz bola de 100 o 50 mL con una barra de agitación previamente pesados. Destile el éter utilizando un baño de agua en un rotavapor o con un equipo de destilación. Al finalizar coloque el adaptador con llave al matraz

y llévelo a la línea de vacío para eliminar las últimas trazas de éter y agua. Pese para calcular el rendimiento.

b) Intercalación: Coloque el producto en un vaso de precipitados y agregue  $B_2O_3$  (7%, 5% y 3% del peso del producto, según se le indique) mientras agita constantemente con una varilla de vidrio y calienta a  $200^\circ C$  usando un baño de arena o aceite. El producto comenzará a adquirir el aspecto de una masilla en aprox. 30 min. En ese momento puede suspender el calentamiento. Deje enfriar y saque el producto.

Desechos: El éter destilado puede reemplazarse y los desechos acuosos deben neutralizarse.

*Tiempo aproximado: 3 hrs.*

Propiedades del producto:

Anote las características físicas de su producto y las diferencias observadas. a) Forme esferas del mismo peso de los diferentes productos. Deje caer la esfera desde la altura de la mesa y determine la altura a la cual rebota. b) Estire lentamente cada boligoma y determine la longitud máxima que alcanza antes de romperse. c) Coloque las esferas sobre una superficie plana y observe en cuanto tiempo pierde la forma esférica. Observe si las propiedades cambian pasada una semana.

**Cuestionario**

1. La reacción entre los halogenuros de alquilo (análogos de los organosilanos halogenados) y el agua produce el correspondiente alcohol. Sin embargo, la reacción que usted ha llevado al cabo no produjo el correspondiente \_\_\_\_\_, ya que éstos condensan bajo las condiciones de hidrólisis dando diferentes \_\_\_\_\_, que comúnmente son llamados \_\_\_\_\_.
2. Escriba las reacciones que se llevan a cabo al mezclar diclorotrimetilsilano y agua.
3. ¿Que hubiera pasado durante la hidrólisis si se hubiera adicionado clorotrimetilsilano a la mezcla éter/diclordimetilsilano?
4. ¿A qué se debe el cambio del aceite de silicona a boligoma? ¿Cuál es la función del óxido de boro?
5. ¿Cómo se modifican las propiedades de la boligoma cuando varía la cantidad de óxido de boro? Organice sus observaciones en la tabla.

Boligoma % $B_2O_3$	Aspecto		Rebote máximo		Elongación máxima		Deformación	
3								
5								
7								

6. ¿A qué se deben las diferencias observadas?
7. ¿Cambiaron las propiedades pasada una semana?
8. De acuerdo con sus observaciones ¿cuáles fueron las proporciones optimas de  $B_2O_3$  para la obtención de boligoma?

9. ¿Podría usted dar una explicación del porque de las diferentes propiedades físicas y químicas de SiO<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub>?
10. Se conocen una enorme variedad de polímetros de silicio. Busque en la literatura un ejemplo de siliconas que tengan aplicaciones en medicina y un ejemplo con aplicación en la industria pesada.

### Bibliografía

- ❖ Z. Szafran, R. m. Pike, M. M. Singh, "Microscale Inorganic Chemistry", NY Waveland Press, Inc. 1991, p 176-181.
- ❖ .Kirk-Othmer, "Encyclopedia of Chemical Technology" Vol. 20, NY, 3ra. Ed. Wiley-Interscience, 1979, p 922-962.
- ❖ Armitage, D. A. y colaboradores, *J. Chem. Educ.* 50 (1973) 434.
- ❖ Hojas de seguridad HSM (MSDS): Se recomienda buscar el número de producto (sigma-aldrich) o el CAS para facilitar la búsqueda en páginas web como <http://www.sigmaaldrich.com/mexico.html> que proporciona hojas de seguridad en español de sus productos. Una vez encontrado el reactivo debe ir a la página de este pulsando el número aldrich del mismo y en está página en el costado derecho podrá encontrar la MSDS que busca. Para realizar búsquedas en otra páginas es recomendable buscar primero el número CAS y con este la MSDS para facilitar su búsqueda. Algunas páginas que puede consultar son: <http://www.gfschemicals.com/> (ir a Search); <http://www.mallbaker.com/Default.asp> (seleccionar México e ir a msds en Quick links); <http://www2.hazard.com/msds/index.php>; <http://www.msds.com/>; <http://www.chemexper.com/> (buscar compuesto y después msds); <http://www.msdsonline.com/> (ir a msds search arriba a la derecha).

### Trabajo Previo

- Busque la Hoja de Seguridad del Material (HSM, en inglés MSDS) de reactivos, disolventes y productos (o la información equivalente). Escriba y Estudie cada uno de los apartados para: los peligros, primeros auxilios, acciones por incendios, liberación accidental, manipulación y almacenamiento, protección personal, información toxicológica, información ecológicas, y consideraciones relativas a la eliminación de cada una de las sustancias.
- Antecedentes e introducción: Organopolisiloxanos o silicona, generalidades.