

Zakład Technologii Chemicznej
Wydział Chemii Uniwersytetu Warszawskiego
Pracownia Nowych Materiałów

Ćwiczenie 11

Wybrane metody fizykochemiczne badania polimerów.

Opracowali: dr Elżbieta Megiel, dr hab. inż. Andrzej Kaim

Cel ćwiczenia: . Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z najprostszymi fizykochemicznymi metodami badania własności homopolimerów: polistyrenu i poliakrylonitrylu oraz kopolimeru styren - akrylonitryl i zbadanie zależności między składem kopolimeru, a jego własnościami fizykochemicznymi.

Studenci otrzymują pięć próbek oznaczonych odpowiednio:

próbka nr 1 poliakrylonitryl

próbka nr 2 kopolimer sporządzony z mieszaniny wyjściowej monomerów w składzie $x_{styrenu} = 0,2$, $x_{akrylonitrylu} = 0,8$

próbka nr 3 kopolimer sporządzony z mieszaniny wyjściowej monomerów w składzie $x_{styrenu} = 0,5$, $x_{akrylonitrylu} = 0,5$

próbka nr 4 kopolimer sporządzony z mieszaniny wyjściowej monomerów w składzie $x_{styrenu} = 0,8$, $x_{akrylonitrylu} = 0,2$

próbka nr 5 polistyren

Próbki zostały otrzymane w wyniku procesu polimeryzacji rodnikowej w rozpuszczalniku (toluenie) prowadzonej w temperaturze 75°C , inicjatorem był nadtlenek benzoilu.

1. Badanie rozpuszczalności polimeru w wybranych rozpuszczalnikach.

Małą ilość (ok. 100mg) polimeru umieścić w probówce napełnionej w 1/3 rozpuszczalnikiem i pozostawić na okres 2 godz. od czasu do czasu wstrząsając. Po dwóch godzinach ocenić wygląd próbki: pęcznienie, bez zmian, rozpuszczanie.

2. Ocena zachowania się próbki w płomieniu

Próbkę należy umieścić na łopatkę i wprowadzić do części ostrej tj. nieświecącej płomienia palnika gazowego tak, aby próbka zanurzona była w płomieniu. Można też zastosować szczypcę i wprowadzić wprost do płomienia. Należy obserwować zjawiska zachodzące w bezpośrednim kontakcie z płomieniem jak i po wyjęciu próbki, jeżeli próbka się pali płomień należy zdmuchnąć. W czasie analizy notuje się: stopień łatwopalności, stwierdzenie, czy próbka gaśnie po wyjęciu z płomienia czy też nie, rodzaj płomienia, rodzaj płomienia (świeący, kopący), barwę płomienia i układ barw (np. barwna obwódka), zmiany wyglądu tworzywa pod wpływem płomienia (topienie się tworzywa, zwęglanie, tworzenie się pęcherzy, itp.), zapach gazów wydzielających się podczas palenia.

Uwaga:

Próbkę należy ogrzewać wolno. Jeśli płomień będzie zbyt duży rozkład odbędzie się za szybko, by zaobserwować zachodzące zjawiska.

3. Analiza składu kopolimeru na podstawie widm IR

Widma IR mają być wykonane w formie pastylek z KBr za pomocą spektrofotometru typu Specord. W tym celu należy sporządzić naważki z próbek po 3mg i dodać 300mg KBr. Specjalnym młynkiem do próbek rozdrobnić i uzyskaną mieszaninę sprasować prasą do postaci pastylek. Widmo wykonuje się w zakresie $500 - 4000 \text{ cm}^{-1}$. Dla każdej z próbek wykonuje się po dwa widma. Na podstawie analizy pasma 2240 cm^{-1} (odpowiada drganiu rozciągającemu grupy $\text{C}\equiv\text{N}$) i dołączonej krzywej wzorcowej obliczamy zawartość akrylonitrylu w kopolimerze w próbce oznaczonej 2, 3, 4. Na podstawie analizy pasma 3010 cm^{-1} (odpowiada jednemu z czterech drgań rozciągających szkieletowych pierścienia aromatycznego Ar-H) i dołączonej krzywej wzorcowej obliczamy zawartość styrenu w kopolimerze w próbce oznaczonej 2,3,4.

4. W opisie powinno znaleźć się:

- Analiza wyników rozpuszczalności polimerów oraz dyskusja wpływu składu kopolimeru (wyznaczonego z widm IR) na jego rozpuszczalność.
- Analiza zachowania się badanych kopolimerów w płomieniu palnika.
- Analiza widm IR: interpretacja widma poliakrylonitrylu i polistyrenu i porównanie z widmami katalogowymi, wyznaczenie składu monomerów w kopolimerach badanych, wyznaczenie współczynników reaktywności metodą Finemana Rossa i porównanie ich z danymi literaturowymi (dołączona publikacja).

