

Studium depolymerace PMMA pomocí TG/FTIR

V této úloze bude studovat chování vzorku PMMA během teplotního programu pomocí couplingu TG/FTIR.

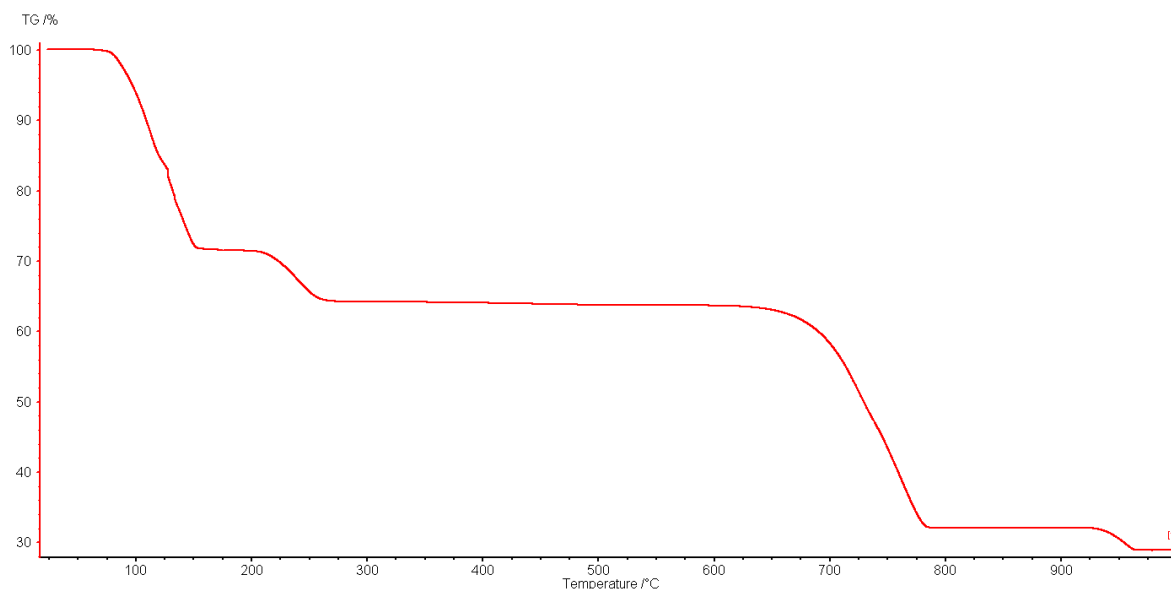
Termická analýza

Termická analýza je soubor metod, které studují chování vzorku během definovaného teplotního programu. Vzorek se umísťuje na DSC držák ve speciálním kelímku z korundu (Al_2O_3).

Termogravimetrie (TG)

Základní metoda termické analýzy, sledujeme hmotnostní změny. Během teplotního programu může docházet k úbytku hmotnosti, který je způsoben degradací materiálu za vzniku plynných zplodin nebo naopak k přírůstku hmotnosti, kdy dochází k reakci vzorku s atmosférou, např. k oxidaci kovů.

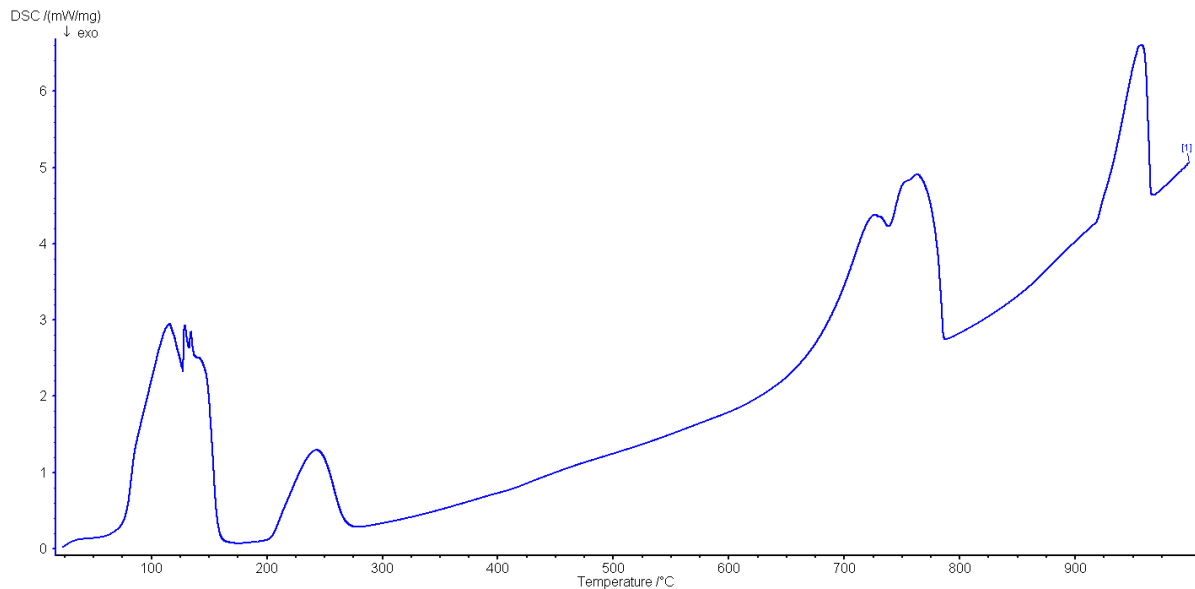
Na termogravimetrické křivce rozlišujeme prodlevy, kdy se hmotnost vzorku nemění a zlomy, kdy dochází ke změně hmotnosti.



Obr. 1 TG křivka modré skalice

Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)

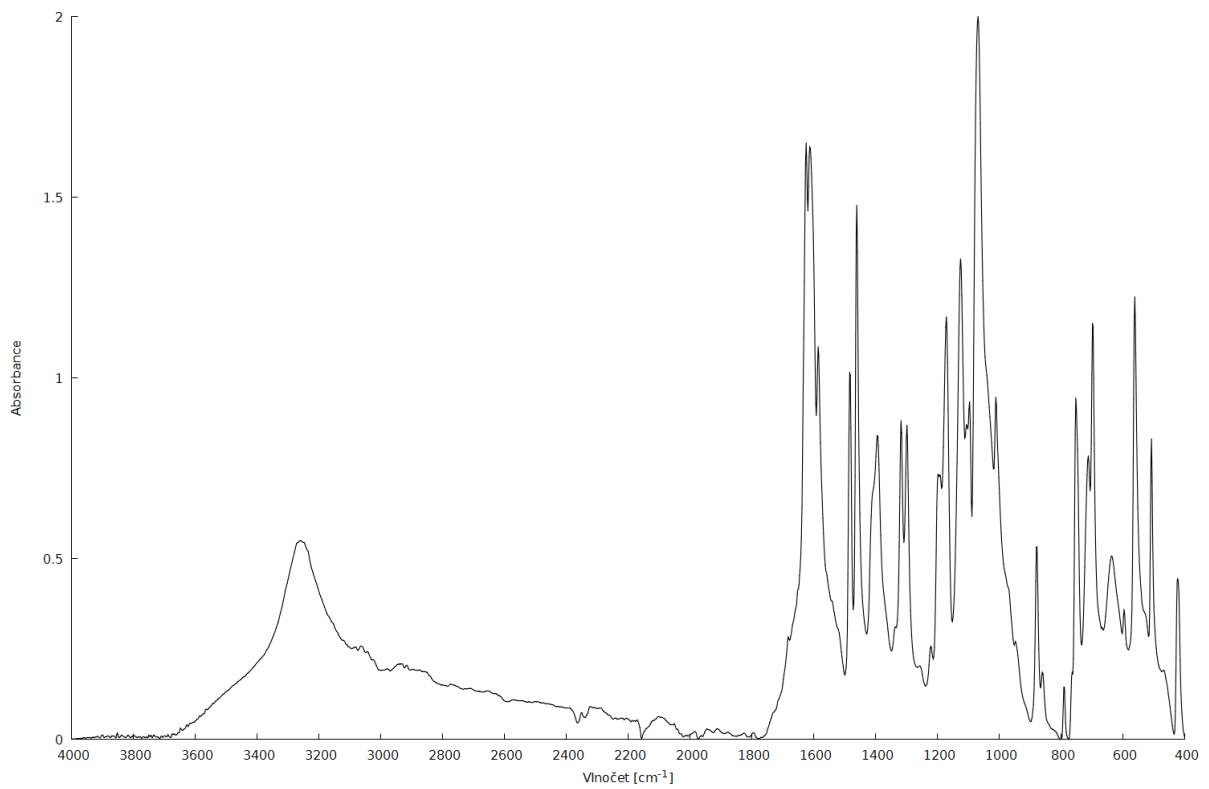
Touto metodou měříme reakční entalpii. Měření probíhá na držáku, který je osazen dvěma citlivými termočlánky, do prvního je zasunut kelímek se vzorkem a do druhého referenční kelímek, který může obsahovat inertní materiál nebo zůstává prázdný. Oba termočlánky jsou zapojeny proti sobě a přístroj zaznamenává rozdíl teplot kelímků. Pokud se vzorek neprochází žádnou změnou, má stejnou teplotu jako reference, pokud ale začnou ve vzorku probíhat např. exotermní procesy, jeho teplota se zvýší (oproti referenci) a na DSC křivce zaznamenáme pík.



Infračervená spektroskopie

Metoda molekulové spektroskopie, která studuje absorpci infračerveného záření vzorkem. Energie infračerveného záření nestačí na změnu elektronových stavů, ale způsobuje změny vibračních a rotačních stavů. Získané IR spektrum je pásové, jednotlivé pásy ve spektru odpovídají vibračním přechodům. Základní podmínkou interakce infračerveného záření s molekulou je změna dipólového momentu během vibrace, která zároveň určuje i intenzitu absorpce záření. Nejsilnější absorpce je u vibrací polárních látek.

Ve spektrech rozeznáváme oblast skupinových vibrací v oblasti $4000-1200\text{ cm}^{-1}$, ve které se vyskytují převážně valenční vibrace funkčních skupin. Druhá oblast spektra je tzv oblast otisku prstu, zhruba v intervalu $1200-400\text{ cm}^{-1}$, v této oblasti nacházíme deformační a kombinační vibrace, vibrace skeletu molekul atd. Tato oblast je pro každou molekulu charakteristická.

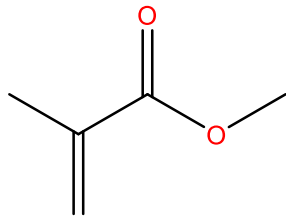


Coupling TG/FTIR

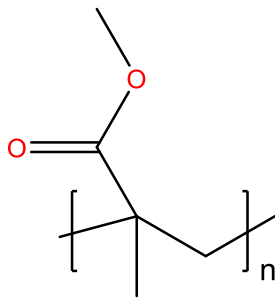
Spojením metod termické analýzy a infračervené spektroskopie nám umožní analyzovat plynné produkty vznikající během zahřívání vzorku v peci termické analýzy. Horní část pece je pomocí temperované kapiláry připojena k infračervenému spektrometru.



PMMA



Methyl-methakrylát



Polymethylmethakrylát
PMMA

Polymethylmethakrylát, neboli plexisklo, je průhledný polymer s vlastnostmi termoplastu. Vyrábí se polymerací methyl-methakrylátu. Při zahřívání v inertní atmosféře je stabilní do teploty cca 250 °C, poté začíná depolymerovat a monomer je možné detekovat v plynné fázi pomocí FT-IR.