

MATERIAŁY POLIMEROWE W FARMACJI - ĆWICZENIE NR 6			
Temat ćwiczenia: ANALIZA PRZEMIAN FAZOWYCH W POLIMERACH METODĄ DSC			
Wydział:	TECHNOLOGIA CHEMICZNA	Stopień: I	Sem.: V
Specjalność:	Inżynieria farmaceutyczna		

1. Cel ćwiczenia:

teoretyczny – zapoznanie się z budową i zasadą działania różnicowego kalorymetru skaningowego oraz metodą wyznaczania temperatur przemian polimerów

praktyczny – wykonanie pomiarów temperatur charakterystycznych (topnienia, krystalizacji, zeszklenia) polimerów

2. Zagadnienia teoretyczne:

różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC) – podstawy teoretyczne; budowa i zasada działania aparatu DSC; krzywe termiczne oraz czynniki wpływające na ich kształt; analiza termiczna polimerów, przemiany fazowe polimerów; metodyka wyznaczania parametrów fizykochemicznych polimerów: temperatury topnienia, temperatury krystalizacji, temperatury zeszklenia, entalpii przemian fazowych, ciepła właściwego, stopnia krystaliczności

3. Literatura:

1. W. Przygocki „*Metody fizyczne badań polimerów*”, WNT, Warszawa 1990
2. Z. Floriańczyk, S. Penczek „*Chemia polimerów*” t. I, wyd. Politechniki Warszawskiej, Warszawa 1998
3. S. Porejko i in. „*Chemia związków wielkocząsteczkowych*”, WNT, Warszawa 1974
4. Instrukcja obsługi aparatu DSC (dostępna u prowadzącego)

4. Spis odczynników:

- a) polietylen
- b) polipropylen
- c) poliamid

5. Wykonanie ćwiczenia:

5.1. Zapoznanie się z budową i zasadą działania aparatu DSC

Do dyspozycji studentów w laboratorium znajduje się instrukcja obsługi różnicowego kalorymetru skaningowego DSC Stare 1 firmy Mettler Toledo i Pyris 6 firmy Perkin Elmer.

Przed przystąpieniem do pracy należy zapoznać się ze schematem aparatu oraz zaleceniami ogólnymi przekazanymi przez prowadzącego.

5.2. Przygotowanie próbek do pomiarów

- a) Wyciąć odpowiedni fragment tworzywa polimerowego z materiału przekazanego przez prowadzącego.
- b) Na wadze analitycznej odważyć 5 do 10 mg badanej próbki.
- c) Umieścić tworzywo w naczynku pomiarowym, przykryć wieczkiem oraz zamknąć przy użyciu prasy.
- d) Umieścić naczynko pomiarowe z próbką w piecu kalorymetru.
- e) Umieścić próbkę odnośnikową (puste naczynko) w piecu kalorymetru.

Uwaga!

Naczynko pomiarowe z analizowaną próbką powinno znajdować się w wyznaczonym miejscu pieca po lewej stronie, a próbka odnośnikowa po prawej.

- f) Zamknąć piec kalorymetru.

5.3. Wykonanie pomiaru

Uruchomić program DSC.

Uwaga!

Instrukcja obsługi tego programu znajduje się w instrukcji obsługi różnicowego kalorymetru skaningowego DSC Stare1 firmy Mettler Toledo i Pyris6 firmy Perkin Elmer.

5.4. Analiza uzyskanych termogramów:

- a) Uruchomić program do analizy otrzymanych termogramów DSC.
- b) Wczytać zbiór zawierający pomiar analizowanej próbki.
- c) Przedstawić krzywą termiczną w postaci zależności **$mW/mg=f(T)$** .
- d) Wyznaczyć temperatury charakterystyczne (topnienia, krystalizacji, zeszklenia).
- e) Wyznaczyć wartości entalpii przemian fazowych.
- f) Wydrukować krzywą termiczną z wyznaczonymi wartościami temperatur charakterystycznych oraz entalpii przemian fazowych.

6. Opracowanie wyników:

6.1. Przedstawić program temperaturowy stosowany w czasie analizy.

Tabela 1

program temperaturowy		
czynność	zakres temperatur	szybkość grzania/chłodzenia
temperatura startowa		
segment ogrzewania próbki		
segment izotermiczny		
segment chłodzenia próbki		

Podać uzasadnienie wyboru danego programu temperaturowego.

6.2. Przedstawić w postaci tabelarycznej wielkości fizykochemiczne wzorców polimerów na podstawie atlasu krzywych termicznych polimerów.

Tabela 2

Wzorce polimerów – parametry fizykochemiczne					
Polimer	T _m [°C]	T _c [°C]	T _g [°C]	ΔH _m [J/g]	X _c [%]

6.3. Przedstawić w postaci tabelarycznej otrzymane wielkości fizykochemiczne analizowanych w trakcie ćwiczenia polimerów.

Tabela 3

Badane polimery – parametry fizykochemiczne					
Polimer	T _m [°C]	T _c [°C]	T _g [°C]	ΔH _m [J/g]	X _c [%]

Stożenie krystaliczności X_c wyznaczyć z zależności:

$$X_c = \frac{\Delta h_t}{\Delta h_{t,100\%}} \cdot 100\%$$

gdzie:

Δh_t – entalpia topnienia analizowanego polimeru

Δh_{t,100%} - entalpia topnienia polimeru o 100% krystaliczności

6.4. Porównać wielkości fizykochemiczne badanego polimeru z danymi wzorcowymi znajdującymi się w atlasie.

6.5. Wyciągnąć wnioski na podstawie przeprowadzonych pomiarów i wyznaczonych parametrów.

7. Zasady bezpieczeństwa:

- I. Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
- II. Przystąpienie do wykonywania ćwiczenia wymaga zapoznania się z kartami charakterystyki substancji (patrz załączniki).

8. Załączniki:

- a) karta charakterystyki polietylenu
- b) karta charakterystyki polipropylenu
- c) karta charakterystyki poliamidu