

CHEMIA CIAŁA STAŁEGO - ĆWICZENIE NR 6		
Temat ćwiczenia: Struktura nadcząsteczkowa ciał stałych		
WYDZIAŁ TECHNOLOGII CHEMICZNEJ Kierunek: Technologia Chemiczna	Stopień: I	Sem: IV
Prowadzący ćwiczenie: dr inż. Majka Odalanowska	Data wykonania ćwiczenia:	
Wykonujący ćwiczenie:		
Zwrot:	Opracowanie ćwiczenia:	Ocena:

1. Cel ćwiczenia:

teoretyczny – zapoznanie się z budową i zasadą działania dyfraktometru rentgenowskiego, poznanie zagadnień dotyczących mechanizmu procesu krystalizacji i wpływu warunków krystalizacji na strukturę nadcząsteczkową

praktyczny - opanowanie metodyki wykonywania pomiarów rentgenowskich oraz interpretacji uzyskanych obrazów dyfrakcyjnych, zapoznanie się z określaniem położenia rodzin płaszczyzn krystalograficznych oraz wyznaczaniem wielkości obszarów uporządkowanych

2. Zagadnienia teoretyczne:

stopień krystaliczności, wielkość obszarów krystalicznych, metoda Debye'a-Scherrer-Hulla, metoda dyfraktometryczna, promienie rentgenowskie a obszary krystaliczne, zasady analizy struktury polimeru za pomocą dyfrakcji promieni rentgenowskich, wskaźnikowanie dyfraktogramów proszkowych.

3. Literatura:

1. T. Penkala, „Zarys krystalografii”, PWN, Warszawa 1979
2. Z. Trzaska Durski, H. Trzaska Durska „Podstawy krystalografii strukturalnej i rentgenowskiej”, PWN, Warszawa 1994
3. Wykłady dr hab. inż. Sławomira Borysiaka, prof. PP oraz dr inż. Aleksandry Grząbki-Zasadińskiej z przedmiotu „Chemia ciała stałego”

4. Wykonanie ćwiczenia:

I etap: Przygotowanie próbek polimerów do analizy rentgenograficznej

- a) włączyć stolik grzewczy i nastawić temperaturę ogrzewania 200 °C;
- b) umieścić trzy szkiełka mikroskopowe na stoliku z próbkami polimeru;
- c) po podgrzaniu do wskazanej temperatury (200 °C) przykryć stopiony polimer szkiełkiem nakrywkowym i mocno ścisnąć stop polimeru;
- d) krystalizację próbek polimerów przeprowadzić w trzech różnych warunkach:
 - jedną próbkę (A) przenieść do lodówki;
 - drugą próbkę (B) umieścić na stole laboratoryjnym;
 - trzecią i czwartą próbkę (C) pozostawić na stoliku Boethiusa, po wyłączeniu ogrzewania. Próbkę zdjąć z pieca po ochłodzeniu do temperatury nie wyższej od 80 °C.

II etap: Analiza rentgenowska

1. Wykonanie badania rentgenowskiego próbek i analiza uzyskanych obrazów dyfrakcyjnych

2.1. Opisać struktury polimorficzne polimeru.

2.2. Wyznaczyć na obrazie dyfrakcyjnym pasma dyfrakcyjne pochodzące od obszarów krystalicznych i obszarów amorficznych oraz tło.

2.3. Wyznaczyć odległości międzypłaszczyznowe (d) dla wszystkich rodzin płaszczyzn.

2.4. Średni stopień krystaliczności (X_c) polimerów;

2.5. Określenie położenia płaszczyzn.

Położenie poszczególnych płaszczyzn analizowanego polimeru (polipropylen) należy określić wykorzystując zależność odpowiednią dla układu jednoskośnego:

$$\sin^2 \Theta = \frac{n^2 \cdot \lambda^2}{4} \cdot \left[\frac{h^2}{a^2 \cdot \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \cdot \sin^2 \beta} - \frac{2 \cdot h \cdot l \cdot \cos \beta}{a \cdot c \cdot \sin^2 \beta} \right]$$

Parametry komórki elementarnej polipropylenu krystalizującego w układzie jednoskośnym (forma α) wynoszą:

$$a = 6.65 \text{ \AA}$$

$$b = 20.96 \text{ \AA}$$

$$c = 6.50 \text{ \AA}$$

$$\beta = 99^\circ 20'$$

2.6. Obliczenie wielkości krystalitów D w kierunku prostopadłym do płaszczyzny (hkl).

Wielkość krystalitów D obliczamy wg wzoru:

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \Theta}$$

D - średni wymiar obszaru krystalicznego w kierunku prostopadłym do płaszczyzny (hkl);

k - stała Scherrera ($k = 0.9$);

λ - długość fali promieniowania rentgenograficznego ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$);

Θ - kąt odbłyску;

β - szerokość pików dyfrakcyjnego.

III etap: Aspekt przetwórczy

- 3.1. Demonstracja procesów przetwórczych (termoformowanie);
- 3.2. Badanie właściwości mechanicznych wskazanej próbki;
- 3.3. Analiza zależności struktura–właściwości.

5. Opracowanie wyników:

- 1) Przedstawić wyznaczone wartości odległości międzypłaszczyznowych (d) dla wszystkich rodzin płaszczyzn analizowanego polimeru.

Wyniki (d) przedstawić w formie tabeli (TABELA 1), umieszczając w niej wartości wszystkich parametrów pośrednich.

- 2) Przedstawić wartości (hkl) dla badanych rodzin płaszczyzn.

Informacja dodatkowa - przeprowadzić wskaźnikowanie płaszczyzn w zakresie liczb 0-4.

Wyniki (hkl) przedstawić w formie tabeli (TABELA 1), umieszczając w niej wartości wszystkich parametrów pośrednich.

Uwaga! Do opracowania dołączyć wszystkie kombinacje matematyczne wyznaczanych płaszczyzn.

- 3) Przedstawić wyznaczone wielkości obszarów uporządkowanych (D).

Wyniki (D) przedstawić w formie tabeli (TABELA 1), umieszczając w niej wartości wszystkich parametrów pośrednich.

- 4) Wyznaczyć wartości średnich stopni krystaliczności (X_c) analizowanych próbek.
- 5) Określić i przedstawić graficznie ilość komórek elementarnych (n) w kierunku prostopadłym do danej płaszczyzny.
- 6) W opracowaniu umieścić zestawienie wszystkich wielkości strukturalnych postaci tabeli (TABELA 1)

Tabela 1. Wyniki

Płaszczyzna	d [\AA]	D [\AA]	hkl	n
1				
2				

3				
4				
5				
6				
7				
8				

7) Przygotować tabelę wg wzoru:

Warunki prowadzenia krystalizacji (sposób chłodzenia)	Xc [%]	Moduł Younga	Próba zrywania (zachowanie próbki)

6. Zasady bezpieczeństwa:

- I. Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
- II. **Wszystkie eksperymenty przeprowadzane z udziałem dyfraktometru rentgenowskiego wykonywać pod kierunkiem prowadzącego.**