

# Ćwiczenie: „Wyznaczanie temperatury topnienia tworzyw sztucznych”

## 1 Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się ze sposobem wyznaczania temperatury topnienia tworzyw termoplastycznych za pomocą aparatu Boetius'a.

## 2 Określenie podstawowych zagadnień

Opisując właściwości cieplne polimerów stosuje się dwa podstawowe określenia:

- odporność cieplna termiczna mechaniczna,
- odporność cieplna termiczna chemiczna.

**Odporność cieplna termiczna mechaniczna**, zwana również fizyczną lub odwracalną, określa temperaturę graniczną, przy której polimer w określonych warunkach, pod wpływem obciążenia traci swoją wytrzymałość mechaniczną. Oznacza się ją na podstawie jednej z kilku temperaturowych charakterystyk takich jak :

- temperatura topnienia części krystalicznych,
- temperatura mięknięcia polimeru,
- temperatura lepkoplastycznego płynięcia bez naprężenia lub pod obciążeniem,
- temperatura zeszklenia,
- temperatura kruchości.

**Odporność cieplna termiczna chemiczna** określa graniczną temperaturę, przy której zachodzi zmiana struktury chemicznej, np.: rozkład, co zmienia właściwości polimeru. Jest ona nazwana również nieodwracalną i określa się ją w próżni, w gazie inertnym, w powietrzu, a także w aktywnym chemicznie otoczeniu. Do określenia tej odporności cieplnej stosowane są metody termicznej analizy różnicowej DTA i termogravimetrii TG.

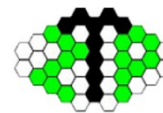
Dla charakterystyki zmian stanu polimerów, które zachodzą w czasie zmian temperatury stosowane są następujące charakterystyczne wielkości temperaturowe:

- **$T_{kr}$  - temperatura kruchości** - jest to temperatura przejścia ze stanu szklatego kruchego w stan szklisty z wymuszoną elastycznością,
- **$T_g$  - temperatura zeszklenia** - jest to temperatura przejścia ze stanu wysokoelastycznego w stan szklisty, obserwowana podczas chłodzenia,
- **$T_p, T_f$  - temperatura płynięcia** - jest temperatura przejścia ze stanu wysokoelastycznego w stan plastyczny, ciekły,
- **$T_t$  - temperatura topnienia** - temperatura zmiany stanu skupienia polimeru ze stanu stałego w stan ciekły, odnosi się do polimerów krystalicznych.

**Temperatura topnienia** jest typową temperaturą termodynamiczną i dotyczy ona polimerów krystalicznych i częściowo krystalicznych. Podczas ogrzewania zmniejsza się stopień krystaliczności polimerów, gdyż część fazy krystalicznej przemienia się w fazę bezpostaciową. Ta przemiana fazowa zachodzi w szerokim zakresie temperatur (10-20 °C). Za temperaturę topnienia przyjmuje się temperaturę zaniku fazy krystalicznej w polimerze. Stopiony polimer zawiera wyłącznie fazę bezpostaciową [1-3].

Temperatura topnienia jest uzależniona od :

- elastyczności łańcucha- która zależy od budowy łańcucha (budowy chemicznej, rodzaju podstawników, grup końcowych, typu i ilości rozgałęzień, masy cząsteczkowej ),
- konfiguracji.



Wbudowanie do łańcucha głównego grup utrudniających swobodną rotację wpływa na wzrost temperatury topnienia. Grupami tymi są :

- ugrupowania polarne,
- grupy o dużej objętości,
- wiązania podwójne,
- struktury cykliczne.

Podobny wpływ ma również sieciowanie.

## 3 Metody

### 3.1 Metoda wyznaczania temperatury topnienia za pomocą aparatu Boetius'a

#### 3.1.1 Zakres stosowania metody

Metoda pomiaru temperatury topnienia za pomocą aparatu Boetius'a może być stosowana w dla wszystkich tworzyw termoplastycznych krystalicznych i semikrystalicznych

#### 3.1.2 Opis metody

Metoda wyznaczania temperatury topnienia określonego tworzywa polega na obserwacji zmian struktury badanej próbki polimeru wraz ze wzrostem temperatury i zaobserwowaniu momentu (temperatury), w który nastąpi całkowity zanik fazy krystalicznej.

#### 3.1.3 Przyrząd pomiarowy

Aparat Boetius'a składa się z następujących urządzeń:

- mikroskopu optycznego posiadającego wbudowany stolik grzejny zaopatrzony w termometr,
- opornika, za pomocą którego odbywa się sterowanie temperaturą stolika grzejnego, zapewniający przyrost temperatury z szybkością  $4^{\circ} / \text{min.}$ ,
- oprzyrządowania pomocniczego do przygotowania próbki do badania,
- pokrywy szklanej.

#### 3.1.4 Wykonanie pomiaru

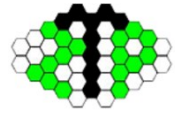
Przed przystąpieniem do pomiaru należy włączyć lampkę wbudowaną w mikroskop, tak aby próbka badanego materiału była dobrze widoczna w okularze. Na skali opornika ustawiamy maksymalną temperaturę grzania zbliżoną do zakładanej temperatury topnienia badanego polimeru. Próbkę tworzywa w postaci małego ścinka umieszczamy na szkiełku podstawowym i nakrywamy szkiełkiem nakrywkowym, po czym próbkę umieszczamy na stoliku grzejnym mikroskopu, w taki sposób, aby krawędź próbki była widoczna w polu widzenia okularu. Cały układ przykrywamy pokrywą szklaną, aby wyeliminować wpływ powietrza i regulujemy ostrość widzenia. Następnie włączamy ogrzewanie i obserwujemy próbkę przez mikroskop. Początek topnienia określa się na podstawie rozmycia ostrości brzegów próbki, natomiast koniec procesu topnienia na podstawie zlania się próbki w kroplę. Pomiar przeprowadzamy trzykrotnie dla każdej próbki polimeru, przy czym za właściwe należy przyjąć wyniki o wartościach nie różniących się między sobą o więcej niż 2%.

## 4 Opracowanie wyników

Za temperaturę topnienia badanego tworzywa przyjmujemy zakres temperatur: od momentu dostrzeżenia pierwszych oznak topnienia fazy krystalicznej (rozmycie się konturów) do momentu uzyskania jednolitej kropli.

Sprawozdanie z przebiegu zajęć laboratoryjnych z w/w tematu powinno zawierać:

- opis metody,



- wyniki obserwacji, rysunki odzwierciedlające wygląd próbki przed i po procesie topnienia,
- wnioski.

## 5 Literatura

1. Błądzki - Laboratorium z fizykochemii polimerów , PS Szczecin 1981 T.
2. D. Żuchowska - Polimery konstrukcyjne , WNT, Warszawa 1995
3. J.J. Pielichowski , A.A. Pruszyński - Technologia tworzyw sztucznych , WNT, Warszawa 1994
4. Broniewski , A .Iwasiewicz -Metody badań i ocena własności tworzyw sztucznych, WNT, Warszawa 2000