

Лабораторная работа № 4
Определение эффективности действия стабилизатора методом
ИК–спектроскопии (по накоплению карбонильных групп)

Цель работы – оценить эффективность действия антиоксиданта по скорости накопления карбонильных групп в окисляемом полимере.

Вариант 1. Один из образцов полимера содержит заданный стабилизатор, второй – не стабилизирован.

Вариант 2. Один из образцов полимера содержит заданный стабилизатор, второй – стабилизатор сравнения.

Оборудование и реактивы: блочная печь для термоокисления на воздухе; ИК-спектрометр с Фурье–преобразованием; образец полимера и стабилизатор.

Подготовка пленок образцов полимеров: Полиэтилен – образцы для анализа приготавливают в виде пленок толщиной 0,4–0,6 мм путем горячего прессования на лабораторном прессе при температуре 150 – 160°C (170–175°C) и давлении 30 МПа. Для получения образца определенной толщины в пресс–форму вкладывают ограничитель соответствующей толщины с круглыми ячейками.

Определение толщины пленок осуществляют спектрально. Для этого пленки неокисленного полимера зажимают между стеклами разборной кюветы и снимают их ИК-спектры. Толщину кюветы находят предварительно из спектра интерференции. Найденное таким образом соотношение между оптической плотностью полосы поглощения 1453см^{-1} и толщиной образца используют в последующих опытах. Толщина пленок в опытах по окислению составляет 10–15 мкм.

Проведение испытаний. Термоокисление полимера проводят на воздухе в блочной печи. Спектры исследуемых образцов снимают в области $1800\text{--}1500\text{см}^{-1}$. Для проведения количественного анализа в качестве аналитической используют полосу поглощения при $\nu = 1720\text{см}^{-1}$ (5.82 мкм), соответствующую валентным колебаниям карбонильных групп кетонного и альдегидного типа. В качестве внутреннего стандарта выбирают полосу при $\nu = 1470\text{ см}^{-1}$, относящуюся к деформационным колебаниям $\text{CH}_3\text{--}$ и $\text{CH}_2\text{--}$ групп.

Порядок получения и обработки спектра: Включают прибор, в соответствии с инструкцией. Образец полимера в виде пленки помещают между окнами разборной кюветы, закрепляют в держателе и устанавливают в рабочем канале спектрометра; из порошка полимера готовят пасту (для приготовления пасты исследуемый образец полимера тщательно растирают в агатовой ступке и смешивают с небольшим количеством вазелинового масла). Затем образовавшуюся пасту наносят в виде тонкого слоя на одно из окошек разборной кюветы и накрывают сверху другим окошком; собранную таким образом кювету помещают в держатель. Записывают спектр исследуемого вещества в широком интервале длин волн. Значение

оптической плотности определяют методом базовой линии в максимуме полосы поглощения при 1720 см^{-1} .

По вычисленному значению оптической плотности определяют содержание карбонильных групп (M_{CO}) в полимере, пользуясь формулой:

$$M_{CO} = K D_{1720}/d ,$$

где $K = 0,0433$ – постоянный коэффициент;

D_{1720} – оптическая плотность образца в максимуме аналитической полосы;

d – толщина образца (см).

Степень окисления полимера при заданном времени, стабилизаторе и температуре оценивают по отношению оптических плотностей в точках 1720 и 1470 см^{-1} .

Оформление результатов: привести ИК-спектры исследуемых образцов полимера до и после окисления; рассчитать процент пропускания T , оптическую плотность D , содержание карбонильных групп M_{CO} в полимере и степень его окисления; построить график зависимости D_{1720} от $t_{ок}$, где $t_{ок}$ – время термоокисления образца. Нарастание M_{CO} представить в виде таблицы.

Для количественной оценки стабилизирующей эффективности антиоксиданта определить коэффициент стабильности – отношение нарастания M_{CO} окисленного и не окисленного образцов каучука (или полимерной пленки).

Сделайте вывод по проведенной работе.