**ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΗΣ ΑΣΚΗΣΗΣ DSC ΚΑΙ TGA**

**ΟΜΑΔΑ ΤΕΤΑΡΤΗΣ 4/5/2022**

***Διαφορική Θερμιδομετρία Σάρωσης (DSC).***

Οι μετρήσεις έγιναν σε όργανο DSC 2910 Μodulated της εταιρείας TA instruments. Χρησιμοποιήθηκαν περίπου 2 mg δείγματος, σε αλουμινένιο δισκίο (Standard Pans, TA instruments). Ο ρυθμός θέρμανσης του δείγματος ήταν 10οC/min, από τους -50 μέχρι τους 220 οC, σε ατμόσφαιρα ξηρού αζώτου, ο ρυθμός διαβίβασης του οποίου ήταν 90 mL/min. Έγιναν δύο διαδικασίες θέρμανσης. Στην πρώτη θέρμανση το δείγμα παρέμεινα στους 220 οC για 10 λεπτά για θερμική ανόπτηση και απόκτηση δομής θερμοδυναμικής ισορροπίας. Τα αποτελέσματα ελήφθησαν από τη δεύτερη διαδικασία θέρμανσης.

Η επεξεργασία των αποτελεσμάτων έγινε αρχικά στο πρόγραμμα TA Universal Analysis και κατόπιν έγινε εξαγωγή στο ORIGIN, όπου σχεδιάστηκε το τελικό θερμογράφημα



Το δείγμα στο οποίο έγινε η μέτρηση είναι στατιστικό συμπολυμερές πολυ(μεθακρυλικού γλυκιδυλεστέρα) και πολυ(Ν-βινυλοπυρρολιδόνης). Η αντίδραση σύνθεσης δίνεται στο επόμενο σχήμα.



Με βάση τα παρακάτω δεδομένα:

|  |  |
| --- | --- |
| **Δείγμα** | **Tg, oC** |
| PNVP | 187 |
| PGMA | 64 |
| PGMA-co-PNVP | 115,35 |

και χρησιμοποιώντας την εξίσωση Fox να υπολογίσετε την κατά βάρος σύσταση του συμπολυμερούς στα επιμέρους συστατικά.

***Θερμοσταθμική Ανάλυση (TGA)***

Οι μετρήσεις έγιναν σε συσκευή Thermogravimetric Analyzer Q50 (TGA Q50) της εταιρίας TA Instruments. Στη συγκεκριμένη πειραματική διαδικασία η μάζα του δείγματος που χρησιμοποιούταν ήταν περίπου 10 mg και η θέρμανση ξεκινούσε από θερμοκρασία περιβάλλοντος έως ότου φτάσει τους 600 οC. Το κάθε δείγμα θερμαινόταν με ρυθμό θέρμανσης 10 oC/min. Η θέρμανση γινόταν σε ατμόσφαιρα αζώτου N2, ο ρυθμός διαβίβασης του οποίου ήταν 40mL/min. Χρησιμοποιήθηκε δείγμα πολυ(ισοκυανικού εξυλεστέρα),PHIC, ενώ για σύγκριση δίνονται τα αποτελέσματα πολυ(ισοκυανικού χλωροαιθυλεστέρα), PClEtIC και πολυ(ισοκυανικού φαινυλαιθυλεστέρα), PPEIC.

**PHIC**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**PClEtIC**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

**PPEIC**

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |

Τα αποτελέσματα συνοπτικά δίνονται στον επόμενο πίνακα:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **ΔΕΙΓΜΑ** | **ΑΡΧΗ**  **(°C)** | **ΤΕΛΟΣ (°C)** | **ΚΟΡΥΦΗ**  **(°C)** |
| **PHIC** | **138.30** | **259.89** | **238.11** |
| **PClEIC** | **104.83** | **276.71** | **139.5/205.7/235.9** |
| **PPEIC** | **127.40** | **358.00** | **205.5/315.3/332.1** |

Οι δομές των ομοπολυμερών δίνονται παρακάτω:



Με βάση τα αποτελέσματα αυτά να σχολιάσετε τη σχετική θερμική σταθερότητα των διαφορετικών πολυ(ισοκυανικών εστέρων) καθώς και την πολυπλοκότητα του μηχανισμού θερμικής αποικοδόμησης.