



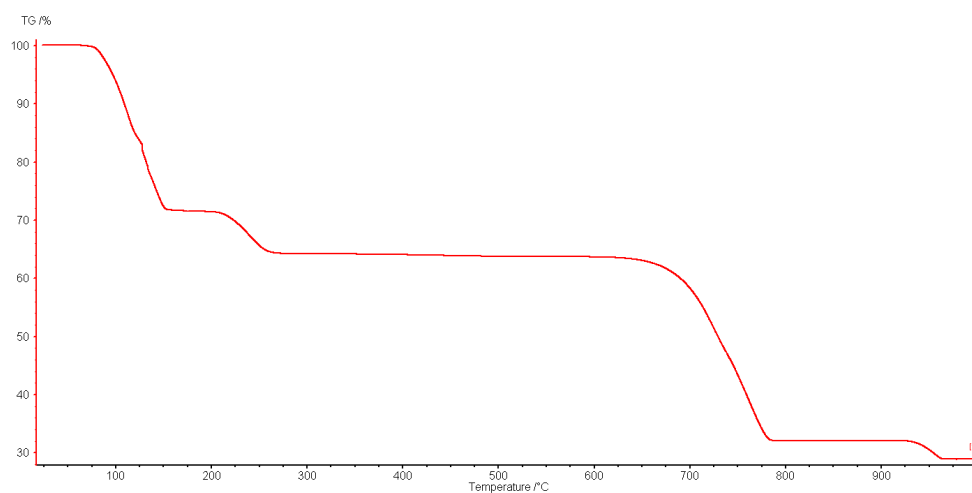
# 1 Termická analýza

Termická analýza je soubor metod, které studují chování vzorku během definovaného teplotního programu.

## 1.1 Termogravimetrie (TG)

Základní metoda termické analýzy, sledujeme hmotnostní změny. Během teplotního programu může docházet k úbytku hmotnosti, který je způsoben degradací materiálu za vzniku plynných zplodin nebo naopak k přírůstku hmotnosti, kdy dochází k reakci vzorku s atmosférou, např. k oxidaci kovů.

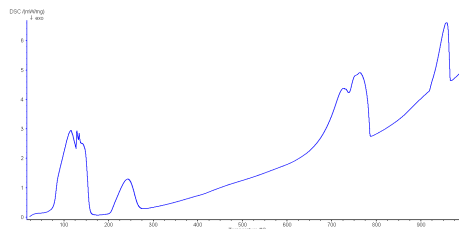
Na termogravimetrické křivce rozlišujeme prodlevy, kdy se hmotnost vzorku nemění a zlomy, kdy dochází ke změně hmotnosti.



Obrázek 1: Termogravimetrická křivka modré skalice

## 1.2 Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)

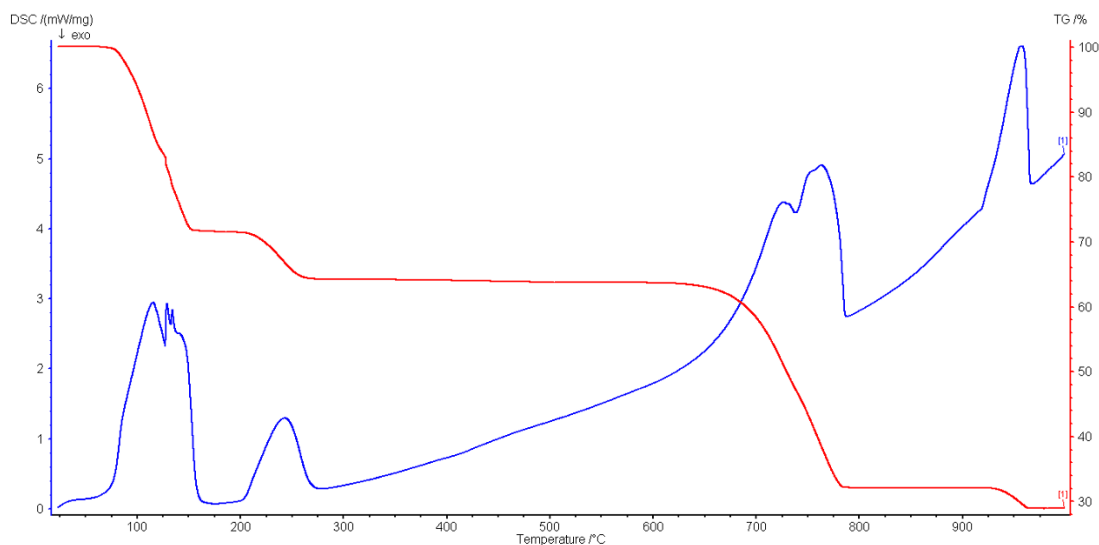
Touto metodou měříme reakční entalpii. Měření probíhá na držáku, který je osazen dvěma citlivými termočlánky, do prvního je zasunut kelímek se vzorkem a do druhého referenční kelímek, který může obsahovat inertní materiál nebo zůstává prázdný. Oba termočlánky jsou zapojeny proti sobě a přístroj zaznamenává rozdíl teplot kelímků. Pokud vzorek neprochází žádnou změnou, má stejnou teplotu jako reference, pokud ale začnou ve vzorku probíhat např. exotermní procesy, jeho teplota se zvýší (oproti referenci) a na DSC křivce zaznameneáme pík.



**Obrázek 2:** DSC křivka modré skalice

## 1.3 Simultánní termická analýza (STA)

Metoda umožňující měřit několik veličin najednou. Nejčastěji se setkáváme s kombinací TG/DSC, příp. TG/DTA.

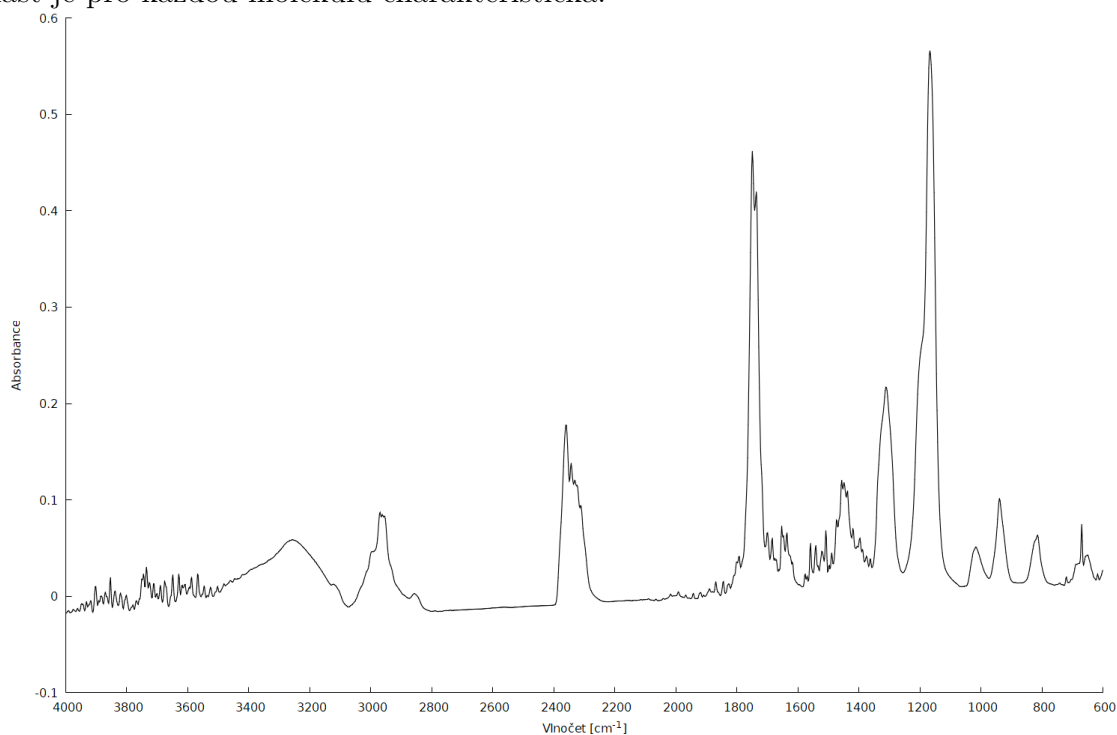


**Obrázek 3:** TG/DSC křivky modré skalice

## 2 Infračervená spektroskopie

Metoda molekulové spektroskopie, která studuje absorpci infračerveného záření vzorkem. Energie infračerveného záření nestačí na změnu elektronových stavů, ale způsobuje změny vibračních a rotačních stavů. Získané IR spektrum je pásové, jednotlivé pásy ve spektru odpovídají vibračním přechodům. Základní podmínkou interakce infračerveného záření s molekulou je změna dipólového momentu během vibrace chemické vazby. Nejsilnější absorpce je u vibrací polárních vazeb.

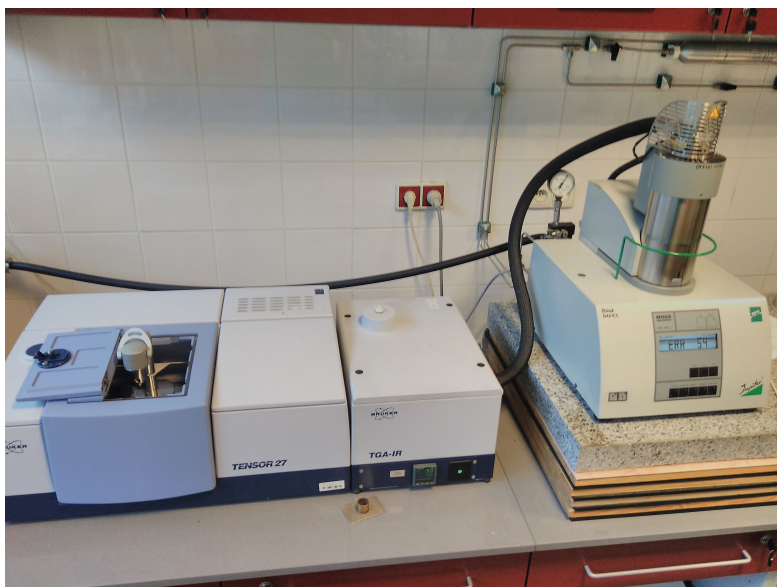
Ve spektrech rozeznáváme oblast skupinových vibrací v oblasti  $4000\text{--}1200\text{ cm}^{-1}$ , ve které se vyskytují převážně valenční vibrace funkčních skupin. Druhá oblast spektra je tzv. oblast otisku prstu, zhruba v intervalu  $1200\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ , v této oblasti nacházíme deformační a kombinační vibrace, vibrace skeletu molekul, atd. Tato oblast je pro každou molekulu charakteristická.



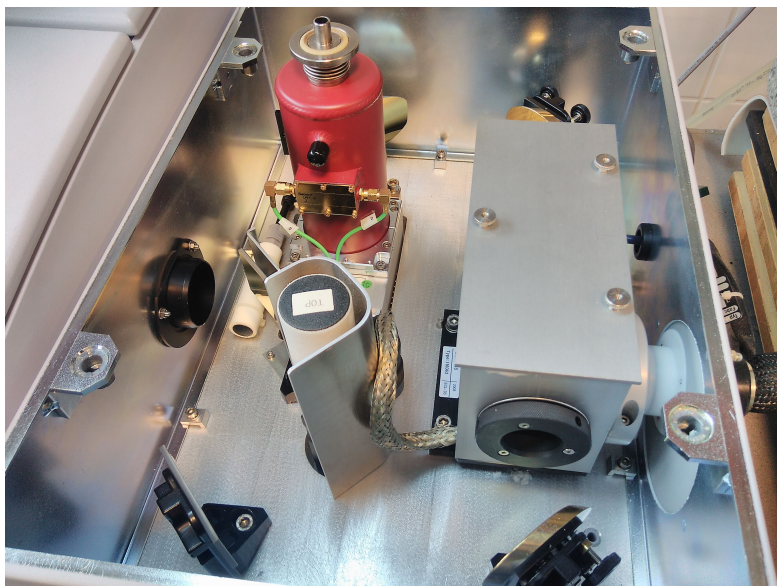
**Obrázek 4:** Infračervené spektrum PMMA

## 2.1 TGA/IR

Spojení metod termické analýzy a infračervené spektroskopie nám umožní analyzovat plynné produkty vznikající během zahřívání vzorku v peci termické analýzy. Horní část pece je pomocí temperované kapiláry připojena k plynové cele infračerveného spektrometru.

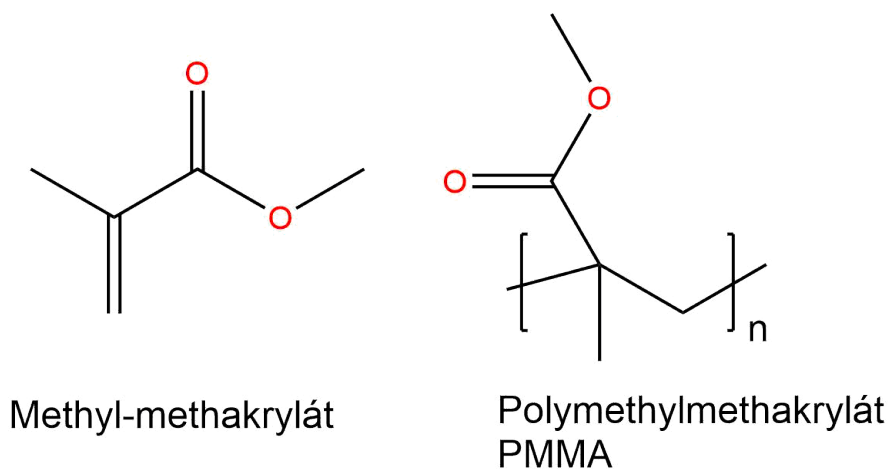


Obrázek 5: Propojení termické analýzy a infračerveného spektrometru



Obrázek 6: Plynová cela infračerveného spektrometru

### 3 Polymethylmethakrylát



**Obrázek 7:** Struktura methylmethakrylátu a polymethylmethakrylátu

Polymethylmethakrylát, neboli plexisklo, je průhledný polymer s vlastnostmi termoplastu. Vyrábí se polymerací methyl-methakrylátu. Při zahřívání v inertní atmosféře je stabilní do teploty cca 250 °C, poté začíná depolymerovat a monomer je možné detekovat v plynné fázi pomocí FT-IR.<sup>1</sup>

Teplotní stabilita polymeru závisí na mikrostruktúře plastu, na množství poruch a nehomogenit.



**Obrázek 8:** Ampule s bromem zalitá do akrylátové pryskyřice

<sup>1</sup>Thermogravimetric analysis of thermal stability of poly(methyl methacrylate) films modified with photoinitiators. DOI: 10.1007/s10973-013-3446-z