

4.

Pyrolytická skúška

Skúška pyrolytická predstavuje spôsob zisťovania druhu vysokomolekulovej látky na základe úkazov, ktoré nastanú pri jej rozklade za zvýšených teplôt a za neprístupu priameho plameňa. Pri ohreve sa makromolekula rozkladá na plynné, kvapalné a pevné rozkladné produkty. Podľa charakteru a povahy rozkladaných produktov sa určuje druh vysokomolekulovej látky.

Úvodné poznámky

Malé množstvo vzorky, cca 0,01 až 0,5 g sa zahrieva v skúmavke nad plameňom až do tej doby, kým prebehnú všetky rozkladné pochody. Do skúmavky je zasunutý prúžok destilovanou vodou zmáčaného indikátorového papiera. Rozkladné produkty, ktoré vznikajú pri pyrolýze vyplňujú priestor skúmavky a podľa okolností sa usadzujú na jej stenách v podobe kondenzátu. Iné sa usadzujú v podobe sublimovanej vrstvy ako nálet. V spodnej časti skúmavky sa udržiava vrstva dymu a zuhoľnatený zvyšok. Neskondenzované plynné produkty postupujú cez skúmavku, rozpustia sa vo vode použitej na zmáčanie indikátorového papiera.

Vytvorený roztok zafarbí indikátorový papier na farebný odtieň prislúchajúci pH vytvoreného roztoku.

Zo zistených premien vzorky pri ohreve, podľa pH plynných produktov, podľa charakteru produktov pyrolýzy a ich zápachu ako aj za pomoci tabuľky možno usudzovať na druh vysokomolekulovej látky.

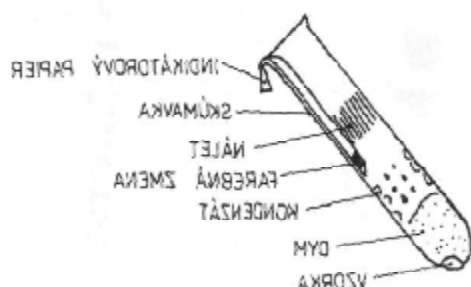


Schéma charakteristického rozloženia rozkladných produktov v skúmavke pri pyrolytickej skúške

Prístroje a pomôcky

Lievový kahan, univerzálny indikátorový papier, skúmavky, držiak na skúmavky, stričky s destilovanou vodou.

Postup práce

Pred započatím identifikačnej skúšky je potrebné skúšanú vzorku popísať. Ide o popis vzhľadu, charakterizovanie farby, omaku, ohybnosti, farby vrypu, akosti povrchu, lesku, povrchových vúd, drsnosti povrchu, stopy po tvárniacom nástroji a po technológii výroby.

Pri pyrolytickej skúške sa dodržiava tento pracovný postup:

1. Zo vzorky skúšaného materiálu sa nastrúhajú stružlinky rozmerov 0,1 x 0,5 x 1 mms hmotnosťou 0,1 až 0,5 g.
2. Do vyčistenej skúmavky sa vloží vzorka a do ústia skúmavky sa vsunie prúžok univerzálneho indikátorového papiera, vopred navlhčeného 1 kvapkou destilovanej vody. Skúmavky sa uchytí do stojana alebo držiaka a drží sa v mierne sklonenej polohe ústím natočená do priestoru, v ktorom nikto nepracuje.
3. Po zapálení kahanu sa plameňom niekoľkokrát ošľahne uzavretý koniec skúmavky. Skúmavka sa postupne zasúva do plameňa, pričom neprestajne sa sleduje správanie vzorky. Naostatok sa skúmavka intenzívne zahrieva plným plameňom. Porovnávaním zafarbenia indikátorového papiera s etalónom zisťuje sa pH neskondenzovaných plynných produktov.

4. Zápach produktov pyrolytickej skúšky sa posudzuje pričuchávaním priviatych pár k nosu. Ak ani pri opakovanom priviatí nie je možné zápach identifikovať, potom možno pričuchnúť k vzorke priamo.
5. Po ukončení pokusu sa nechá skúmavka vychladnúť a kahan sa zahasí.
6. Skúška sa opakuje 2 – 3 krát, pričom vždy sa použije čistá skúmavka.
7. Druh polyméru sa určí porovnávaním skúškou zistených charakteristík s tabuľkou.
8. Do protokolu sa zaznamenáva priebeh pyrolytickej skúšky pri počiatku ohrevu, pri ohreve plným plameňom. Ďalej charakter rozkladných produktov, zápach zvyšku po skúške a pH neskondenzovaných zvyškov. Z týchto údajov sa určuje pravdepodobný druh polyméru a tiež či sa jedná o termoplast alebo o reaktoplast.

Tab. 1 Charakteristické znaky plastov pri pyrolytickej skúške

A. reakcia plynných produktov silne kyslá (papierik silne sčervená)		
Chovanie vzorky pri rozklade	Zápach produktu	Pravdepodobný druh polyméru
V červenom žiare sa bez zbytku odparí, na stene skúmavky sa tvorí voskovitý nálet	Štiplavý, kyslý	Polytetrafluóretylén
Topí sa, v červenom žiare sa bez zbytku odparí, na stene skúmavky sa tvorí voskovitý nálet, reakcia s AgNO ₃ pozitívna	Štiplavý, kyslý	Polytrifluórchlóretylén
Netopí sa, hnedé dymy a hnedý kondenzát, reakcia s AgNO ₃ pozitívna	Štiplavý po HCl	Polyvinylchlorid Polyvinylidenchlorid
B. reakcia plynných produktov slabo kyslá (papierik zružovie)		
Topí sa, tmavne	Spálený papier a kyselina octová	Acetát celulózy
Topí sa, hnedne, žlté neskoršie hnedé dymy, na stenách skúmavky kondenzát	Kyselina octová	Polyvinylacetát
Topí sa, hnedé dymy	Po skazenom masle	Polyvinylbutyral
Topí sa, nažltlý nálet	Nasládlý, medový	Polyetyléntereftalát
Netopí sa,	Nasládlý, fenolický	Exoxidová živica
Netopí sa	Aromatický, nasládlý	Nenasýtený polyester
Topí sa	Štiplavý, fenolický	Polykarbonát
C. reakcia plynných produktov je neutrálna (papierik je bez farebnej zmeny)		
Topí sa, bezfarebný kondenzát stuhne na voskovitú hmotu	Po tavenom parafíne	Polyetylén
Topí sa, bezfarebný kondenzát stuhne na voskovitú hmotu	Ostro aromatický	Polypropylén
Topí sa, biely dym, na stene skúmavky sa usadzuje svetlý kondenzát	Nasládlý po svietiplyne	Polystyrén
Topí sa ,tmavne, biele dymy, množstvo kondenzátu	Ostro aromatický	Polyakryláty
Netopí sa, rozkladá sa, praská, biele dymy, množstvo kondenzátu	Nasládlý, ovocný	Polymetakryláty
Topí sa	Ostro štiplavý, aromatický	Polyuretány
Netopí sa	štiplavý	Polyvinylalkohol
Topí sa, uhoľnatie	Po spálenom papieri, nasládlý	Etylcelulóza
uhoľnatie	Po spálenom papieri	Vulkánfíber
Topí sa, málo dymu	formaldehydový	Polyformaldehyd
Netopí sa, tmavne	Fenolový a formaldehydový	Fenolformaldehydová živica

Netopí sa, tmavne	Furfuralový, fenolový	Fenolfuralová živica
Netopí sa, tmavne	Anilínový, formaldehydový	Anilínformaldehydová živica
Netopí sa, tmavne	Fenolový, krezolový, formaldehydový	Krezolformaldehydová živica
Netopí sa, biele dymy, bezfarebný kondenzát	charakteristický	Silikóny
D. reakcia plynných produktov je alkalická (papierik sa zafarbí na modro)		
Topí sa, hnedé dymy	Spáľovaná rohovina	Polyamidy kaseiformaldehyd
Topí sa, hnedé dymy	Štipľavý kyanovodík	Polyakrylonitril
Topí sa, biele dymy, na stenách skúmavky svetlý kondenzát	charakteristický	Kopolymér styrénbutadienakrylonitril
Netopí sa, uhoľnatie	Aminový, formaldehydový, amoniakálny	Močovinoformaldehydová živica
Netopí sa, uhoľnatie	formaldehydový, amoniakálny sírovodíkový	thiomočovinoformaldehydová živica
Netopí sa, uhoľnatie	Rybí, formaldehydový, amoniakálny	Melamínformaldehydová živica