

Il confronto dei termogrammi dei polimeri analizzati mostra che quello termicamente più stabile è il PBA.

DSC

Il principio di base di questa tecnica consiste nel ricavare informazioni sul materiale riscaldandolo o raffreddandolo in maniera controllata. In particolare il DSC si basa sulla misura della differenza di flusso termico tra il campione in esame e uno di riferimento mentre i due sono vincolati a una temperatura variabile definita da un programma prestabilito. Essa consente di determinare le seguenti caratteristiche del polimero in esame:

- **Temperatura di fusione per materiali semicristallini**
- **Percentuale di cristallinità**
- **Presenza di sostanze inquinanti**
- **Transizione vetrosa per materiali amorfi**
- **Temperatura di cristallizzazione**
- **Si può seguire le polimerizzazioni con catalizzatori termici**

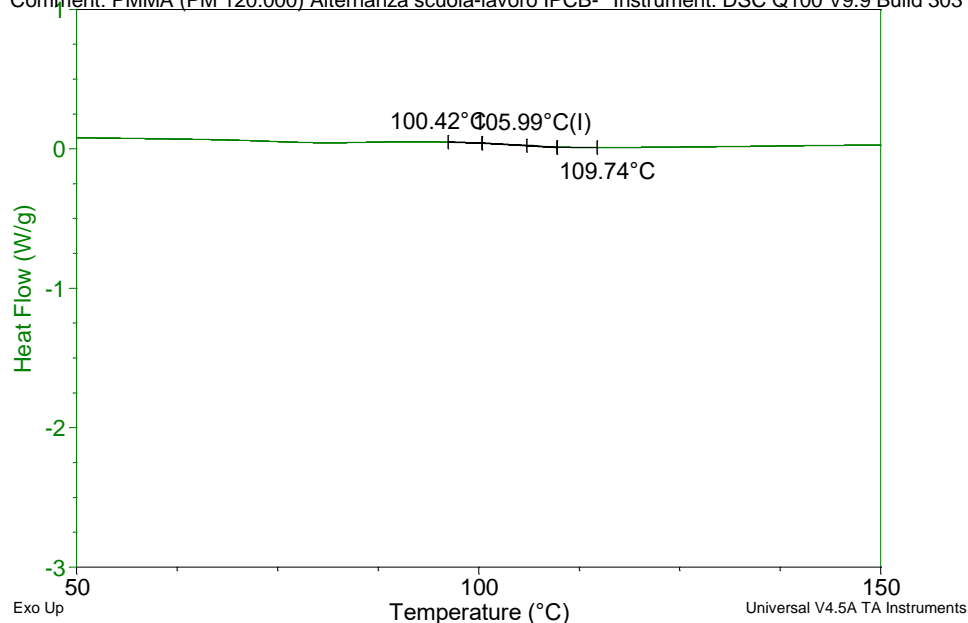
La temperatura di transizione vetrosa (tg) è la temperatura (diversa per ogni polimero) al di sotto della quale il polimero diventa rigido e fragile come il vetro. La transizione vetrosa si verifica nei polimeri amorfi, le cui catene non sono sistemate in cristalli ordinati, ma sono solo sparpagliate, anche se sono allo stato solido. La transizione vetrosa non è paragonabile alla fusione.

Per utilizzare questa apparecchiatura si deve effettuare una tara che dura circa 80 minuti. Dopo bisogna inserire all'interno della DSC il crogiolo in alluminio e memorizzare la posizione di esso ed utilizzarne un altro di riferimento per l'analisi (reference). A questo punto bisogna far partire l'analisi dal computer. Di seguito sono riportati i risultati della DSC eseguiti sui campioni della nostra sintesi

Sample: PMMA PM 120.000
Size: 5.0000 mg
Method: Daniela
Comment: PMMA (PM 120.000) Alternanza scuola-lavoro IPCB-

DSC

File: C:\...alternanza scuola-lavoro\Cell.
Operator: Daniele
Run Date: 26-May-2017 12:12
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303

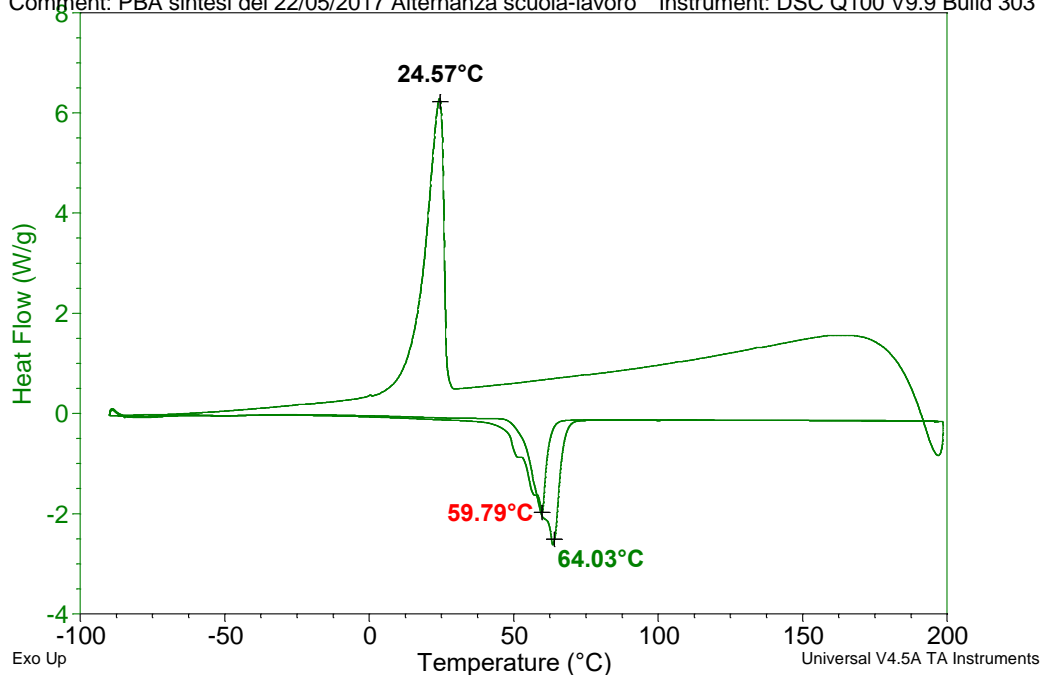


Il termogramma mostra che il PMMA presenta una transizione vetrosa (tg) di circa 105°C. Il PMMA 2 oltre alla tg, presenta tra 105-190°C presenta di un picco endotermico probabilmente dato dalla valorizzazione del monomero non reagito (vedi la corrispondente analisi TGA).

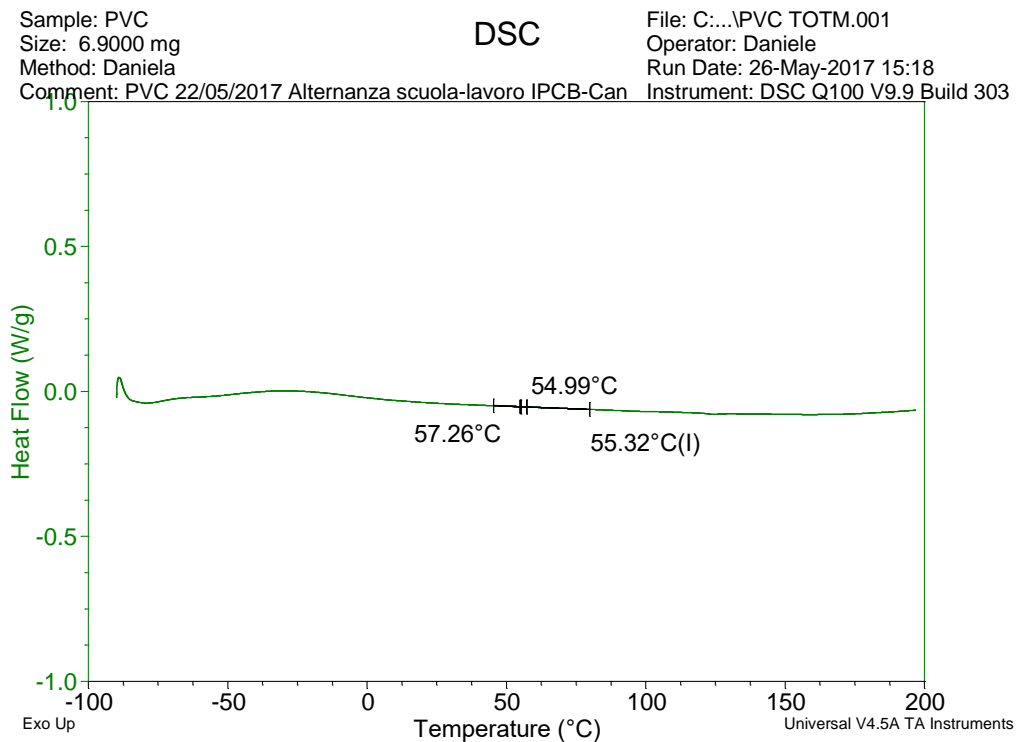
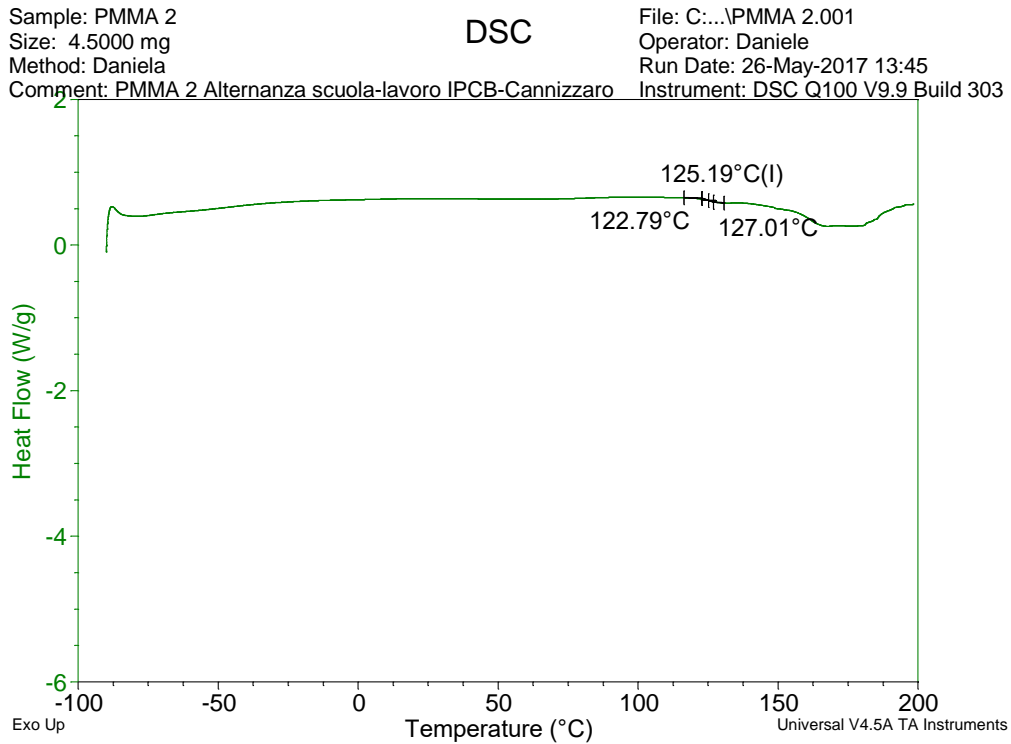
Sample: PBA
Size: 4.4000 mg
Method: Daniela
Comment: PBA sintesi del 22/05/2017 Alternanza scuola-lavoro

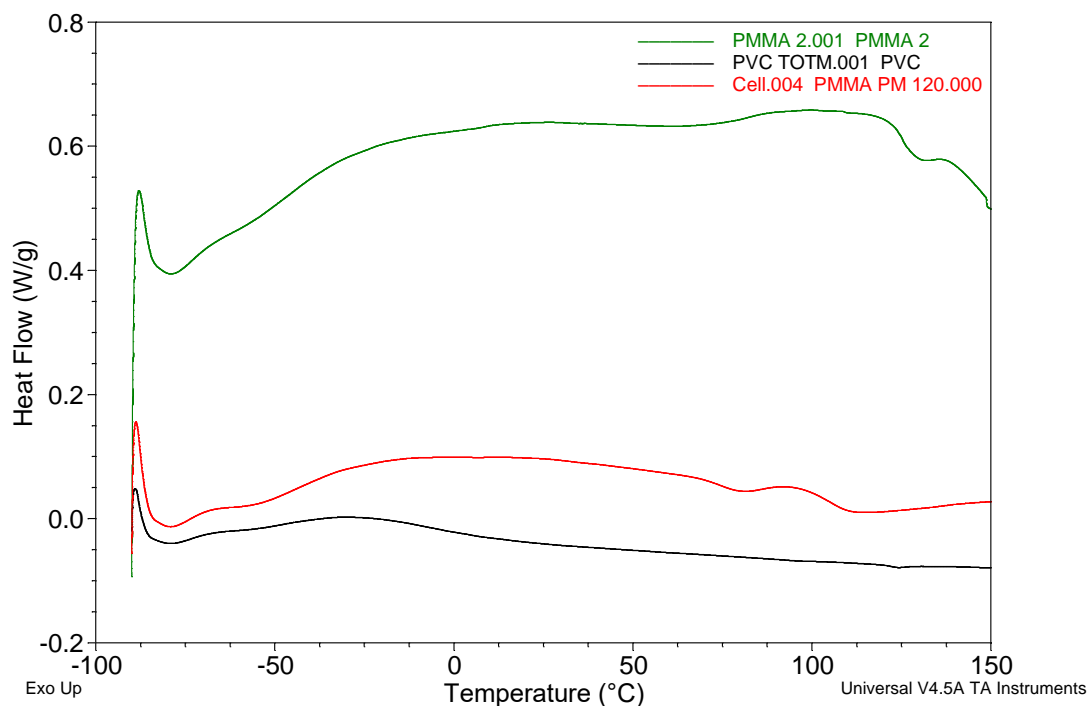
DSC

File: C:\...alternanza scuola-lavoro\PBA
Operator: Nicolas
Run Date: 26-May-2017 10:40
Instrument: DSC Q100 V9.9 Build 303



L'analisi DSC del PBA in riscaldamento mostra un picco endotermico in intervallo tra 40°C e 70°C, con il massimo a circa 60°C. In raffreddamento si osserva un picco esotermico con un massimo a 25°C dovuto alla cristallizzazione.





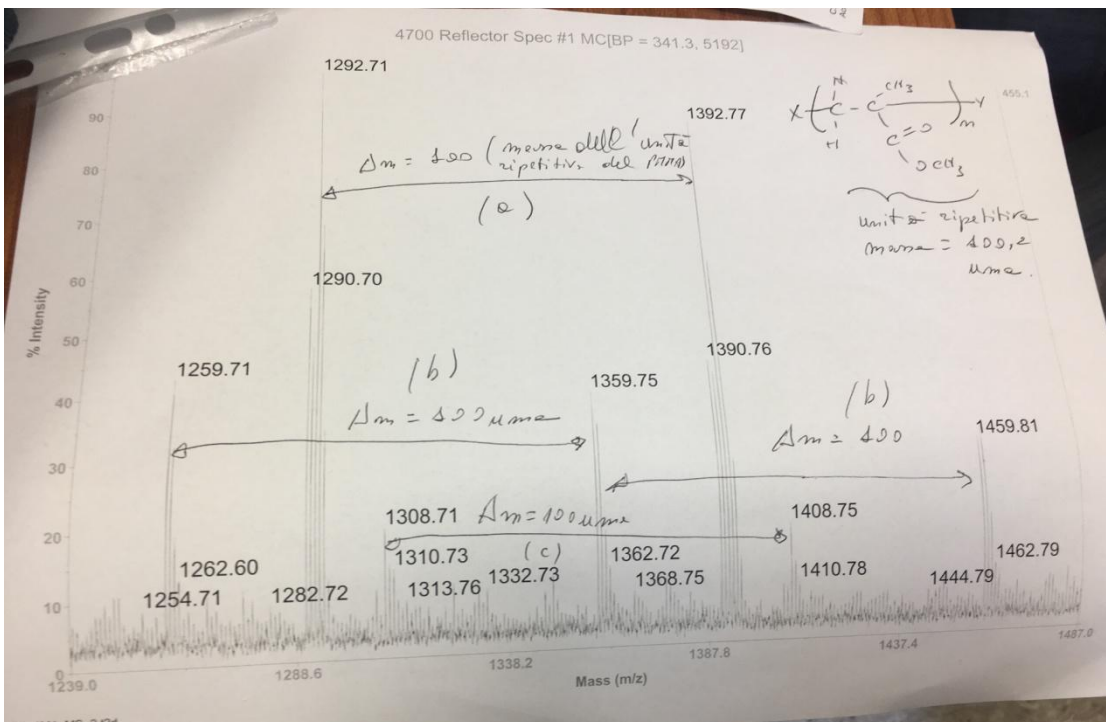
Maldi (Matrix-Assisted Laser Desorption/Ionization)

Prima di utilizzare il MALDI si deve preparare la soluzione con una matrice che deve essere facilmente evaporabile, ma tale evaporazione non deve essere significativa durante la preparazione del campione o prima dell'effettuazione delle misurazioni. Nel nostro caso abbiamo analizzato le soluzioni con un rapporto 1/2 dove abbiamo utilizzato 10 microlitri della soluzione (PBA , PMMA1, PMMA2) e 20 microlitri della matrice (DHB , malonitrile). Successivamente si mettono i campioni in una piastrina di alluminio riportando le posizioni utilizzate in una tabella. La soluzione si travasa sulle posizioni della piastrina e soffiando delicatamente. Dopo si può procedere con l'analisi , che in questo caso è un analisi di tipo "TOF" (time of flight). In questo processo gli ioni partono tutti dalla stessa posizione grazie ad una differenza di potenziale e arriveranno prima gli ioni ad alto peso molecolare e il loro arrivo verrà registrato da un moltiplicatore di segnale.

Al computer abbiamo analizzato la piastrina con i campioni.

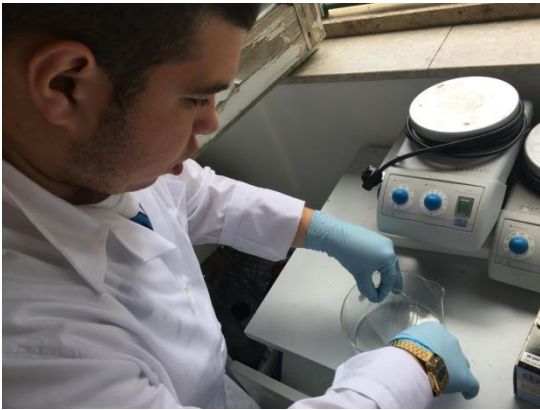


L'analisi maldi permette di conoscere la massa dell'unità ripetiva e quindi il tipo di polimero. Si ottengono inoltre informazioni sui gruppi terminali della catene polimeriche, di conseguenza sulle reazioni che avvengono durante la polimerizzazione. In funzione della massa dei picchi osservati si può conoscere la struttura (ciclica, lineare) delle catene polimeriche.



Proprietà meccaniche del polimero

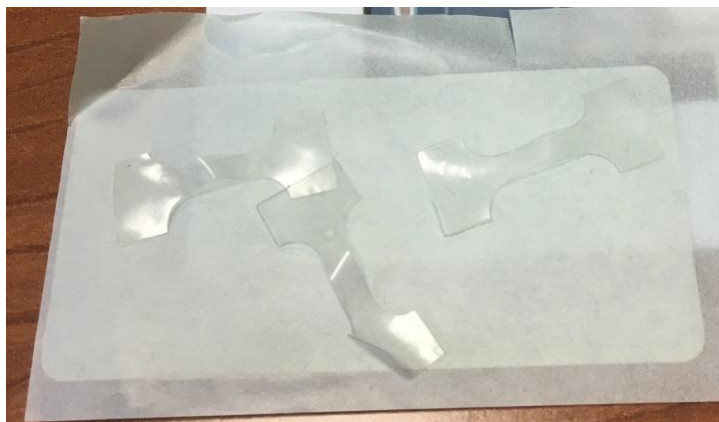
In questa esperienza abbiamo analizzato le proprietà meccaniche (in funzione delle condizioni di stress come la trazione) del polimero (in questo caso PVC). Prima di tutto abbiamo creato un film per solvent casting e un altro per pressofusione con i pellet a nostra disposizione. Dopo aver realizzato il film per pressofusione (5minuti a 150°C), dopo questa operazione, abbiamo lasciato raffreddare il polimero e con la lima da taglio nella pressa abbiamo creato gli “ossi di cane” (i provini utilizzati per la prova meccaniche).



FILM PER CASTING



FILM PER PRESSOFUSIONE



**PROVINI PER PROPRIETA' MECCANICHE
(OSSI DI CANE)**

Successivamente abbiamo inserito questo provino all'interno di una macchina per eseguire la prova di trazione e determinare la forza che serve per spezzare il polimero.



Conclusione alternanza

Alla fine della nostra Alternanza Scuola Lavoro abbiamo acquisito delle conoscenze in più riguardanti le materie plastiche. Ringraziamo il Dott. Samperi , la Dott.ssa Zampino , Dott. Dattilo e il Dott. Recca per la loro disponibilità e professionalità.



Vanessa Cavalli
Lorenzo Nicolosi
Nicolas Gangemi
Daniele Marchese
Andrea Donxuso