

Poznań, 24.10.2016 r.

Raport z badania FT-IR, NMR i GPC próbek co-poli(dimetylo)(metylowodoro)siloksanów.

1. Opis metody przygotowania próbek.

W zależności od wykorzystywanej techniki analitycznej próbki poddano badaniom bez stosowania jakichkolwiek czynności przygotowawczych (analiza FT-IR), rozpuszczono w tetrahydrofuranie otrzymując około 10% roztwory (analiza GPC) lub rozpuszczono w deuterowanym chloroformie (analiza NMR)

2. Opis metody badawczej.

Widma w podczerwieni rejestrowano na aparacie FT-IR firmy Bruker model Tensor 27 wyposażonym w jednodobiciową przystawkę ATR Golden Gate firmy SPECAC. Pomiar wykonano w temperaturze pokojowej z rozdzielczością 2 cm^{-1} w zakresie od 500 do 4000 cm^{-1} zbierając po 32 skany dla próbki i tła.

Rozdziałów chromatograficznych techniką GPC dokonano z wykorzystaniem aparatu Waters Alliance 2695 wyposażonego w detektor refraktometryczny (Waters 2414 RI) oraz zestaw trzech kolumn (Waters Styragel HR1, HR2 i HR4 $7.8 \times 300\text{ mm}$) w układzie szeregowym. Jako eluentu użyto THF ($0,6\text{ mL/min}$). Temperatura detektora - 40°C , temperatura pieca kolumn 35°C . Wielkości mas polimerów i współczynników polidispersji oznaczono w oparciu o krzywą kalibracyjną dla standardów polistyrenowych (Shodex) w zakresie od $1,31 \times 10^3$ and $3,64 \times 10^6\text{ Da}$.

Analiz NMR rejestrowano na spektrometrze Varian XL 300 w temperaturze pokojowej stosując deuterowany chloroform (CDCl_3) jako rozpuszczalnik.

Do wyznaczenia masy polimerów wykorzystano wyniki pomiarów GPC podczas gdy wyniki analiz NMR i FT-IR posłużyły odpowiednio do określenia budowy polimerów i stosunku ilości jednostek dimetylowych ($\text{Si}(\text{CH}_3)_2$) i metylowodorowych (HSiCH_3). Udział procentowy odpowiednich jednostek w polimerze wyznaczono na podstawie stosunku pól powierzchni pasm przy 2100 i 1250 cm^{-1} obecnych na widmach badanych próbek.

3. Wyniki analiz

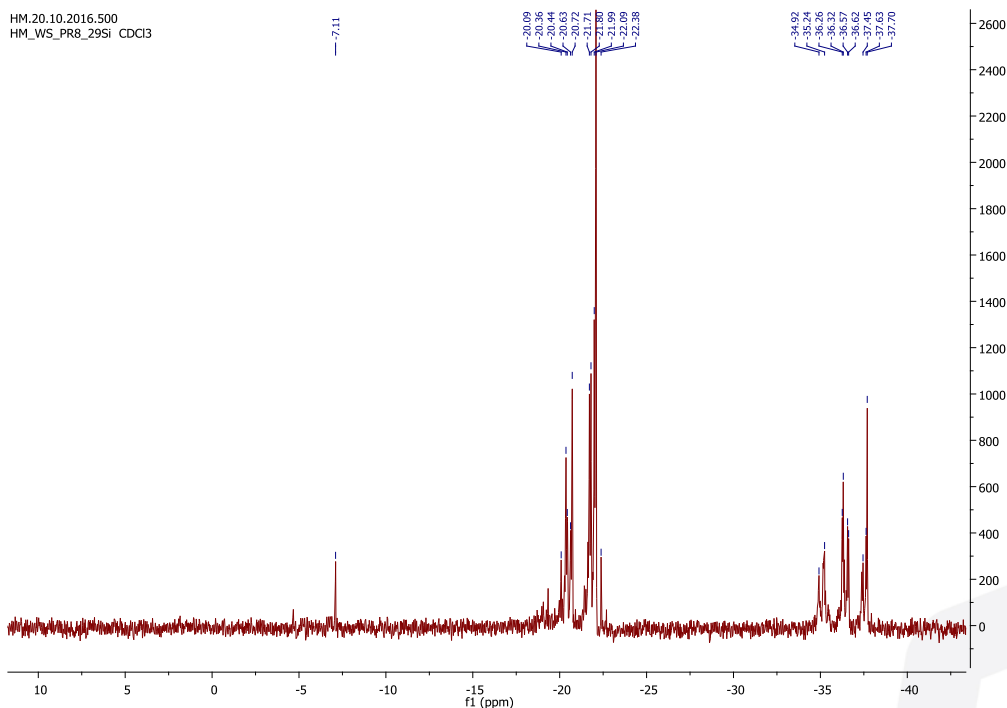
Wyniki analiz GPC zebrano w poniższej tabeli:

Oznaczenie próbki	Mn	Mw	PDI	%	Uwagi
Próbka 8	7310	12392	1,695	100	
Próbka 9	6636	10482	1,580	100	

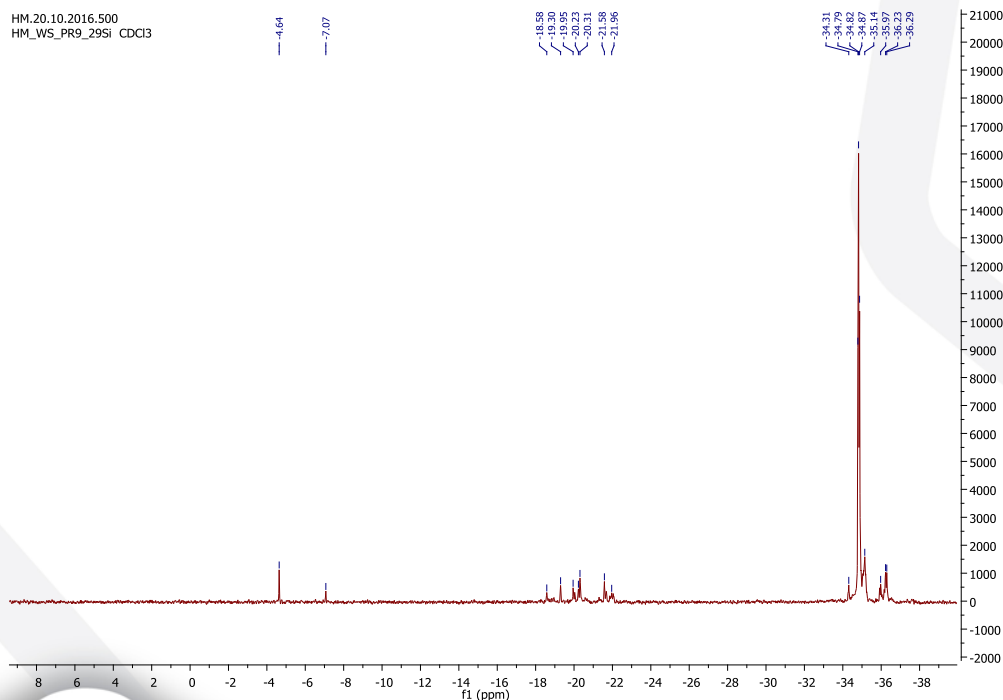
Na podstawie przesunięć chemicznych obecnych na widmach ^{29}Si NMR badanych próbek ustalono prawdopodobną budowę polimerów. Przyjęto odpowiednio, że o obecności:

- terminalnych grup $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ świadczy obecność sygnału o przesunięciu około 7 do 10 ppm
- terminalnych grup $\text{HSi}(\text{CH}_3)_2$ świadczy obecność sygnału o przesunięciu około -5 do -7 ppm
- jednostek $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ świadczy grupa sygnałów o przesunięciu około -17 do -22 ppm
- jednostek HSiCH_3 świadczy grupa sygnałów o przesunięciu około -34 do -38 ppm

Oznaczenie próbki	Grupy terminalne		Łańcuch główny	
	HSi(CH ₃) ₂	Si(CH ₃) ₃	Si(CH ₃) ₂	HSiCH ₃
Próbka 8	+	-	+	+
Próbka 9	+	-	+	+



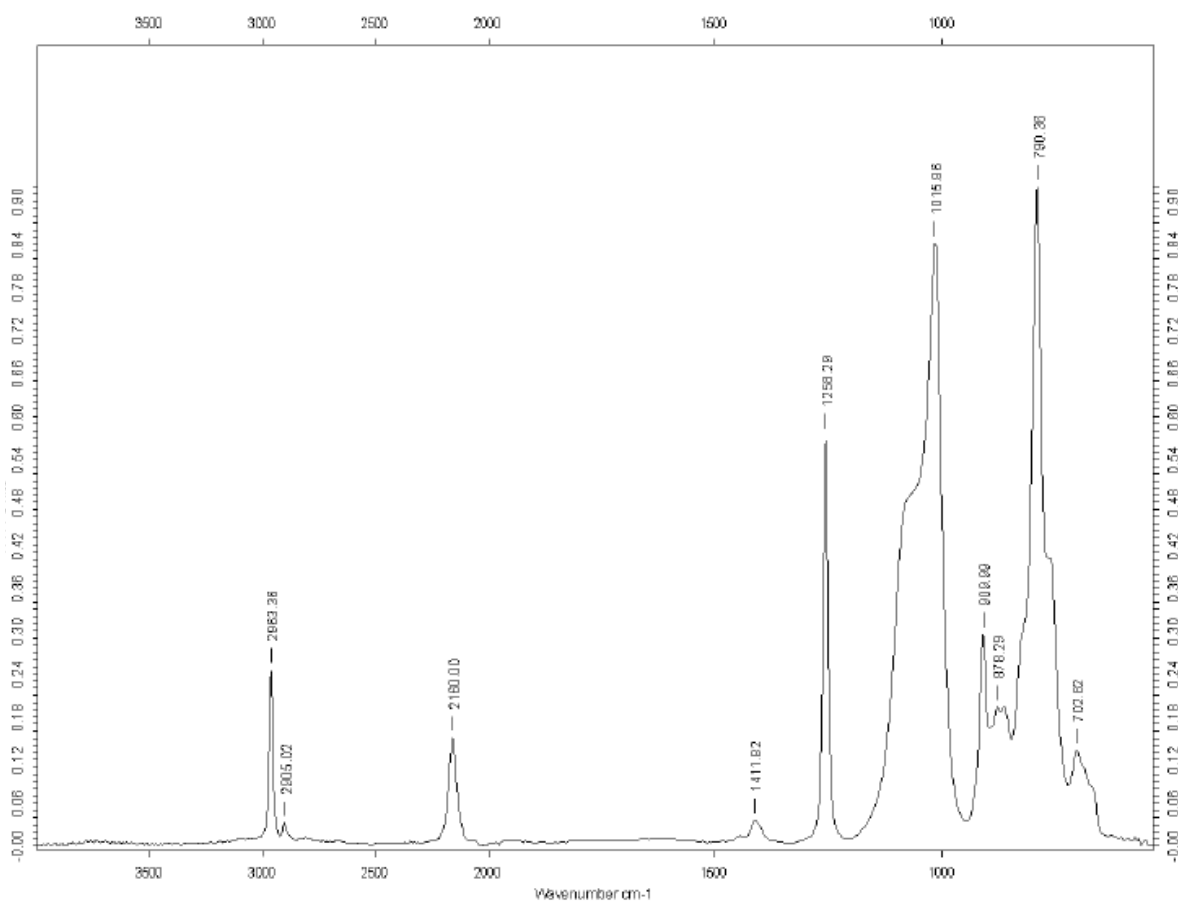
Rys. 1. Widmo ²⁹Si NMR preparatu o oznaczeniu próbka 8.



Rys. 2. Widmo ²⁹Si NMR preparatu o oznaczeniu próbka 9.

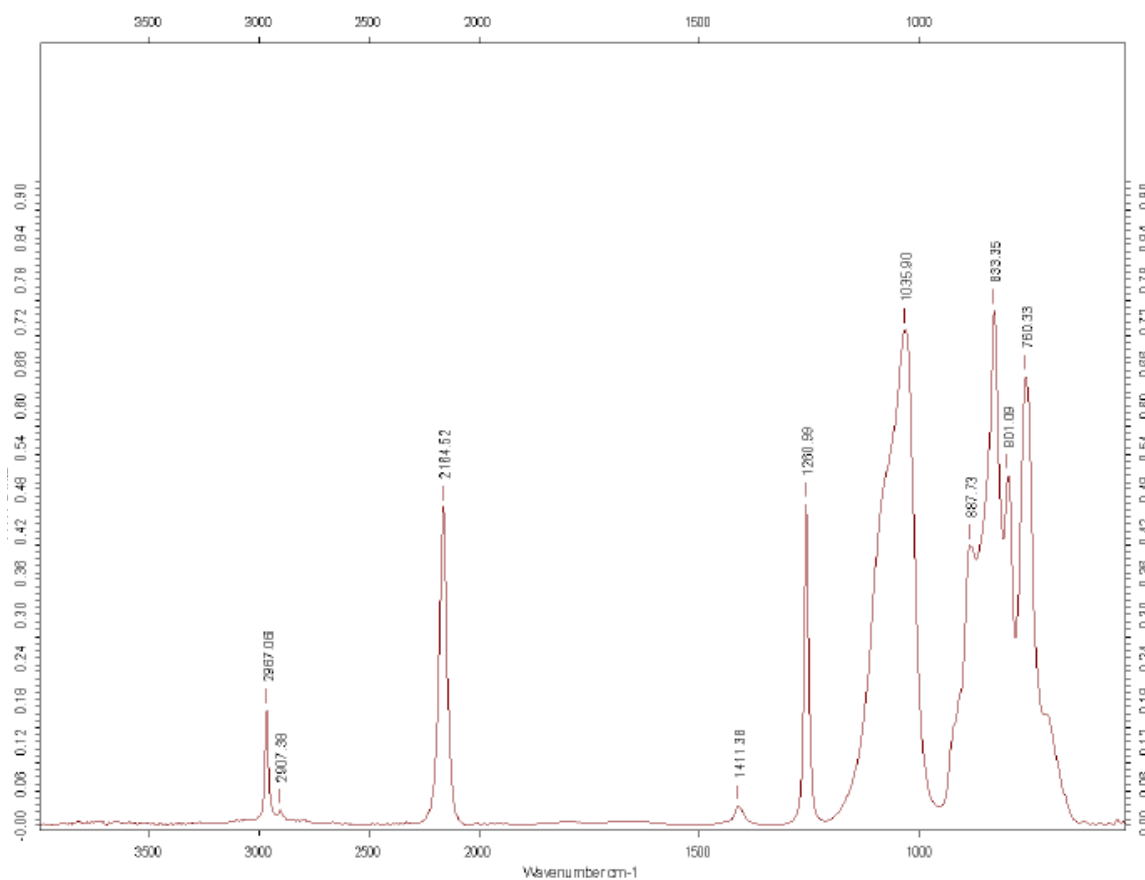
Oznaczenia udziału jednostek HSiCH_3 w badanych polimerach dokonano w oparciu o wyniki analizy FT-IR otrzymanych próbek. Oznaczenie polegało na wyznaczeniu zależności stosunku wielkości pola powierzchni pasma pochodzącego od drgań rozciągających wiązania Si-H przy liczbie falowej 2100 cm^{-1} do wielkości pola powierzchni pasma pochodzącego od drgań zginających wiązania Si-CH₃ przy liczbie falowej 1250 cm^{-1} i przyrównaniu go do analogicznych wartości dla próbek o znanym składzie.

Oznaczenie próbki	Udział procentowy HSiCH_3	Liczba jednostek	
		$\text{Si}(\text{CH}_3)_2$	HSiCH_3
Próbka 8	29	75	30
Próbka 9	86	15	90



Próbka_8.0, 19/10/2016, 08:03:09.275 (GMT+2), TENSOR 27, Golden Gate

Rys. 3. Widmo FT-IR preparatu o oznaczeniu próbka 8.



Próbka_9.D, 19/11/2016, 09:06:37.395 (GMT+2), TENSOR 27, Golden Gate

Rys. 4. Widmo FT-IR preparatu o oznaczeniu próbka 9.