



Kimyager Onur Erdebil

Servis Departmanı Müdür Yardımcısı
Spektroskopi
Ant Teknik

Sert Poliüretan (PU) Köpüklerin Kimyasal Kompozisyonunun FTIR Mikroskopi ve DRIFTS-IR kullanılarak Analizi

Bu çalışmada sert poliüretan köpüklerin kimyasal kompozisyonu FTIR mikroskopi ve Difüz Reflektans Fourier Transform Spektroskopi (DRIFTS) FTIR kullanılarak ölçülmüştür. Rigid poliüretan köpüklerin işlenmesi sırasında ortaya çıkan sıcaklık gradyanları köpüğün yatay ve dikey eksenleri üzerinde kimyasal gradyanlara neden olabilmektedir.

Tepkimeye girmeyen reaktifler ile yan tepkimelerden ortaya çıkan ürünler köpüğün mekanik dayanımını azaltacak şekilde boşlukların içinde kalabilmektedir.

Oldukça kompleks ve heterojen kompozit için sonuç elde edilmiştir.

Köpüğün hücresel yapısının kimyasal kompozisyonu çalışılarak gaz ile dolu hücre çekirdeğinin ve hücre duvarının belirgin spektrumu elde edilmiştir.

FTIR spektroskopisi, kimyasal kompozisyonlarındaki değişimin hem bulk hem de mikroskopik seviyelerde çalışılması için ideal bir araçtır.

Deneysel Koşullar – Reaktifler

Piyasada satılmakta olan dökme poliüretan köpüklerin hammaddeleri (Üreticiye göre Parça A ve Parça B olarak gösterilmektedir) kullanılmıştır.

Kesin formülasyon mevcut değilse de;

- Parça A diizosiyanat içermekte,
- Parça B poliöl, su (üfleme ajanı), bir katalist ve optimize edilen oranlarda önceden karıştırılmış bir sürfaktan içermektedir.

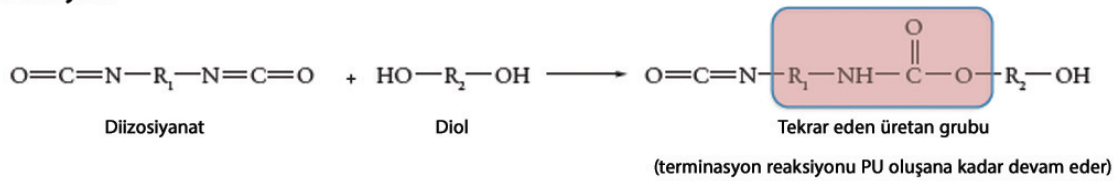
Parça A ve Parça B eşit miktarlarda eklenmiş ve karışım üniform bir görünüm kazanana dek karıştırılmıştır.

Köpük daha sonra kabarmış ve beş (5) gün süresince bekletilmiştir.

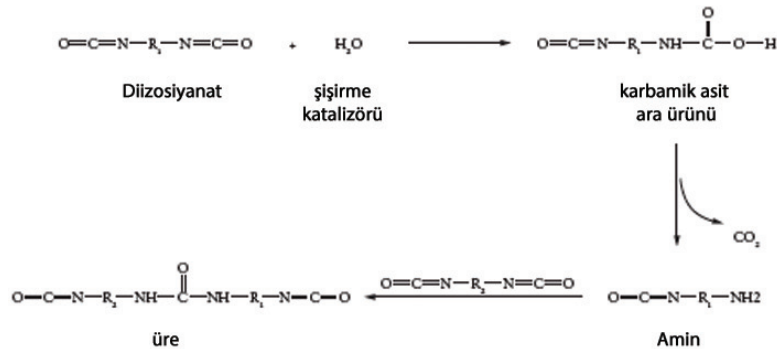
FTIR sonuçlarına bakılarak, köpükte üretoneimin benzersiz bağlama işlevinin mevcut olabileceği anlaşılmakta, bu da başlangıç maddelerinin kesin formülasyonları ile ilgili ipuçları vermektedir.

Rigid PU Köpüğü Eldesi Reaksiyonu

Genel Reaksiyon ^[1,2]

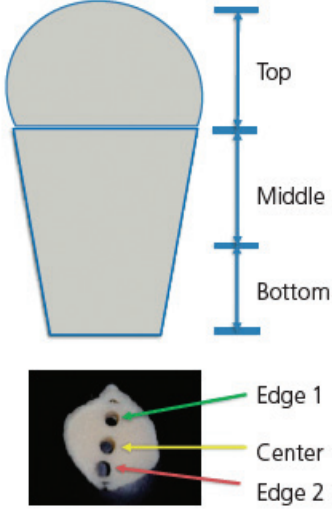


Köpük Şişirme Reaksiyonu ^[1,2]



Şekil 1. Rigid PU Köpüğü Eldesi Reaksiyonu

Deneyel Koşullar – Köpük Kalıbının Gösterimi



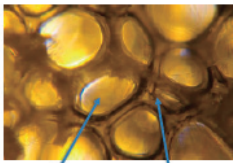
- Kalıptaki üç bölüm kesilmiş ve "üst" "orta" ve "alt" bölüm olarak belirlenerek numune alınmıştır.
- Numuneler her bir alanın radyal merkezinden dairesel delikler açılarak çıkarılmıştır.
- Orta bölüm için, üç numune dairesel olarak çıkarılmış ve "merkez", "Kenar 1" ve "Kenar 2" olarak iş-retlenmiştir.

Şekil 2. Köpük kalıbı

Cihaz ve Malzemeler



Shimadzu IRTracer-100 cihazı ve AIM-8800 FTIR Mikroskobu



CO₂ filled cell cell wall

PU köpüğün Işık Mikroskop Görüntüsü

Numune Hazırlama

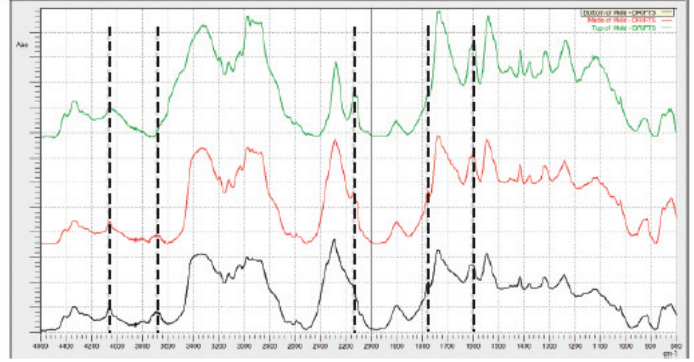
Kalıbin orta bölümünden çıkarılan numune test edilmiştir. Mikroskopi için ince örnekler elde edilmesi amacıyla silindirik bir mikrotom kullanılmıştır.



PIKE EasiDiff DRIFTS Aksesuarı

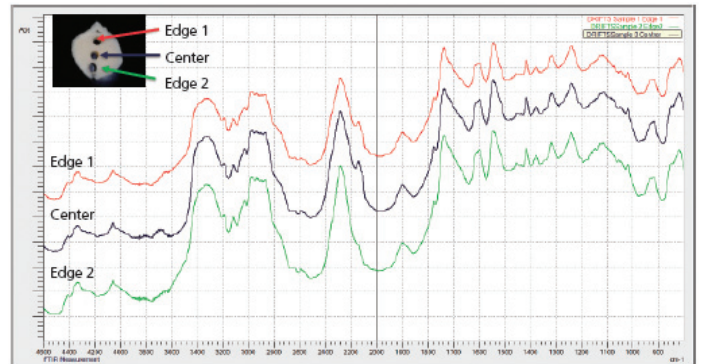
Numune Hazırlama: Pristin numuneleri kesilerek çıkarılmış ve aksesuarla birlikte temin edilen 10 mm çaplı numune kabına sıkıca oturması için uygun incelikte parçalara ayrılmıştır.

DRIFTS-IR: Kalıbın Altından Üstüne



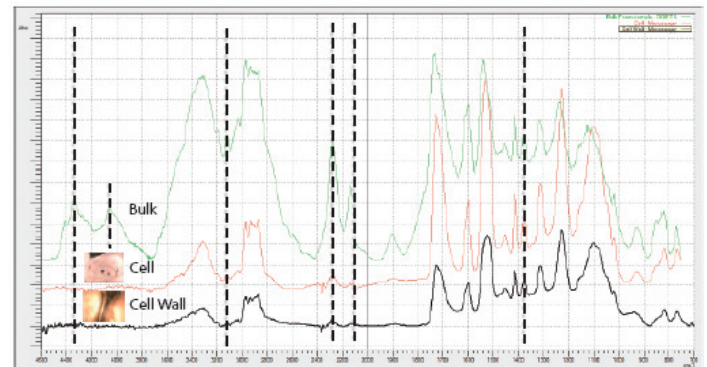
Şekil 3. Kalıbın kompozisyonu kalıbın altından üstüne doğru hareket edildikçe değişmektedir.

DRIFTS-IR: Kalıbın Orta Bölümünün Radyal Profili



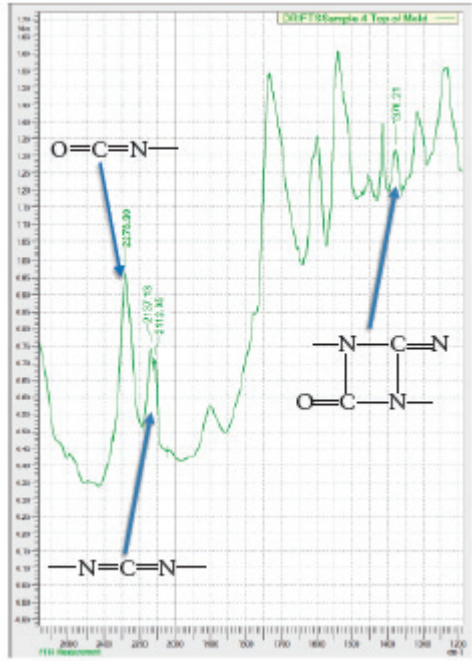
Şekil 4. Kalıbın kompozisyonu orta bölümün radyal eksenini boyunca ciddi bir değişim göstermemektedir.

FTIR Mikroskopisi: Hücre ve Hücre Duvarına ait Spektrumlar



Şekil 5. Hücre ve hücre duvarı kompozisyonunun, köpüğün içindeki mikro-deliklerde toplanan reaktif ve reaksiyon yan ürünleri nedeniyle, bulk köpükten farklı olduğu görülmektedir.

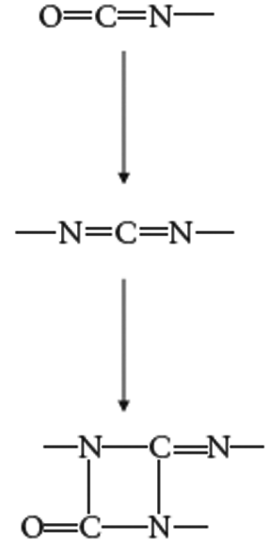
PU Köpüğünde Çapraz Bağlanma^[1, 2]



Tepkimeye girmeyen izosiyanat karbodiimid oluşturmak üzere kendisiyle tepkimeye girer

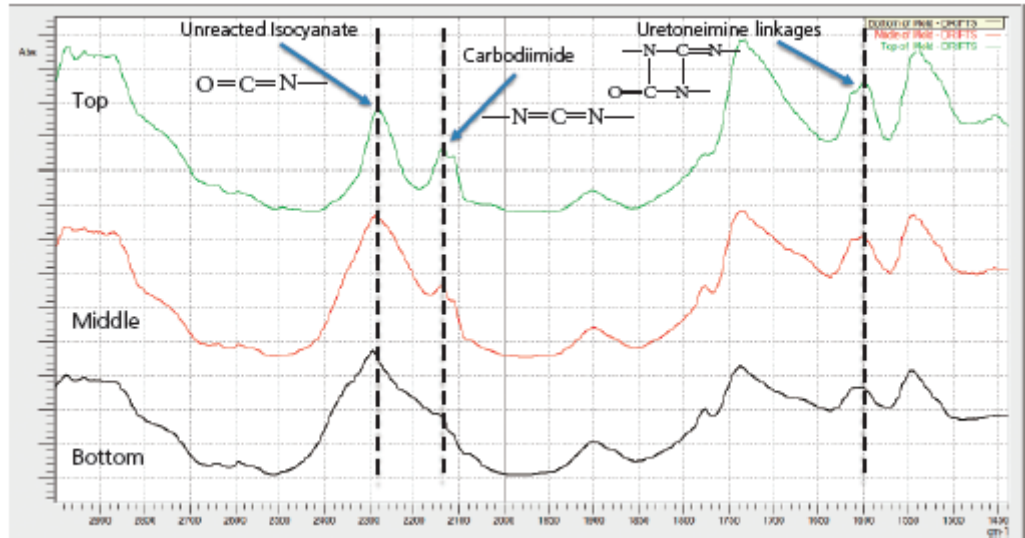
Karbodiimid uretaneim çapraz bağları oluşturmak üzere izosiyanat ile reaksiyona girer

Uretaneim bağları sertliğin artmasına neden olur



Şekil 6. Çapraz Bağlanma

DRIFTS-IR: Kalıbın Üstünden Altına



Şekil 7. Kalıbın kompozisyonu kalıbın üstünden altına doğru hareket edildikçe değişmektedir.

Kaynakça

Shimadzu Pittcon 2015 Poster No. 2250-4P Analyzing Chemical Composition of Rigid Polyurethane (PU) Foams using FTIR Microscopy and DRIFTS-IR