



**FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE**

Zavod za polimerno inženjerstvo i organsku kemijsku tehnologiju

INTERNA SKRIPTA IZ VJEŽBI

## **POLIMERI I POLIMERIZACIJSKI PROCESI**

**2022./2023.**

Prof. dr.sc. Zlata Hrnjak – Murgić,  
Prof. dr.sc. Jasenka Jelenčić  
Doc. dr. sc. Ljerka Kratofil Krehula

# SADRŽAJ

VJEŽBA 1	GRAFT POLIMERIZACIJA	2
VJEŽBA 2	BUBRENJE POLIMERA	6
VJEŽBA 3	SUSPENZIJSKA POLIMERIZACIJA	8
VJEŽBA 4	ODREĐIVANJE KONVERZIJE MONOMERA U POLIMER	11
VJEŽBA 5	IDENTIFIKACIJA	12

# U V O D

POLIMERIZACIJE SE DIJELE S OBZIROM NA:

## I NAČIN POLIMERIZACIJE

1. **Homogene** - u masi i otopini
2. **Heterogene** - suspenzijske i emulzijske

## II TIP POLIMERIZACIJE

1. **Adicijska** - monomeri se vežu jedan na drugi
2. **Kondenzacijska** - dolazi do spajanja funkcionalnih grupa i izdvajanja malih molekula (npr. H<sub>2</sub>O)
3. **Ionska** - kationska  
- anionska
4. **Koordinacijska**

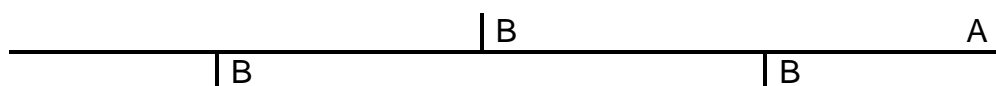
## III MEHANIZAM RASTA LANCA

1. **Lančasti rast lanca** - monomeri se u nizu nadovezuju jedan na drugi bez prekida
2. **Stupnjeviti rast lanca** - dolazi do izdvajanja malih molekula, a reakcija se odvija u stupnjevima, tj. korak po korak

## VJEŽBA 1

### GRAFT POLIMERIZACIJA

Graft polimerizacija je vrsta polimerizacije kod koje dolazi do reakcije monomera s već gotovim polimerom. Možemo reći da je to reakcija na makromolekulama koja nam omogućuje modificiranje svojstava gotovog polimera. Graft polimerizacija omogućuje povezivanje kemijskim vezama najčešće dva nemješljiva polimera. Mješljivi polimeri su oni polimeri kada miješanjem čine jednu homogenu fazu. Postoje zatim djelomično mješljivi i nemješljivi polimeri. Nemješljivi polimeri čine heterogenu polimernu smjesu koju čine zasebne faze pojedinih komponenata. Ukoliko su zasebne faze polimera koji čine polimernu smjesu grubo dispergirane, tada takva polimerna smjesa najčešće ima zadovoljavajuća fizičko-mehanička svojstva. Primjer nastajanja heterogene smjese su i graft polimeri. Graft polimer kao produkt graft polimerizacije sastoji se od osnovnog lanca (A) jednog polimera i bočnih lanaca (B) drugog polimera kao što je prikazano sljedećom shemom:



Na temelju takve strukture graft polimeri se označavaju kao poliA - graft – poliB. Mjesto graftiranja (cijepljenja) bočnog lanca na osnovni polimerni lanac uglavnom je na lako reaktivnim mjestima kao što su dvostruke veze ili tercijski ugljikov atom. Lako reaktivna mjesta osnovnog polimernog lanca lako otpuštaju vodik s C atoma i tako nastaje aktivno mjesto na polimernom lancu na koje se veže bočni lanac. Svojstva graft polimera ovise, osim o prirodi i udjelu dviju polimernih vrsta, i o gustoći graftiranih (cijepljenih) mjesta te o molekularnoj masi osnovnog i bočnog lanca.

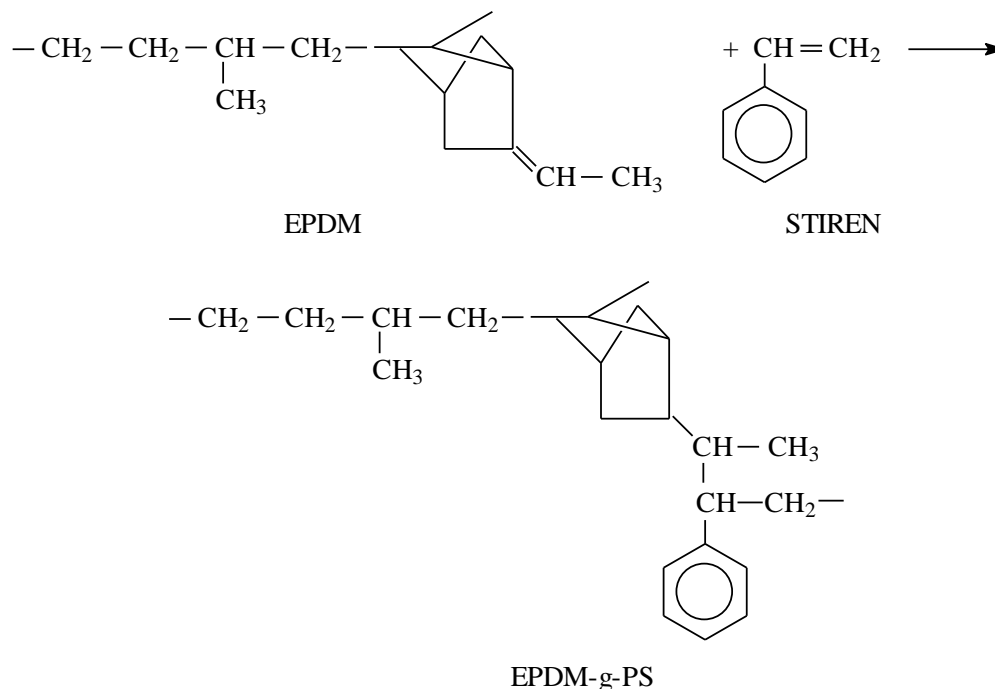
Najvažnije metode sinteze graft polimera su:

- a) polimerizacija monomera jedne vrste u otopini polimera druge vrste
- b) ugradnja funkcionalnih skupina na polimernom lancu koje postaju aktivna mjesta polimerizacije drugog monomera
- c) kopolimerizacija jedne vrste monomera s makromerom druge vrste

## Polimerizacija monomera jedne vrste u otopini polimera druge vrste

Primjer takve polimerizacije je monomer stiren u otopini EPDM polimera. Tijekom graft polimerizacije na polimerni lanac u fazi inicijacije veže se monomer stirena, potom oligomeri i polimer polistirena.

Kao produkt graft polimerizacije dobije se graft polimer EPDM-g-PS, prema jednadžbi:



Reakcijom se dobiva i homopolimer polistiren jer se sav nastali polistiren ne graftira na EPDM polimer, već ostaje u otopini kao homopolimer.

Na fizička svojstva graft polimera između ostalog utječe i otapalo, koje je medij polimerizacije, ono utječe na morfologiju polimera zbog svojih interakcija s polimernim blokovima. Graft polimeri pokazuju većinu termičkih i mehaničkih svojstava koja su opažena kod blok kopolimera. Krajnji cilj graftiranja je poboljšanje svojstava osnovnog materijala ili čak dobivanje novih svojstava koja proširuju područje primjene. Graft polimeri koriste se u proizvodnji viskoelastičnih pjena, termostabilnih elastomera i poliuretanskih pjena.

## IZVEDBA POKUSA

### Priprava otopine polimera

Za sintezu graft polimera potrebno je složiti aparaturu za polimerizaciju kao na slici. Prije same reakcije graftiranja potrebno je pripremiti otopinu EPDM u heptanu. Osim heptana mogu se upotrijebiti i druga otapala, primjerice toluen, ksilen itd. Otopina EPDM polimera priprema se u aparaturi u kojoj se potom nastavlja graft polimerizacija. EPDM polimer se otapa na 35°C uz stalno miješanje, vrijeme otapanja je od 3-5 sati.

## Polimerizacija

Priprema graft polimera, EPDM<sub>0,15</sub>-g-PS<sub>0,85</sub> započinje tako da se u pripremljenu otopinu EPDM polimera, koja se nalazi u četverogrloj tikvici, doda monomer stiren i benzoil-peroksid koji je inicijator reakcije polimerizacije. Polimerizacijska otopina je 4-molarna, gdje je udio EPDM-a 0,15, a stirena 0,85.

Uključi se grijanje, miješanje i vodeno hladilo te započinje zagrijavanje reakcijske smjese do 90°C uz stalno miješanje. Vrijeme polimerizacije bilježi se od trenutka kada se postigne temperatura polimerizacije od 90°C, a zatim se na toj temperaturi reakcija vodi oko 2 h. Nakon isteka propisanog vremena graft polimer EPDM<sub>0,15</sub>-g-PS<sub>0,85</sub> taloži se u metanolu.

Istaloženi se polimeri suše na 65°C, zatim se važu i izračuna se konverzija prema jednadžbi:

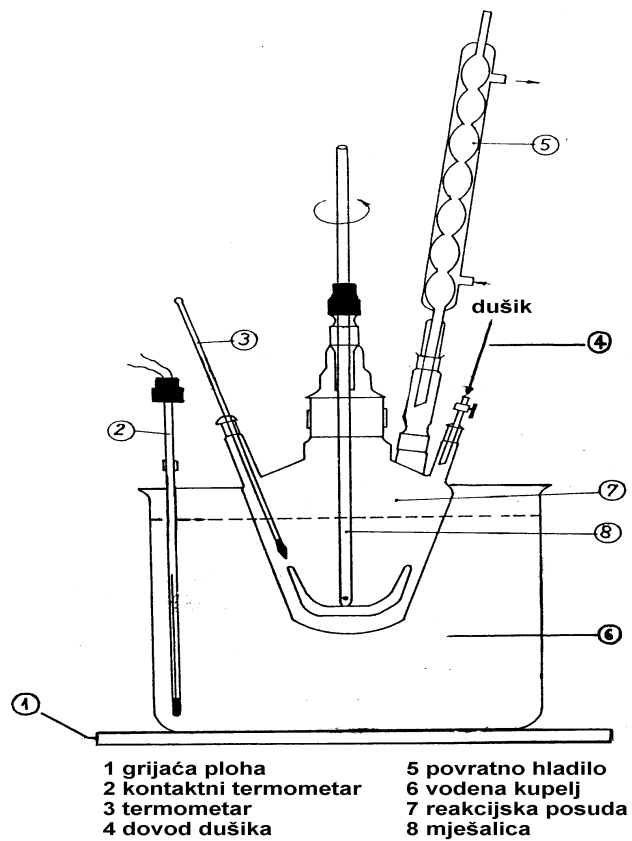
$$\text{konverzija, \%} = \frac{\text{masa polimera, g}}{\text{masa monomera, g}}$$

### Potrebne kemikalije

1. 5,00 g EPDM kopolimer
2. 80,0 cm<sup>3</sup> heptan
3. 31,0 cm<sup>3</sup> stiren,  $\rho = 0,902 \text{ g/cm}^3$
4. 0,25 g benzoil-peroksid (75 %-tni)
5. 200 cm<sup>3</sup> metanola

### Posuđe za izvedbu pokusa

1. četverogrlo tikvica
2. vodeno hladilo
3. staklena miješalica s mehaničkom miješalicom, 180 o/min
4. kontaktni termometar
5. posuda za vodenu kupelj
6. menzura 100 cm<sup>3</sup>
7. čaša 250-300 cm<sup>3</sup>
8. pipete 25 cm<sup>3</sup> i 10 cm<sup>3</sup>



Slika 1. Aparatura za graft polimerizaciju

## VJEŽBA 2

### BUBRENJE POLIMERA

Povezivanjem polimernih lanaca kemijskim vezama stvara se umreženi polimer npr. vulkaniziranjem kaučuka nastaje prostorna mreža. Stvaranjem takve strukture dolazi do promjena u kemijskom sastavu i fizičkim svojstvima polimera. Fizikalna svojstva umreženog polimera ovise o gustoći umreženja tj. o broju premoštenja između lanaca. Tako i najmanja količina sredstva za umreživanje čini polimer netopljivim u bilo kojem otapalu, a s povećanjem umreženja smanjuje se mogućnost bubrenja.

Otapanje polimera je proces koji se nešto razlikuje od otapanja niskomolekularnih tvari zbog velike razlike u veličini između čestica komponenata tj. između polimera i otapala. U kontaktu otapala i polimera pokretljivost molekula otapala je vrlo velika dok velike molekule polimera ostaju gotovo nepokretne. Zato otapanje polimera započinje tako da polimer prvo bubri u otapalu tj. apsorbira niskomolekularno otapalo sve dok se ne uspostavi termodinamička ravnoteža i nastaje prava otopina otapala u polimeru. Nakon toga molekule polimera spontano prelaze u otapalo i dolazi do otapanja polimera tj. stvara se otopina.

Umreženi polimeri ne mogu stvarati otopine jer su njihovi lanci međusobno povezani kemijskim vezama i oni se ne mogu razdvojiti ni na kojoj temperaturi (osim iznad temperature degradacije polimera) što znači da ne mogu prijeći u otapalo. No, to ne znači da će svaki umreženi polimer bubriti u bilo kojem otapalu. Do pojave bubrenja dolazi u onim slučajevima u kojima postoji afinitet između polimera i nisko molekularnog otapala.

Afinitet između polimera i otapala uvjetovan je čitavim nizom faktora. Najvažnije karakteristike kojima se opisuju polimeri i otapala su: parametar topljivosti,  $\delta$ , intenzitet polarnosti, disperznost i vodikove veze. Dakle, vrijedi opće pravilo: slično u sličnom se otapa, odnosno polimer sličnih karakteristika kao i samo otapalo, intenzivno će bubriti u tom otapalu (umreženi polimer) ili će se otapati u njemu (neumreženi polimer).

Parametar topljivosti je definiran kao  $\delta = \sqrt{\text{CED}}$

CED =gustoća kohezijske energije - jednaka je potencijalnoj energiji jednog kubnog centimetra tvari tj. jednaka je energiji koju je potrebno utrošiti da ispari 1 cm<sup>3</sup> tvari.

Možemo, prema tome, reći da je parametar topljivosti mjera intenziteta interakcija istovrsnih molekula, a to znači mjera intenziteta interakcije molekula u samom otapalu ili u samom polimeru. Kada su vrijednosti otapala i polimera jednake ili slične, njihove međusobne interakcije (otapanje, bubrenje) su velike. Vrijednosti  $\delta$  kreću se od 12,48 (J/m<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> za vodik do 47,9 (J/m<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup> za vodu. Niske vrijednosti karakteriziraju uglavnom nepolarne tvari, a veće polarne. Prilikom bubrenja nekog polimera u nekom otapalu dolazi do povećanja njegovog volumena i mase. Tako se iz porasta mase ili volumena može odrediti intenzitet bubrenja, koji se definira stupnjem bubrenja  $\alpha$ .

$$\alpha, \% = \frac{m - m_0}{m_0} \cdot 100$$



gdje je:

$m_0, m$  - masa uzorka prije bubrenja i masa uzorka nakon bubrenja

Svrha određivanja stupnja bubrenja je u tome da se može ocijeniti mogućnost primjene nekog polimera u dodiru s određenim otapalom, kao i određivanje gustoće umreženja polimera tj. karakterizacije umreženog polimera. Npr. bubrenjem se može, između ostalog, pratiti i proces degradacije polimera. Umreženi polimeri koji imaju veliki stupanj bubrenja (preko 20 %) u dodiru s određenim otapalom nisu prikladni za primjenu u praksi. Posljedica snažnog bubrenja polimera je slabljenje fizikalno-mehaničkih svojstava dotičnog polimera.

### IZVEDBA POKUSA

Stupanj bubrenja može se odrediti gravimetrijski ili volumetrijski budući da bubrenjem dolazi do povećanja mase i volumena polimera.

Potrebno je točno izvagati po tri uzorka gume za bubrenje u svakom pojedinom otapalu. Svaki od tri uzoraka obilježi se i stavi u jednu bočicu u koju se dolije otapalo do pola bočice. Na bočici treba zapisati otapalo: (npr. etanol, metanol, toluen, voda, heptan, nafta...). Postupak se ponovi za svako otapalo posebno. Uzorci se ostave u bočici bubriti 30 min pa se izvadi uzorak po uzorak, obriše filter papirom i ponovo izvaže. Nakon vaganja uzorak se vrati natrag u bočicu.

Nakon daljnjih sat vremena (ukupno 90 minuta) uzorci se ponovo izvade iz bočica, obrišu filter papirom i izvažu. Iz dobivenih mjerenja, izračuna se stupanj bubrenja gume,  $\alpha$ , za svaki pojedini uzorak, nakon 30, 60 i 90 min bubrenja. Kao krajnji rezultat izračuna se srednja vrijednost stupnja bubrenja za svako otapalo i za tri različita vremena.

### Potrebne kemikalije

1. etanol, voda, heptan, nafta
2. uzorci gume

### Posuđe za izvedbu pokusa

1. bočice s čepom od 100 mL, 4 kom.

VODA										
	$m_0$	$m_1/30$ min	$m_2/60$ min	$m_3/90$ min	$\bar{m}_1$	$\bar{m}_2$	$\bar{m}_2$	$\alpha/30$	$\alpha/60$	$\alpha/90$
1.										
2.										
3.										

### SUSPENZIJSKA POLIMERIZACIJA, PERL - POLIMERIZACIJA

Suspenzijska polimerizacija je heterogena polimerizacija kod koje se monomer polimerizira u mediju u kojem se otapa ili djelomično otapa (obično voda) i suspendira se bez prisustva emulgatora. Ovaj tip polimerizacije koristi se kada se žele dobiti polimeri velike optičke bistroće i dobrih električnih izolacijskih svojstava. Ova polimerizacija ima prednost pred polimerizacijom u emulziji zbog čistoće proizvoda koja je jednaka čistoći proizvoda dobivenih polimerizacijom u masi.

Tekući monomer se miješanjem dispergira u perle različitih dimenzija tako da po završetku polimerizacije polimer ima oblik pravilnih globula (0,5-3 mm). Kod pravilno odabranih uvjeta reakcije mogu se dobiti čisti polimeri.

Reakcija se sastoji od tri odvojene faze. Prvu fazu predstavlja period inicijacije u tijeku kojeg nastaje samo malo polimera, a viskoznost tekućih perli se neznatno mijenja, (perle uglavnom sadrže monomer). Ako se perle sudaraju i sljepljuju u ovoj fazi, mogu se mehaničkim miješanjem i razdvojiti.

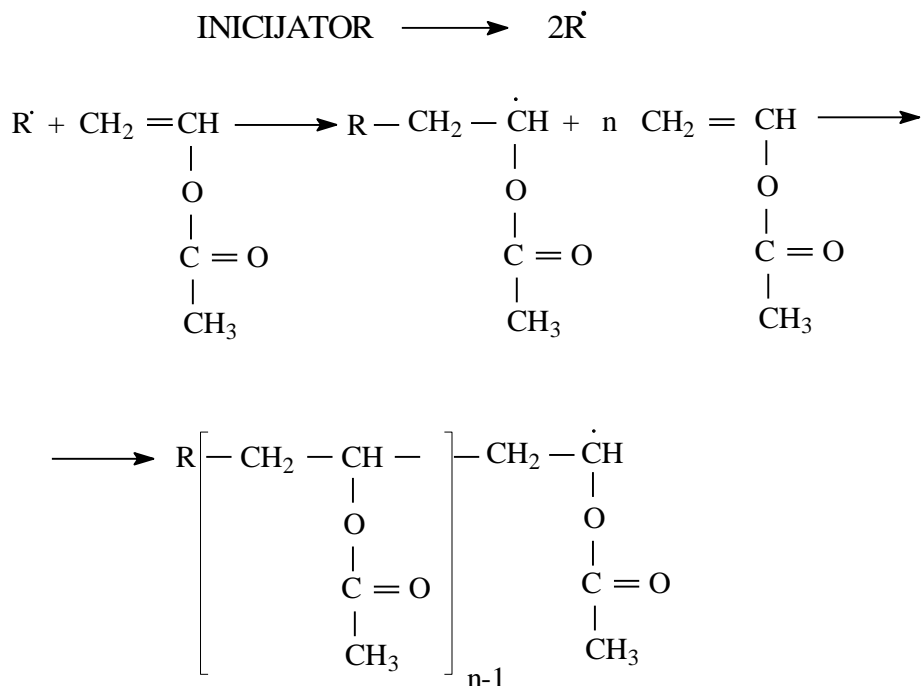
Nakon perioda inhibicije slijedi period propagacije u kojem se brzo stvaraju daljnje količine polimera u jednom dijelu perle. U tom periodu perle postaju viskoznije i ljepljivije i ako dođe do sudara i sljepljivanja perli, mehaničko miješanje nije dovoljno za njihovo razdvajanje. U tom periodu za vrlo kratko vrijeme postoji mogućnost da se perle slijepe u veliki grumen, no dodatkom male količine sredstva za stabilizaciju suspenzije, koje se adsorbira na površinu perli, uspješno se prebrodi kritična faza reakcije. Ovi stabilizatori suspenzije na kraju polimerizacije mogu se u potpunosti ukloniti s površine perli pranjem na odgovarajući način.

U trećoj fazi, fazi terminacije, povišenjem temperature dolazi do očvršćivanja perli koje se više ne sljepljuju. Razlika između ovog postupka i polimerizacije u emulziji je u tome što nije potrebno koagulirati proizvod jer je on već u obliku kojim se lako rukuje. Na ovaj način može se izbjeći okludiranje (zatvaranje) stranih materija u čestice polimera. Sredstva za stabilizaciju suspenzije mogu biti u vodi topljivi polimeri kao što su: poli(vinil-alkohol), polimetakrilna kiselina, zatim organske tvari kao što su kao želatina, škrob, agar-agar te u vodi netopljive anorganske tvari (barijev sulfat, aluminijev hidroksid itd.).

Ovom polimerizacijom dobiva se polimer s većom i srednjom molekulskom masom i užom krivuljom raspodjele nego pri polimerizaciji u masi što ukazuje na to da pri polimerizaciji u suspenziji dolazi do neznatnog lokalnog pregrijavanja.

Dimenzije perli mogu se proizvoljno kreirati, a ovise o brzini i efikasnosti miješanja te o vrsti i količini upotrijebljenog stabilizatora. Također ovise o brzini konverzije koja opet ovisi o temperaturi i koncentraciji inicijatora, odnosu monomera prema mediju u kojem je suspendiran i o pH reakcijske smjese. Polimerizacija u emulziji ima puno veću konverziju (96 %) nego suspenzijska polimerizacija (50 %). No, polimer dobiven emulzijskom polimerizacijom sadrži emulgator, stabilizator i druge komponente dok je polimer u suspenziji puno čišći.

Jednadžba:



#### IZVEDBA POKUSA

Najprije se složi aparatura za polimerizaciju prema slici 1. Nakon slaganja aparature, a prije unosa kemikalija, potrebno je provjeriti rad mehaničke i magnetske miješalice. Svi otvori na aparaturi moraju biti pravilno podmazani i zabrtvljeni da u tijeku reakcije ne dolazi do isparavanja pojedinih komponenata iz reakcijske smjese. Potom se u reaktor kroz za to predviđen otvor doda 150 mL vode, 0,2 g inicijatora (benzoi-peroksid) i 100 mL monomera (vinil-acetat). Otvori se dovod dušika, uključi se miješalice, povratno hladilo i magnetska miješalice za zagrijavanje vodene kupelji.

Kontaktni termometar postavi se na 65°C. Kada termometar uronjen u vodenu kupelj pokazuje temperaturu od 65 do 67°C, dolazi do pojave refleksa čime otpočinje polimerizacija koja se vodi na toj istoj temperaturi oko 10 minuta.

Nakon toga otpočinje druga faza polimerizacije i na njenom samom početku potrebno je dodati 0,05 g sredstva za stabilizaciju suspenzije (poli(vinil-alkohol), Mowiol 70-88), prethodno otopljenog u 25 mL vode, da se spriječi aglomeracija mase. Reakcija se sada vodi na zadanoj temperaturi od 65 do 67°C sat vremena. Nakon toga perioda reakcija se vodi dalje uz stalno povećanje temperature tj. temperatura se podiže za 1-2°C svakih 5-6 minuta.

Treća faza reakcije je završetak polimerizacije, u tom periodu je temperatura reakcijske smjese 82-86°C. U toj završnoj fazi se u reakcijsku smjesu doda otprilike 0,5 grama kliznog sredstva (natrijev lauril-sulfat) prethodno otopljenog u 25 mL vode te se isključi grijalica i povratno hladilo. Neproreagirani monomer istjeruje se kroz vodeno hladilo propuštanjem dušika. Suspenzija se hladi i čitavo to vrijeme ne smije se prekidati miješanje. Hlađenje se smatra završenim kada se temperatura reakcijske smjese spusti ispod 20°C. Na dnu reaktora istaložene su perle poli(vinil-acetata), a iznad se nalazi sloj bistre tekućine. Dobivena suspenzija se profiltrira, a perle poli(vinil-acetata) isperu se dva do tri puta sa po 100 mL vode i suše na zraku 1-2 dana.

## Potrebne kemikalije

1. 100 mL vinil-acetata
2. 200 mL vode
3. 0,05 g poli(vinil-alkohola), Mowiol 70 - 80 (sredstvo za stabiliziranje suspenzije)
4. 0,1-0,3 g benzoil-peroksida (inicijator)
5. 0,5 g kliznog sredstva

## Posuđe za izvedbu pokusa

1. reaktor od 500 mL
2. staklena miješalica s mehaničkom miješalicom
3. magnetska miješalica s kontaktnim termometrom
4. povratno hladilo
5. kada za kupelj
6. ispiralica za dovod N<sub>2</sub>
7. filter-papir
8. lijevak
9. boca sisaljka
10. menzura, 200 mL

## VJEŽBA 4

### ODREĐIVANJE KONVERZIJE MONOMERA U POLIMER

Na kraju reakcije polimerizacije nužno je odrediti konverziju monomera u polimer iako se ona može očekivati s obzirom na tip polimerizacije. Poznato je da emulzijska polimerizacija ima visok stupanj konverzije (oko 96 %) dok je on kod suspenzijske polimerizacije znatno niži. Budući se niti jednim tipom polimerizacije nikada ne može sav monomer prevesti u polimer, potrebno je odrediti konverziju monomera.

Kod nekih tipova polimerizacije konverzija monomera u polimer provodi se npr. samo do 70 % jer je to ekonomski opravdana polimerizacija. Naravno, nakon procesa polimerizacije preostali monomer se uklanja, ali zaostaje još uvijek jedan mali dozvoljeni dio.

#### IZVEDBA POKUSA

0,5 g uzorka polimera (polistirena) otopi se u 10 mL toluena. Kada se otopi sav uzorak, a to znači i polistiren i stiren, u tikvicu se doda 100 mL metanola. Dodatkom metanola dolazi do taloženja polistirena koji se filtriranjem odvoji od zaostalog monomera u otopini. Nastali talog se osuši na 80°C. Prije vaganja talog je potrebno dobro ohladiti zbog moguće pogreške pri odvagi. Iz razlike mase uzorka prije otapanja i nakon sušenja izračuna se konverzija monomera u polimer. Pokus se izvodi u duplikatu te se izračuna srednja konverzija.

#### Potrebne kemikalije

1. 0,5 g polistirena
2. 10 mL toluena
3. 100 mL metanola

#### Posuđe za izvedbu pokusa

1. Erlenmayer tikvica od 250 mL
2. menzura od 10 i 100 mL
3. filter-papir
4. lijevak za filtriranje

## VJEŽBA 5

### IDENTIFIKACIJA

Identifikacija polimera zasniva se na određivanju karakterističnih elemenata ili grupa u polimeru. Upravo na tom principu razvile su se tehnike za identifikaciju kako polimera, tako i ostalih materijala. Upotrebom kemijskih ili instrumentalnih tehnika svrha je uvijek ista: odrediti karakterističnu grupu ili element u polimeru. Neophodno je potvrditi identifikaciju nekog polimera s dvije ili više metoda da se može sa sigurnošću potvrditi vrsta ispitivanog polimera.

Identifikacija započinje najjednostavnijim metodama: vizualni izgled uzorka, test gorenja, test na gustoću, kao i test s kemikalijama. Tako se uzorak može razvrstati već po izgledu u grupu plastomera ili elastomera, zatim u grupu pjenastih (spužvastih) ili krutih polimera. *Test gorenja*: sam način gorenja pokazuje boju plamena i dima, a vrlo su važni mirisi koji se tijekom gorenja razvijaju. *Primjer*: gorenjem poli(vinil-klorida) na bakrenoj žici, klor iz PVC-a s bakrom daje zeleni plamen (vidi dolje navedene tablice). Zatim je također jednostavno napraviti test na gustoću. Velika većina polimera ima gustoću manju od  $1 \text{ g/cm}^3$  tj. manju od vode, odnosno samo polimeri koji sadrže neke karakteristične elemente imaju gustoću veću od  $1 \text{ g/cm}^3$  pa ih se time odmah jednostavno razvrstava u grupu polimera s gustoćom većom od jedan. *Primjer*: poli(vinil-klorid) s gustoćom oko  $1,5 \text{ g/cm}^3$ .

U vrlo jednostavne metode pripada i test s kemikalijama. *Primjer*: kad se polimeru koji sadrži sumpor dodaje  $\text{HNO}_3$  nastaju tamno smeđe pare. *Drugi primjer* je da s dodatkom vodene otopine joda poli(vinil-alkoholu) nastaje plavo obojenje. Zatim dodatkom  $\text{HNO}_3$  akrilonitril-butadien-stirenu (ABS) nastaju produkti nitriranja koji se identificiraju  $\beta$ -naftolom i daju izrazito crveno obojenje (ovim postupkom zapravo se testira prisutnost stirena u uzorku ABS-a). Ovi i još mnogi drugi primjeri testiranja različitih polimera na gorenje i test s kemikalijama navedeni su u dolje danim tablicama.

U današnje vrijeme za identifikaciju polimera koriste se, naravno, i razne suvremene instrumentalne metode koje su isto tako brze i jednostavne za korištenje. Najčešće korištene metode u polimernoj kemiji su: IR spektrofotometrija, nuklearna magnetska rezonancija (NMR), plinska kromatografija, rendgenska analiza, kromatografija na poroznom gelu (GPC), diferencijalna pretražna kalorimetrija (DSC) itd.

MATERIJAL GORI I NASTAVLJA GORENJE NAKON UKLANJANJA PLAMENA

Polimer	Boja plamena	Miris	Ostale karakteristike	Identifikacija polimera s kemik.	Gustoća polimera
Elastomeri: akrilati	žuta, čađav plamen	po voću		uzorak se otapa zagrijavanjem u $\text{CH}_3\text{COOH}$ , ako je vulkaniziran bubri nakon nekoliko minuta	
Butilni alkohol	žuta, čađav plamen	slatkast			
Etilen-propilen	žuta s plavim donjim dijelom	po vosku svijeće koja gori			
Nitril	žuta, čađav plamen	neugodno slatkast		negativan rezultat testa za stiren-butadien i poliizoprenski kaučuk ukazuje na polibutadienski kaučuk	
Polibutadien	žuta s plavim donjim dijelom, čađav plamen	neugodno slatkast		negativan rezultat testa za stiren-butadien i poliizoprenski kaučuk ukazuje na polibutadienski kaučuk	
Poliizopren (sintetski i prirodni)	žuta, čađav plamen	prodoran		oksidacija s kromnom kiselinom uz dodatak $\text{H}_2\text{SO}_4$ , miris po $\text{CH}_3\text{COOH}$	
Polisulfidi	plava	po sumporu	kisele pare	dodatkom $\text{HNO}_3$ nastaju tamno smeđe pare	
Poliuretani	žuta s plavim donjim rubom	oštar		uzorak se refluksira u konc. $\text{H}_2\text{SO}_4$ , a nakon nekoliko minuta uzorak se razara	
Stiren-butadien kopolimer	žuta, vrlo čađav plamen	po stirenu		isto kao i kod ABS, identificira se prisutnošću stirena	
Vinil piridin St-butadien	žuta, vrlo čađav plamen	po stirenu			
Plastični materijali ABS	žuta s plavim donjim dijelom, čađav plamen	po stirenu		testira se prisutnošću stirena, razgrađuje ABS s $\text{HNO}_3$ , a produkt nitriranja i oksidacije aromatskih komponentata se identificira pomoću -naftala i nastaje izrazito crveno obojenje	tone u vodi
Alkidne smole	žuta, čađav plamen	prodoran, neugodan		određuje se ftalna komponenta, uzorak se zagrijava u $\text{H}_2\text{SO}_4$ , zatim se doda fenol i nastaje crvena boja fenolftaleina	

MATERIJALI KOJI GORE I NASTAVLJAJU GORENJE NAKON UKLANJANJA PLAMENA

Polimer	Boja plamena	Miris	Ostale karakteristike	Identifikacija	Gustoća polimera
Acetatna celuloza	žuta	po octenoj kiselini	kisele pare	polimeri na bazi celuloze, -naftol u kloroformu uz prisutnost H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> i polimera nastaje ljubičasti prsten	tone u vodi
Acetat-butirat celuloza	žuta	po maslačnoj kiselini	kisele pare		
Nitro celuloza	žuta	po kamforu kod blagog zagrijavanja	vrlo brzo gori, eksplozivan	otapa se u difenilaminu, a u konc. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> daje tamno tamno plavo obojenje	
Epoksidi	žuto-narandasta, čađav plamen	oštar		uzorak se zagrijava u kon. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> u ohlađenu otopinu doda se H <sub>N</sub> O <sub>3</sub> prelije se u lužinu pri čemu nastaje svjetlo crveno obojenje	
Etil celuloza	slabo žuta s plavo-zelenim donjim djelom	po izgorenom drvetu	iskri kada se zapali		
Poliakrilonitril	žuta	po cijanidima u početku, a zatim po izgorenom drvetu		dokazivanje nitrilne grupe u pirolizatu, nitrilna grupa se dokazuje pomoću ferosulfata i feroklorida, nastaje plavi talog feriferocijanida (Prusko plavilo)	
Polikarbonati	žuta, čađav plamen	po fenolu	teško se pali	uzorak se pirolizira, razgrađeni produkt, prelazi preko vate s vata se stavi u otopinu p-aminobenzaldehida u CH <sub>3</sub> OH, dodatkom HCl nastaje plavo obojenje	
Poliesteri (stirenizirani)	žute s plavim donjim djelom, vrlo čađav plamen	po stirenu			



Nastavak tablice,

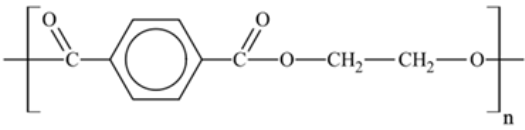
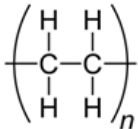
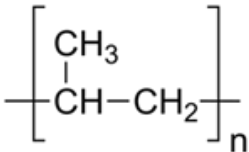
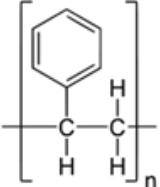
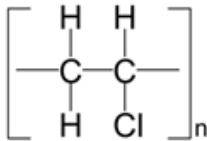
Polietilen	žut s plavim donjim djelom	po vosku svijeeće koja gori	taljenjem postaje proziran	niske gustoće: talište 110-115, visoke gustoće: talište 130-135	pliva na vodi
Polietilen teraflalat	žuta, čađav plamen	ugodan	oštro se tali u bistru bezbojnu tekućinu koja lako teče i može se izvlačiti niti	razgradnja pirolizom, produkti piroliza prelaze preko filter papira koji se namoći u otopinu o-nitrobenzaldehida u lužini, i nastaje plavo obojenje	
Poliformaldehid	slabo plava	po formaldehidu		dokazuje se pomoću kromotozne kiseline, nastaje purpurno obojenje	
Polizobutilen	žuta, čađav plamen	slatkast		dokazuje se kao i klorirani butilni kaučuk	
Polimetil metakrilat	žuta s plavim donjim djelom	po metil metakrilatu		nakon pirolize doda se kon. HNO <sub>3</sub> nakon ohlađenja doda se NaNO <sub>2</sub> , nastaje plavo obojenje	
Polipropilen	žuta s plavom podlogom	po vosku svijeeće koja gori	postaje proziran kada se tali	talište 145-150	pliva na vodi
Polistiren	žuta s plavim donjim djelom vrlo čađav plamen	po stirenu		test prisutnosti stirena kao kod ABS-a	tone u vodi
Poliuretani	žuta s plavim donjim djelom	oštar		test na osnovu oštrog tališta kod 1800 C	

MATERIJALI KOJI GORE, ALI SE GASE NAKON UKLANJANJA PLAMENA

Polimer	Boja plamena	Miris	Ostale karakteristike	Identifikacija polimera s kemik.	Gustoća polimera
Elastomeri: polietilenklorosulfonat	svjetlo žuta	oštar	sivi dim	ako se u uzorku ne može dokazati polikloropren, niti klorirani butilni kaučuk onda je to klorosulfonirani polietilen	
Polikloropren	žuta, čađavi plamen	oštar	kisele pare	dodatkom $HNO_3$ nastaju smeđe pare	tone u vodi
Fluorirani elastomeri	žuta	blag, kiseo	kisele pare		
Plastični mat. Melaminformaldehid	svjetlo žuta sa svjetlo plavo-zelenim rubom	po formaldehidu i ribama	vrlo se teško pali: lužnate pare	obrada sa $CH_3COOH$ , dodatkom pikrinske kiseline nastaje obojenje/melamin	
Najlon	plava sa žutim vrhom	po izgorenom povrću	oštro se tali u bistru talinu iz koje se mogu izvlačiti niti	razgradnja polimera sa $NaOH$ u prisutnosti o- nitrobenzaldehida nastaje blijedo žučkasto obojenje	
Fenol-formaldehid	žuta	po fenolu i formaldehidu	vrlo se teško pali	polimer se zagrijava s Millonovim reagensom (otopina $Hg$ u $HNO_3$ ) nastaje crveno obojenje	
Poliklorotrifluor etilen	žuta	slab, oštar	kisele pare		
Politetrafluor etilen	žuta	bez mirisa	vrlo teško gori, polagano pougljeni, kisele pare		
Polivinil klorid	žuta sa zelenim donjim djelom	oštar	kisele pare	uzorak se otopi u piridinu, doda se $NaOH$ u metanolu i nastaje smeđi talog	tone u vodi
Urea-formaldehid	slabo žuta sa svjetlo plavo zelenim rubom	po formaldehidu i ribama	vrlo se teško pali, lužnate pare	vođena otopina ksantihidrola u metanolu, nastaje bjeli talog	

## IZVEDBA POKUSA

Potrebno je provesti **preliminarnu karakterizaciju 5 nepoznatih polimernih uzoraka** (vizualni izgled, test gorenja, test na gustoću) na temelju koje uz pomoć podataka u tablici 1. možete zaključiti za pojedini uzorak o kojem se polimernom materijalu radi. Zatim je potrebno potvrditi zaključke pomoću **instrumentalne metode** na uređaju FTIR (Fourierova transformacija infracrvene spektroskopije) u području valnih brojeva od 4000 do 650  $\text{cm}^{-1}$ .

Polimer	Boja plamena	Miris	Gustoća	Monomer
Poli(etilen-tereftalat) (PET)	žut plamen,	ugodan	tone u vodi	
Polietilen (PE)	žut s plavim donjim dijelom	po vosku	pliva na vodi	
Polipropilen (PP)	žut s plavim donjim dijelom	po vosku	pliva na vodi	
Polistiren (PS)	žut s plavim donjim dijelom, vrlo čađav	po stirenu	tone u vodi	
Poli(vinil-klorid) (PVC)	žut s zelenim donjim dijelom (uz bakrenu žicu)	oštar	tone u vodi	

### Popis nekih karakterističnih skupina:

vibracije C-Cl veze: 691  $\text{cm}^{-1}$

vibracije  $\text{CH}_2$  grupa: 720, 1426, 1472  $\text{cm}^{-1}$

vibracije C-H veza iz  $\text{CH}_3$  skupine: 1375  $\text{cm}^{-1}$

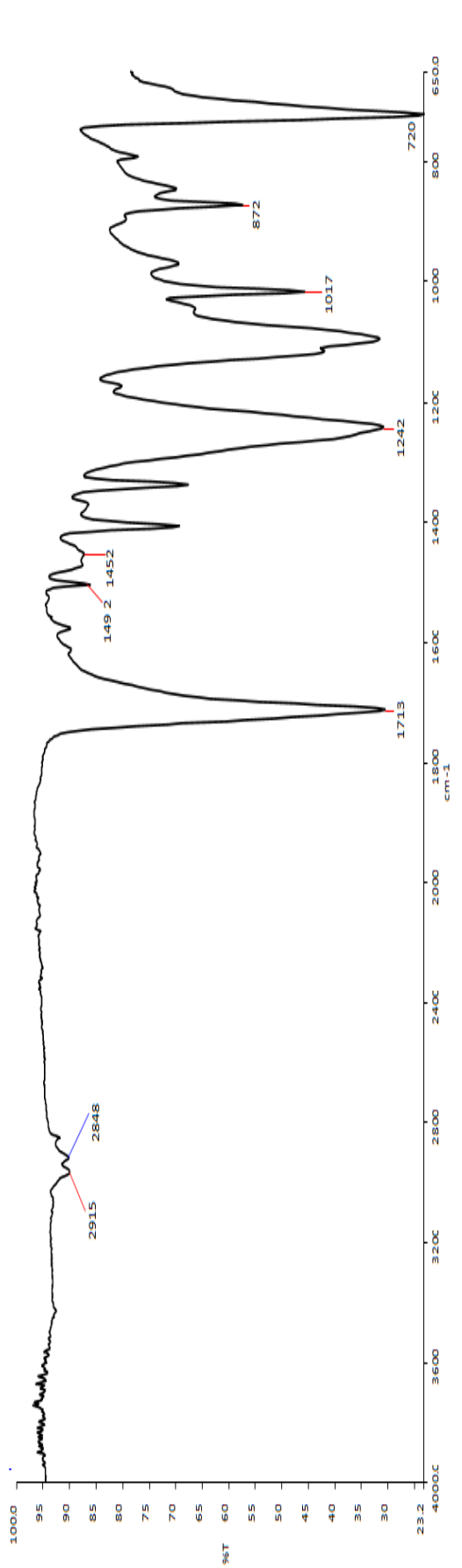
vibracije C-H veza iz  $\text{CH}_2$  skupine: 1255, 2848 i 2915  $\text{cm}^{-1}$

vibracije COO esterskih grupa: 872, 1017, 1034, 1242  $\text{cm}^{-1}$

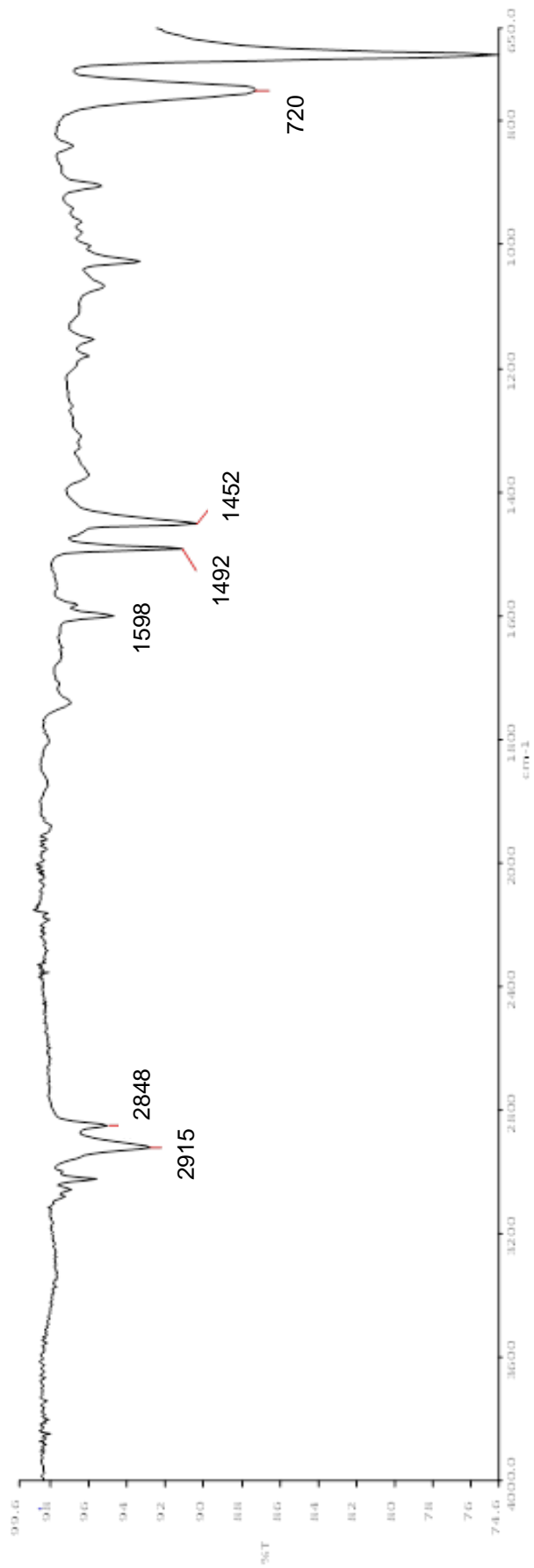
vibracije CO karbonilne grupe: 1713  $\text{cm}^{-1}$

vibracije benzenske jezgre: 1452, 1492, 1598  $\text{cm}^{-1}$

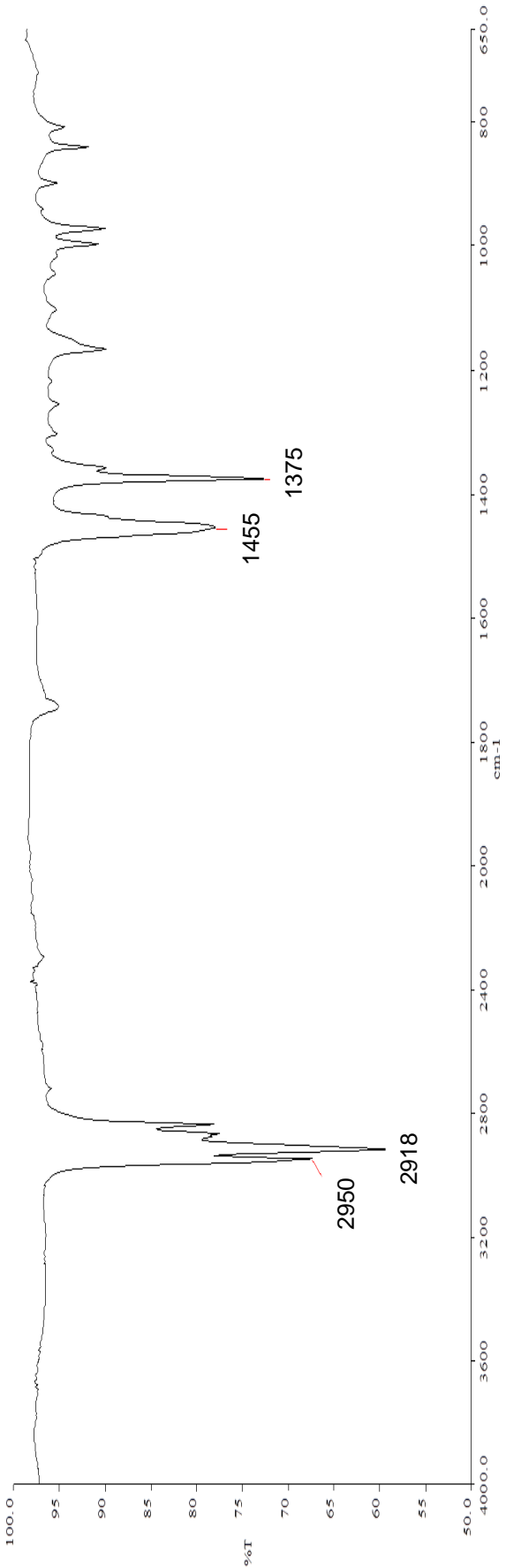
Uzorak 1



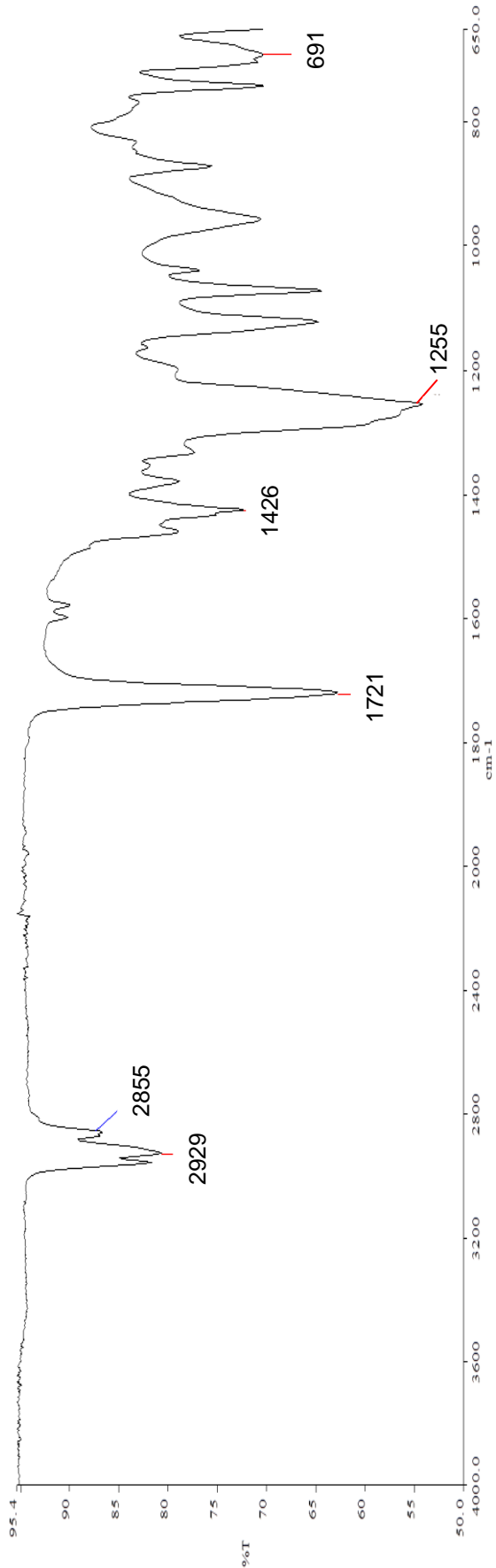
Uzorak 2



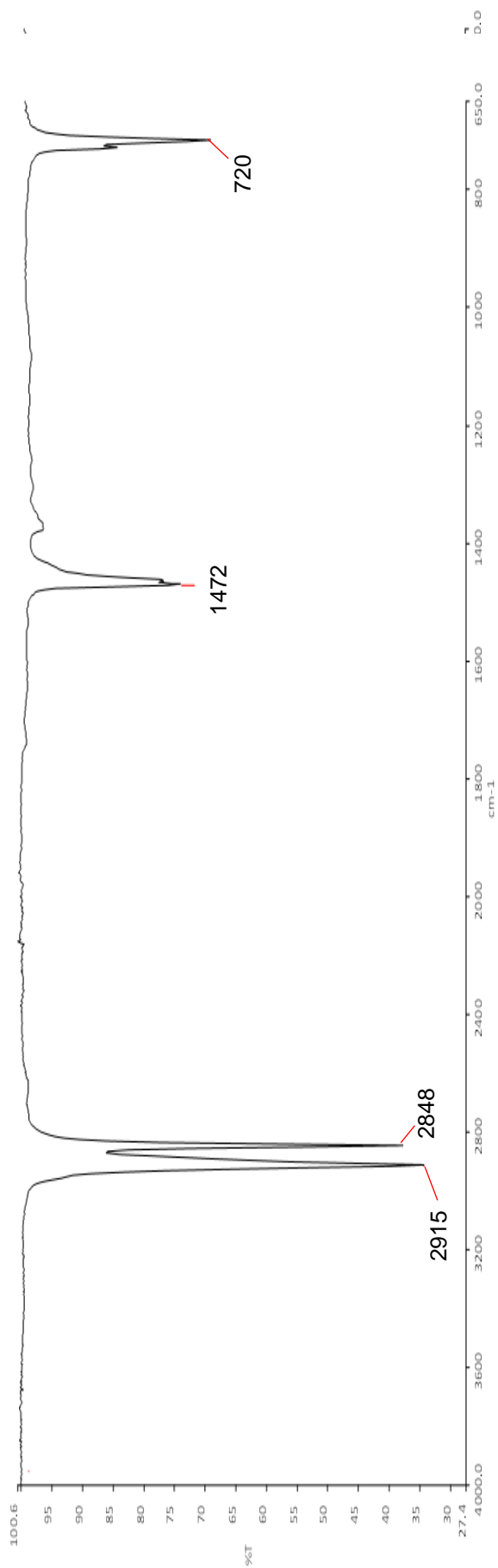
Uzorak 3



Uzorak 4



## Uzorak 5



## Preliminarna analiza

### Uzorak 1

Polimer: \_\_\_\_\_  
Plamen: \_\_\_\_\_  
Gustoća: \_\_\_\_\_

### Uzorak 2

Polimer: \_\_\_\_\_  
Plamen: \_\_\_\_\_  
Gustoća: \_\_\_\_\_

### Uzorak 3

Polimer: \_\_\_\_\_  
Plamen: \_\_\_\_\_  
Gustoća: \_\_\_\_\_

### Uzorak 4

Polimer: \_\_\_\_\_  
Plamen: \_\_\_\_\_  
Gustoća: \_\_\_\_\_

### Uzorak 5

Polimer: \_\_\_\_\_  
Plamen: \_\_\_\_\_  
Gustoća: \_\_\_\_\_