



FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE
Zavod za polimerno inženjerstvo i organsku kemijsku tehnologiju

INTERNA SKRIPTA IZ VJEŽBI

POLIMERNO INŽENJERSTVO
2022./2023.

Prof. dr.sc. Zlata Hrnjak – Murgić,

Prof. dr.sc. Jasenka Jelenčić

Doc. dr. sc. Ljerka Kratofil Krehula

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 polimera 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 g/cm^3 tj. manju od vode, odnosno samo polimeri koji sadrže neke karakteristične elemente imaju gustoću veću od 1 g/cm^3 pa ih se time odmah jednostavno razvrstava u grupu polimera s gustoćom većom od jedan (primjer je 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 HNO_3 nastaju tamno smeđe pare. Drugi primjer je da s dodatkom vodene otopine joda poli(vinil-alkoholu) nastaje plavo obojenje. Zatim dodatkom HNO_3 akrilonitril-butadien-stirenu (ABS) nastaju produkti nitriranja koji se identificiraju β -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 CH_3COOH , 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 H_2SO_4 , miris po CH_3COOH	
Polisulfidi	plava	po sumporu	kisele pare	dodatkom HNO_3 nastaju tamno smeđe pare	
Poliuretan	žuta s plavim donjim rubom	oštar		uzorak se refluxira u konc. H_2SO_4 , a nakon nekoliko minuta uzorak se razara	
Stiren-butadien kopolimer	žuta, vrlo čađav plamen	po stirenu		isto kao i kod ABS, identificira se prisutnost 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 prisutnost stirena, razgrađuje ABS s HNO_3 , a produkt nitriranja i oksidacije aromatskih komponenata se identificira pomoću -naftola i nastaje izrazito crveno obojenje	tone u vodi
Alkidne smole	žuta, čađav plamen	prodoran, neugodan		određuje se ftalna komponenta, uzorak se zagrijava u H_2SO_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 polimera s kemik.	Gustoća polimera
Acetatna celuloza	žuta	po octenoj kiselini	kisele pare	polimeri na bazi celuloze, -naftol u kloroformu uz prisutnost H_2SO_4 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 oštar	vrlo brzo gori, eksplozivan	otapa se u difenilaminu, a u konc. H_2SO_4 daje tamno tamno plavo obojenje	
Epoksidi	žuto-narančasta, čađav plamen			uzorak se zagrijava u kon. H_2SO_4 u ohlađenu otopinu doda se H_NO_3 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_3OH , dodatkom HCl nastaje plavo obojenje	
Poliesteri (stirenizirani)	žute s plavim donjim djelom, vrlo čađav plamen	po stirenu			

Nastavak tablice,

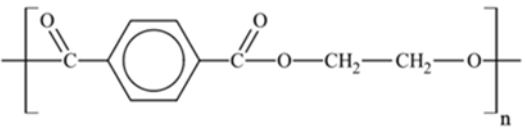
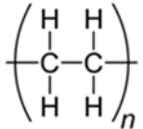
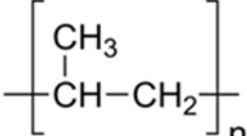
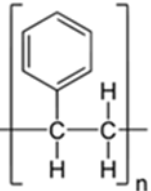
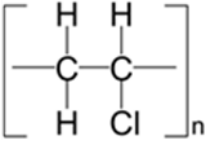
Polietilen	žut s plavim donjim djelom	po vosku svijeeće koja gori	taljenjem postaje proziran	niske gustoće: talište 110-115, visoke gustoće: talište 130-135	pliva na vodi
Polietilen teraftalat	žuta, čađav plamen	ugodan	oštro se tali u bistru bezbojnu tekućinu koja lako teče i može se izvlačiti niti	razgradnja pirolizom, produkti piroliza prelaze preko filter papira koji se namoči u otopinu o-nitrobenzaldehida u luzini, i nastaje plavo obojenje	
Poliformaldehid	slabo plava	po formaldehidu		dokazuje se pomoću kromotodne kiseline, nastaje purpurno obojenje	
Poliizobutilen	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 ₃ nakon ohlađenja doda se NaNO ₂ , 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 ₃ COOH, 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	vodena otopina ksanthidrola u metanolu, nastaje bijeli 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 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 cm^{-1}

vibracije CH_2 grupa: 720, 1426, 1472 cm^{-1}

vibracije C-H veza iz CH_3 skupine: 1375 cm^{-1}

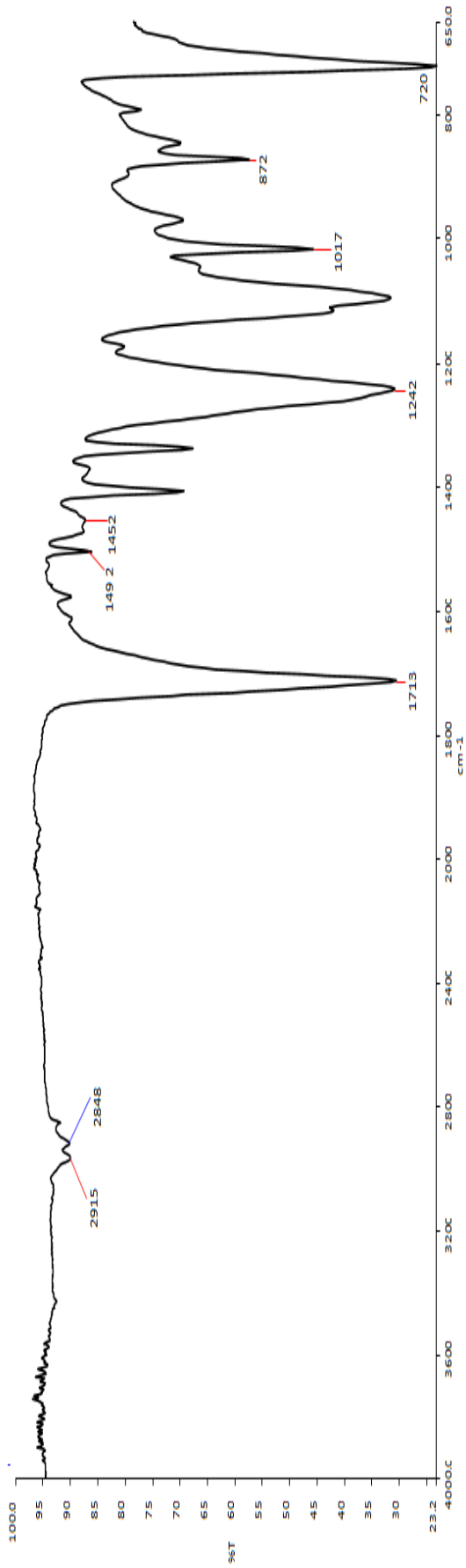
vibracije C-H veza iz CH_2 skupine: 1255, 2848 i 2915 cm^{-1}

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

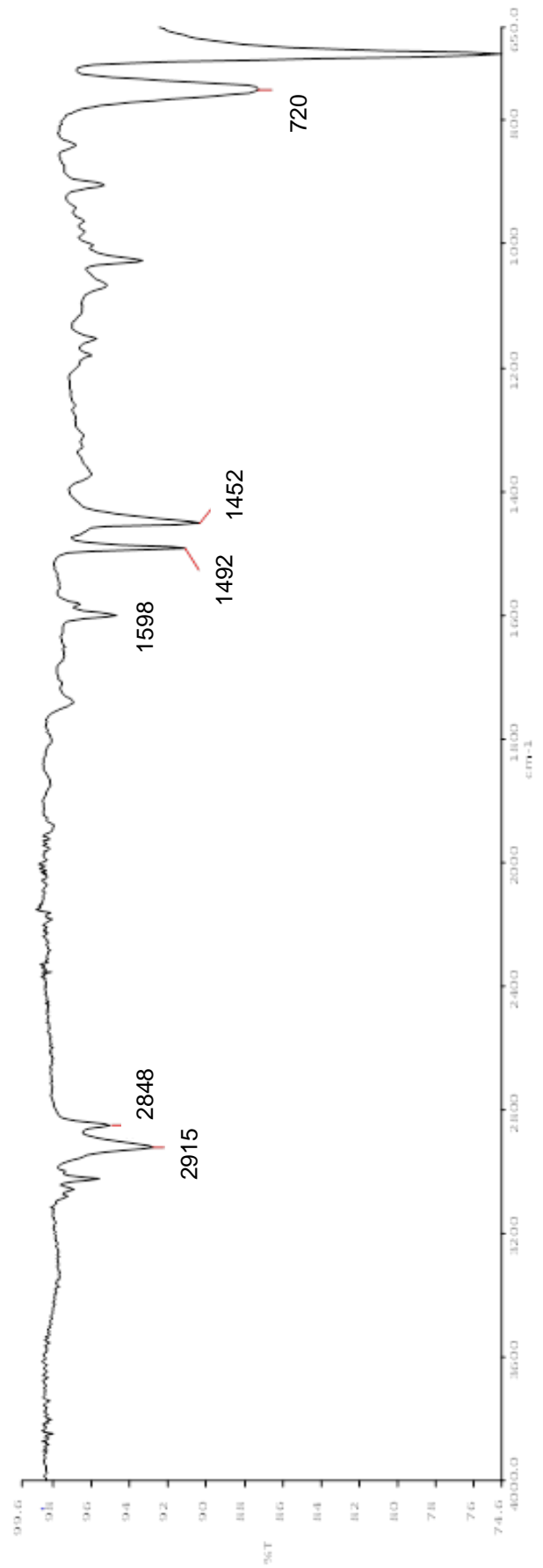
vibracije CO karbonilne grupe: 1713 cm^{-1}

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

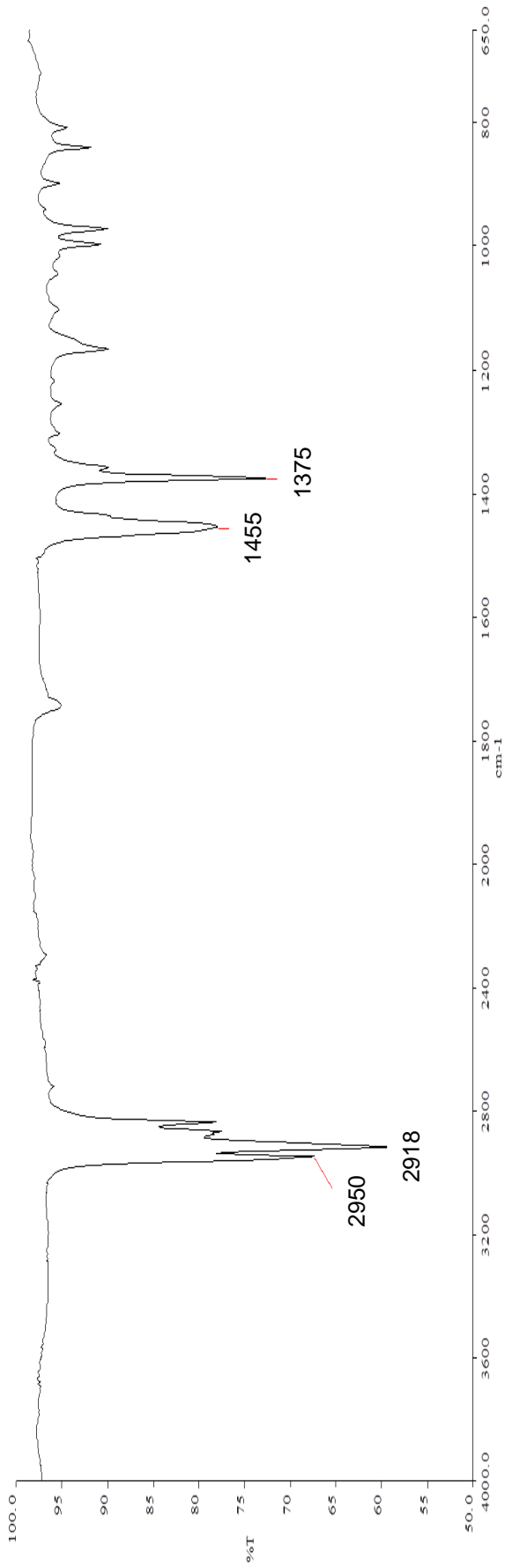
Uzorak _____



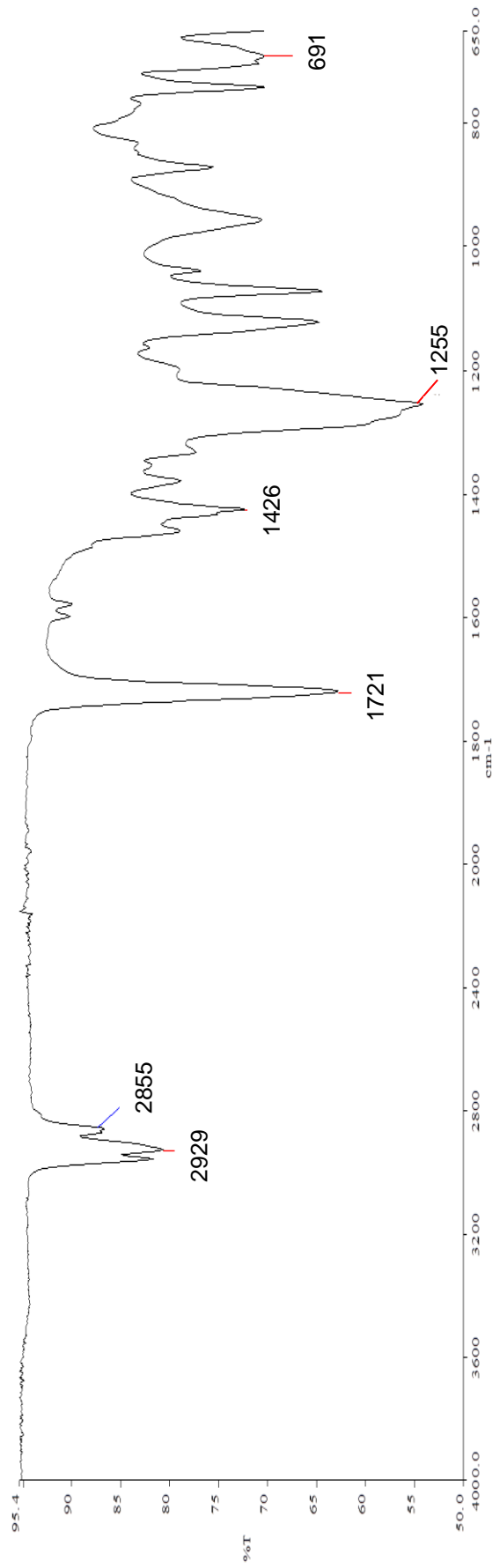
Uzorak _____



Uzorak _____

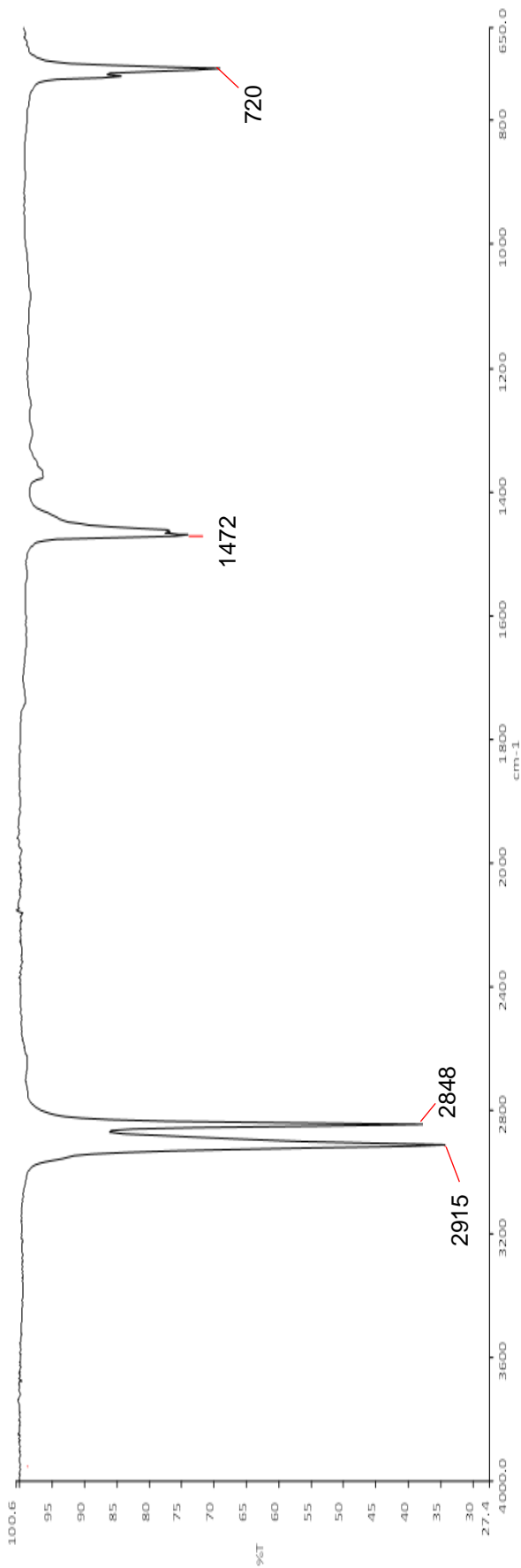


Uzorak _____



Uzorak _____

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: _____