

# PowerPoint prezentacija završnog rada

---

Ćaleta, Sanja

## Supplement / Prilog

Publication year / Godina izdavanja: **2016**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:167:502251>

Rights / Prava: [In copyright](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2021-10-21**

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of chemistry and technology - University of Split](#)





# ISPITIVANJE OKSIDACIJSKE POSTOJANOSTI POLIMERNIH MATERIJALA NA OSNOVI POLIPROPILENA

ZAVRŠNI RAD

Sanja Čaleta  
Matični broj: 859  
Split, srpanj 2016.

# Polipropilen



- polipropilen (PP) je plastomer linearnih makromolekula s ponavljanim jedinicama –  $CH(CH_3) - CH_2 -$
- niske gustoće (0,90-0,91 gcm<sup>-3</sup>) i visokog tališta (160-170 °C)
- nepostojan prema jakim oksidansima – podložen oksidacijskoj razgradnji tijekom prerade
- PP ima vrlo široko područje primjene, npr. dijelovi unutrašnjosti automobila, dijelovi namještaja, višeslojna ambalaža

# Višeslojna savitljiva ambalaža (laminati)

- laminati su materijali sastavljeni od više međusobno čvrsto spojenih ambalažnih materijala u obliku folija
- postupak proizvodnje laminata temelji se na spajanju folija u kompaktnu cjelinu postupkom laminiranja
- u postupke proizvodnje laminata spadaju kaširanje (uz upotrebu adheziva) i ekstruzijsko oslojavanje (bez upotrebe adheziva)
- postupkom ekstruzijskog oslojavanja na podlogu od aluminijske nanose se dva ili tri sloja polipropilena

# Višeslojna savitljiva ambalaža (laminati)

- Tijekom ekstruzijskog oslojavanja može doći do oksidacijske razgradnje materijala i stvaranja gela na PP filmovima



- Gel je svaka vidljiva nakupina na PP filmovima
- Samo kod tankih filmova gel predstavlja problem



## Dvije strategije sprječavanja nastanka gela

### Primarna strategija:

- koristiti pužni vijak posebno optimiziran za polimer koji se ekstrudira
- sniziti temperaturu prerade
- redovito provoditi preventivno rasklapanje i čišćenje ekstruderske linije

### Sekundarna strategija:

- koristiti antioksidanse kada oni ne utječu na daljnji proces

# ZADATAK RADA



1. Provesti ispitivanje materijala diferencijalnom pretražnom kalorimetrijom u skladu s normom HRN EN ISO 11357-6:2013.
2. Odrediti oksidacijsko induksijsko vrijeme materijalima u skladu s normom HRN EN ISO 11357-6:2013.
3. Odrediti oksidacijsko induksijsku temperaturu materijalima u skladu s normom HRN EN ISO 11357-6:2013.
4. Na osnovu dobivenih rezultata zaključiti o relativnoj postojanosti ispitivanih materijala prema oksidacijskoj razgradnji.

# EKSPERIMENTALNI DIO



Pri ispitivanju oksidacijske postojanosti materijala korišteno je šest različitih uzoraka (*uzorak 1, uzorak 2, uzorak 3, uzorak 4, uzorak 5, uzorak 6*)

Metode rada:

- diferencijalna pretražna kalorimetrija (DSC)
- postupak određivanja oksidacijsko indukcijskog vremena oksidacije (izotermna OIT)
- postupak određivanja oksidacijsko indukcijske temperature oksidacije (dinamička OIT)



# DIFFERENCIJALNA PRETRAŽNA KALORIMETRIJA (DSC)

DSC je instrumentalna tehnika koja služi za mjerenje i karakterizaciju toplinskih svojstava materijala

Primjenjuje se za određivanje:

- specifičnog toplinskog kapaciteta,  $C_p$
- promjene specifičnog toplinskog kapaciteta,  $\Delta C_p$
- temperatura faznih prijelaza (tališta,  $T_t$ ; staklišta,  $T_g$ ; kristališta  $T_c$ )
- toplina faznih prijelaza (toplina taljanja,  $\Delta H_t$ ; toplina kristalizacije  $\Delta H_c$ )

# UVJETI PROVOĐENJA DSC MJERENJA

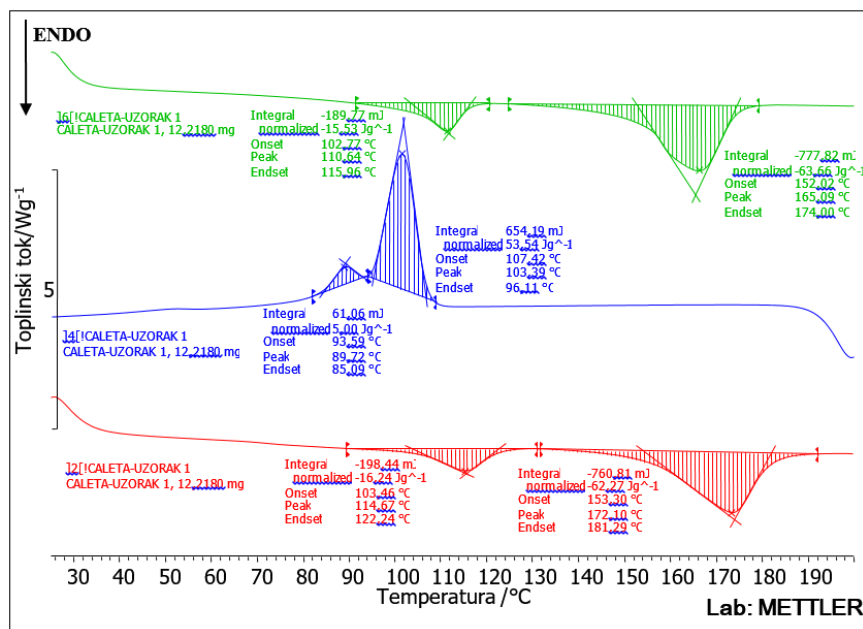
- 1) Zagrijati na temperaturu od 25°C i zadržati 5 min.
- 2) Zagrijati od 25 do 200 °C brzinom od 20 °C/min
- 3) Zadržati 5 minuta pri 200 °C
- 4) hlađenje s 200 na 25 °C brzinom - 20 °C/min
- 5) Zadržati 5 minuta pri 25 °C
- 6) Zagrijati ponovno do 200 °C brzinom od 20 °C/ min u atmosferi dušika protoka 30ml/min



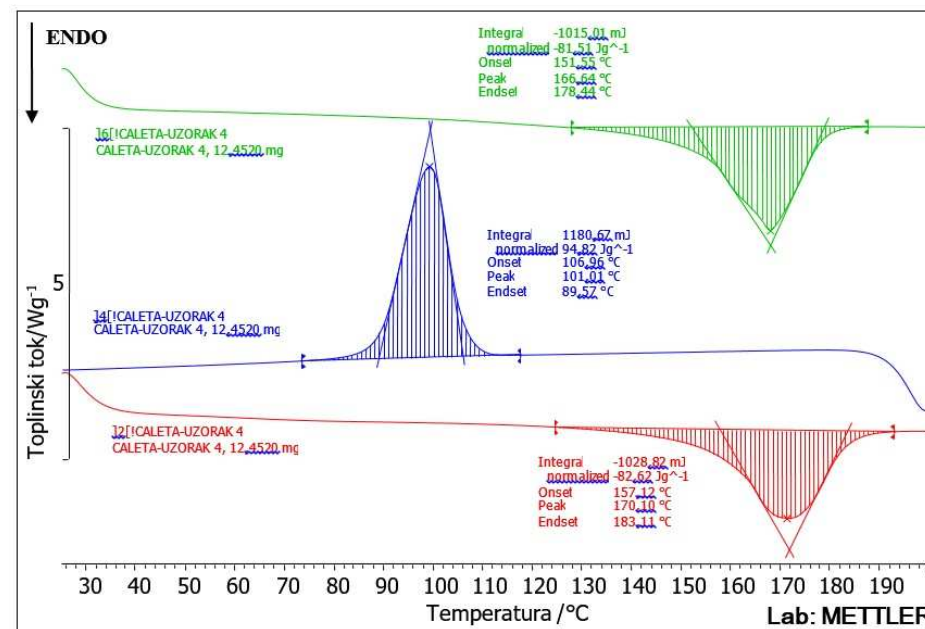
Mettler-Toledo DSC 823e

m ~ 10 mg

# DSC ANALIZA



Normalizirana DSC krivulja uzorka 1



Normalizirana DSC krivulja uzorka 4

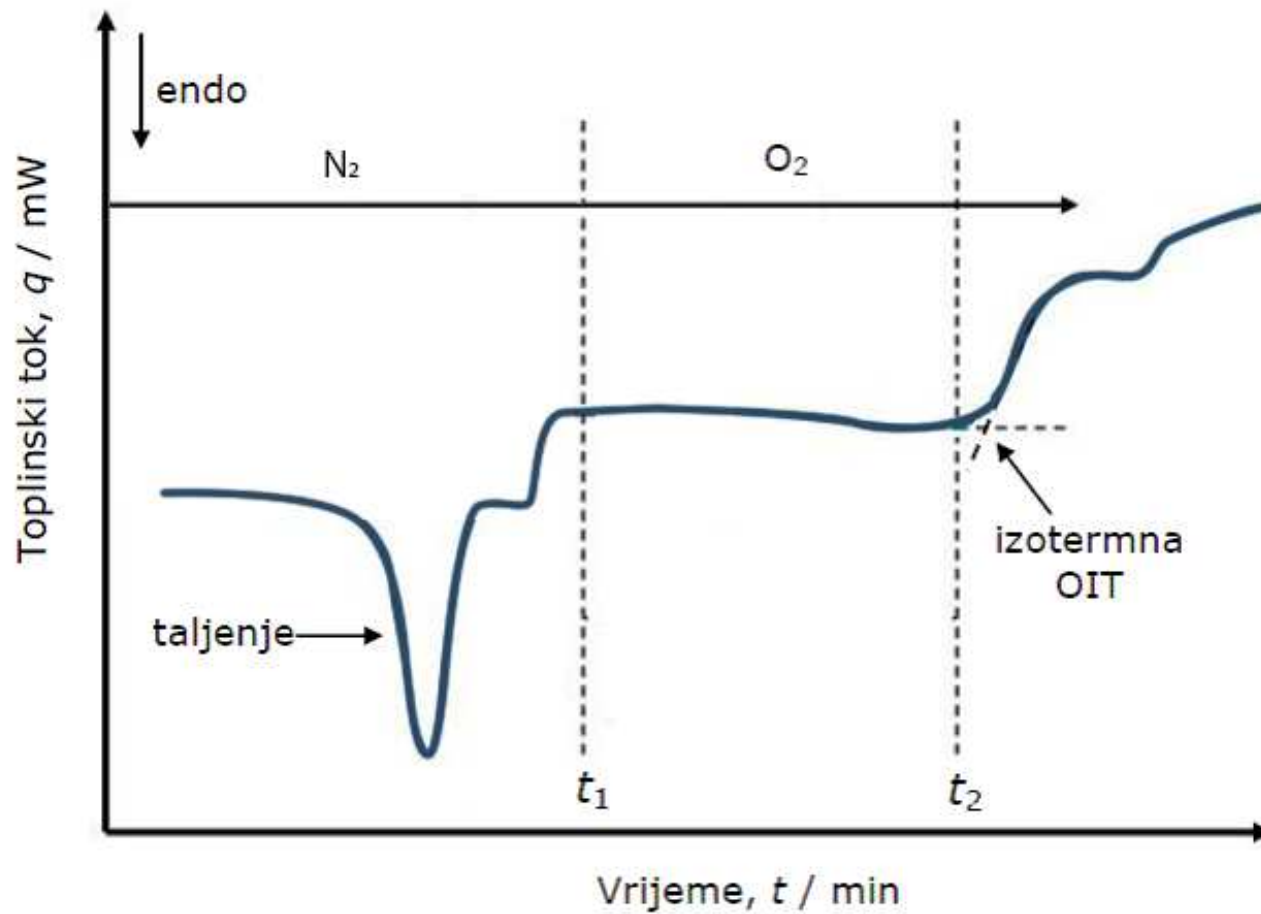
# REZULTATI DSC ANALIZE



## Toplinske značajke 2. zagrijavanja

| UZORAK | Drugo zagrijavanje           |                              |                              |                                     |                              |                              |                              |                                     |
|--------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|
|        | $T_{1,p,t} / ^\circ\text{C}$ | $T_{1,m,t} / ^\circ\text{C}$ | $T_{1,k,t} / ^\circ\text{C}$ | $-\Delta H_{1,t} / \text{J g}^{-1}$ | $T_{2,p,t} / ^\circ\text{C}$ | $T_{2,m,t} / ^\circ\text{C}$ | $T_{2,k,t} / ^\circ\text{C}$ | $-\Delta H_{2,t} / \text{J g}^{-1}$ |
| 1      | 103                          | 111                          | 116                          | 15,5                                | 152                          | 165                          | 174                          | 63,7                                |
| 2      | 104                          | 110                          | 116                          | 10,5                                | 153                          | 165                          | 174                          | 45,4                                |
| 3      | 103                          | 111                          | 116                          | 14,8                                | 154                          | 166                          | 174                          | 48,3                                |
| 4      | 152                          | 167                          | 178                          | 81,5                                | /                            | /                            | /                            | /                                   |
| 5      | 151                          | 164                          | 177                          | 89,4                                | /                            | /                            | /                            | /                                   |
| 6      | 104                          | 111                          | 118                          | 13,0                                | 153                          | 166                          | 176                          | 50,1                                |

# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKOG VREMENA OKSIDACIJE (IZOTERMNA OIT)



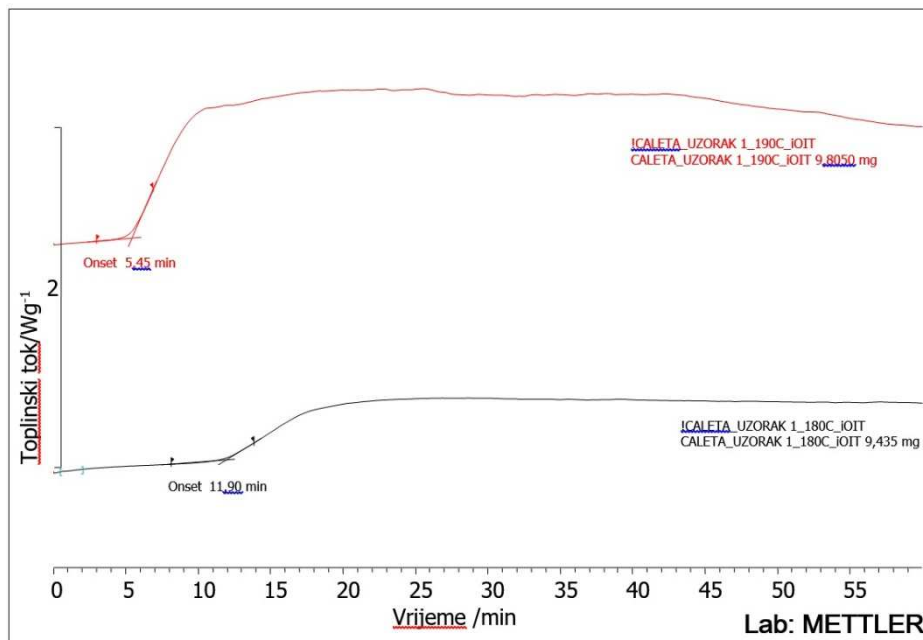
*Određivanje indukcijskog vremena oksidacije metodom tangente*

# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKOG VREMENA OKSIDACIJE (IZOTERMNA OIT)

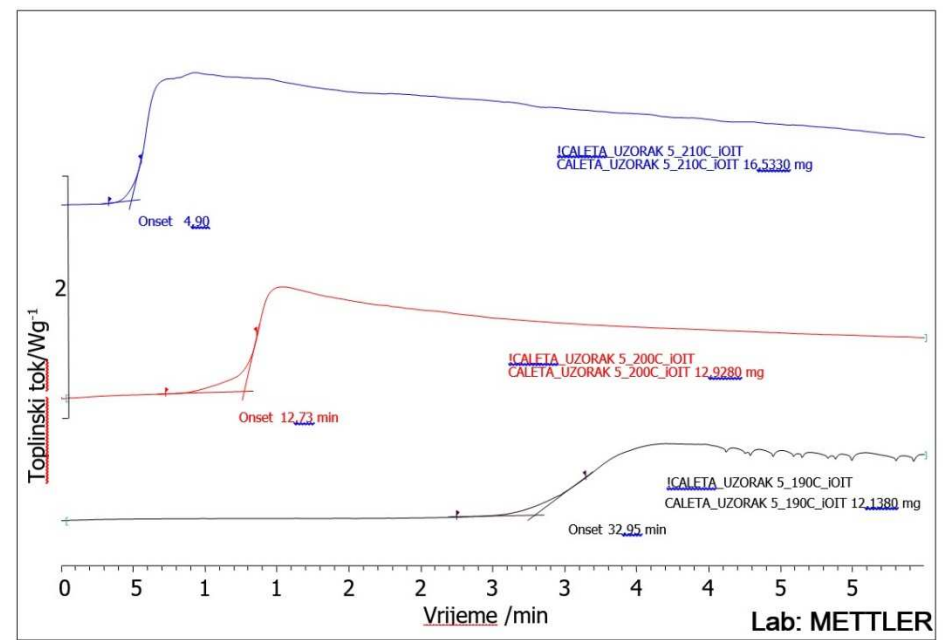
Uvjeti provođenja :

1. Nakon termostatiranja u trajanju od 5 min ( $N_2$ , protok 50 ml/min) zagrijati od 25 do 210 °C brzinom od 20 °C/min
2. Držati 3 min pri toj temperaturi u atmosferi dušika
3. Zatim pri istoj temperaturi držati 60 min u atmosferi kisika
4. Prebaciti u atmosferu dušika i držati 3 min

# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKOG VREMENA OKSIDACIJE (IZOTERMNA OIT)



Određivanje indukcijskog vremena oksidacije uzorka 1



Određivanje indukcijskog vremena oksidacije uzorka 5

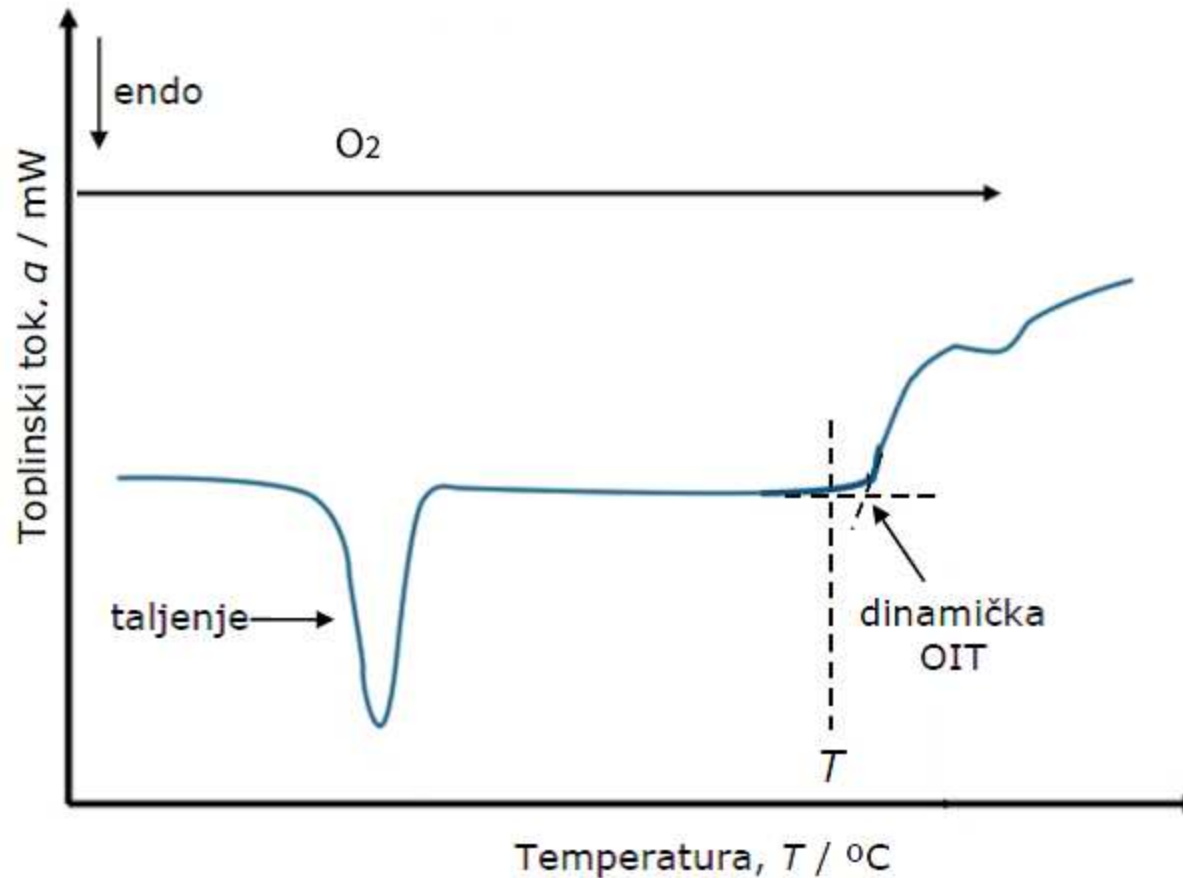
# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKOG VREMENA OKSIDACIJE (IZOTERMNA OIT)

Oksidacijsko indukcijsko vrijeme analiziranih uzoraka

| UZORAK | Oksidacijsko - indukcijsko vrijeme / min |      |      |     |
|--------|--|------|------|-----|
|        | 180                                      | 190  | 200  | 210 |
| 1      | 11,9                                     | 5,5  | /    | /   |
| 2      | 11,9                                     | /    | /    | /   |
| 3      | /  | 18,5 | 6,5  | 3,1 |
| 4      | 46,0                                     | /    | /    | /   |
| 5      | /  | 33,0 | 12,7 | 4,9 |
| 6      | 11,3                                     | 6,9  | /    | /   |



# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKE TEMPERATURE OKSIDACIJE (DINAMIČKE OIT)

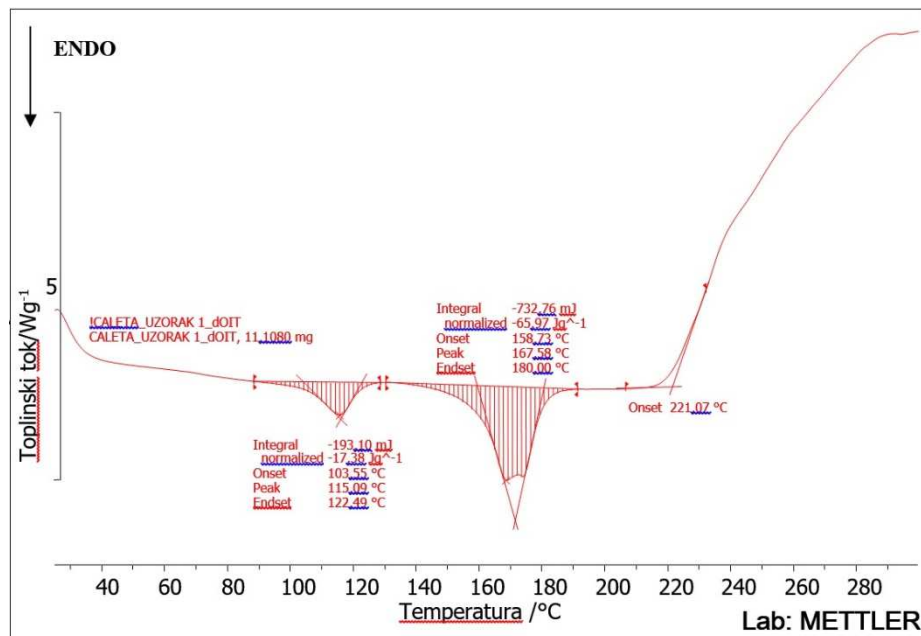


*Određivanje indukcijske temperature oksidacije metodom tangente*

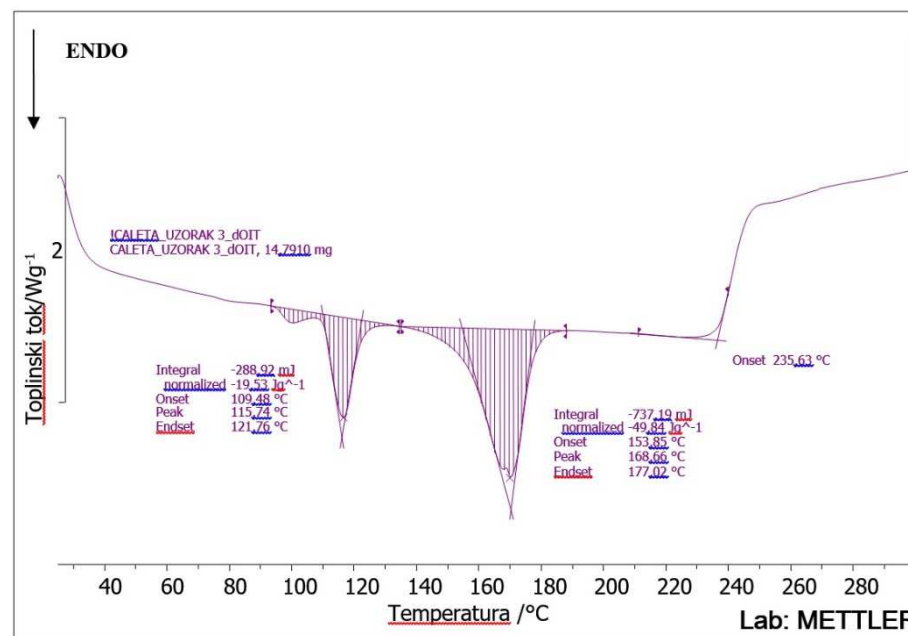
# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKE TEMPERATURE OKSIDACIJE (DINAMIČKE OIT)

1. Nakon termostatiranja u trajanju od 5 minuta (kisik, protok 50 ml/min), linearno zagrijavati od 25 do 300 °C brzinom od 20 °C /min u atmosferi kisika
2. Držati pri 300 °C 5 minuta u atmosferi dušika. Nakon završetka, DSC ohladiti do sobne temperature

# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKE TEMPERATURE OKSIDACIJE (DINAMIČKE OIT)



Određivanje indukcijske temperature oksidacije uzorka 1



Određivanje indukcijske temperature oksidacije uzorka 3

# ODREĐIVANJE INDUKCIJSKE TEMPERATURE OKSIDACIJE (DINAMIČKE OIT)

Oksidacijsko indukcijska temperatura i toplinske značajke za ispitivane uzorke

| UZORAK | Toplinske značajke |                         |                         |                         |  |                         |                         |                         |  |
|--------|--------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--|-------------------------|-------------------------|-------------------------|--|
|        | T / °C             | T <sub>1,p,t</sub> / °C | T <sub>1,m,t</sub> / °C | T <sub>1,k,t</sub> / °C | -ΔH <sub>1,t</sub> / J g <sup>-1</sup> | T <sub>2,p,t</sub> / °C | T <sub>2,m,t</sub> / °C | T <sub>2,k,t</sub> / °C | -ΔH <sub>2,t</sub> / J g <sup>-1</sup> |
| 1      | 221                | 104                     | 115                     | 122                     | 17,4                                   | 159                     | 168                     | 180                     | 66,0                                   |
| 2      | 222                | 104                     | 115                     | 123                     | 12,4                                   | 156                     | 171                     | 179                     | 57,4                                   |
| 3      | 236                | 109                     | 116                     | 122                     | 19,5                                   | 154                     | 169                     | 177                     | 49,8                                   |
| 4      | 230                | 155                     | 170                     | 181                     | 88,2                                   | /                       | /                       | /                       | /                                      |
| 5      | 234                | 155                     | 171                     | 182                     | 102,0                                  | /                       | /                       | /                       | /                                      |
| 6      | 225                | 104                     | 116                     | 124                     | 18,0                                   | 159                     | 170                     | 181                     | 63,6                                   |

# ZAKLJUČAK



1. Primjenom diferencijalne pretražne kalorimetrije utvrđeno je da su uzorci 4 i 5 homopolimeri polipropilena , dok su ostali mješavine polipropilena i polietilena
2. Najveće vrijednosti indukcijskog vremena oksidacije (izotermna OIT) pokazuje uzorak 5, zatim uzorak 4, pa uzorak 3, dok uzorci 1, 2 i 6 pokazuju najnižu i međusobno vrlo sličnu oksidacijsku postojanost.

# ZAKLJUČAK



3. Najveće vrijednosti indukcijske temperature oksidacije (dinamička OIT) pokazuje uzorak 3, zatim uzorak 5, pa uzorak 4, uzorak 6 i dok uzorci 1 i 2 pokazuju najnižu i međusobno vrlo sličnu oksidacijsku postojanost.
4. Na osnovi dobivenih rezultata može se zaključiti da najveću sklonost oksidacijskoj razgradnji i nastanku gelova pri izradi višeslojne ambalaže procesom ekstruzijskog oslojavanja primjenom ovih materijala pokazuju uzorci 1 i 2, zatim uzorak 6, dok su uzorci 4, 3 i 5 postojaniji prema oksidacijskoj razgradnji, a time i formiranju gela.