



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⁻³) 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, ΔC_p
- temperatura faznih prijelaza (tališta, T_t ; staklišta, T_g ; kristališta T_c)
- toplina faznih prijelaza (toplina taljanja, ΔH_t ; toplina kristalizacije ΔH_c)

UVJETI PROVOĐENJA DSC MJERENJA

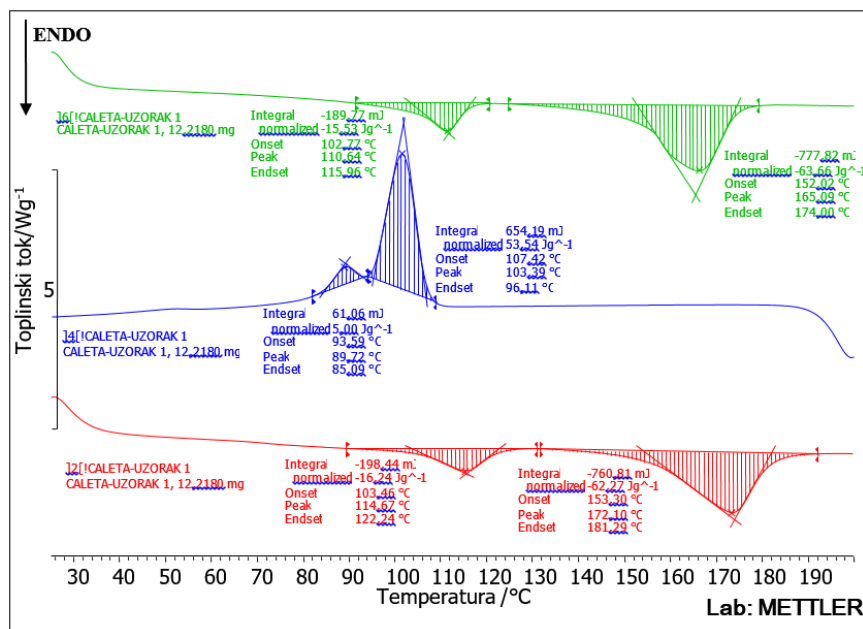
- 1) Zagrijati na temperaturu od 25°C i zadržati 5 min.
- 2) Zagrijati od 25 do 200 °C brzinom od 20 °C/min
- 3) Zadržati 5 minuta pri 200 °C
- 4) hlađenje s 200 na 25 °C brzinom - 20 °C/min
- 5) Zadržati 5 minuta pri 25 °C
- 6) Zagrijati ponovno do 200 °C brzinom od 20 °C/ min u atmosferi dušika protoka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



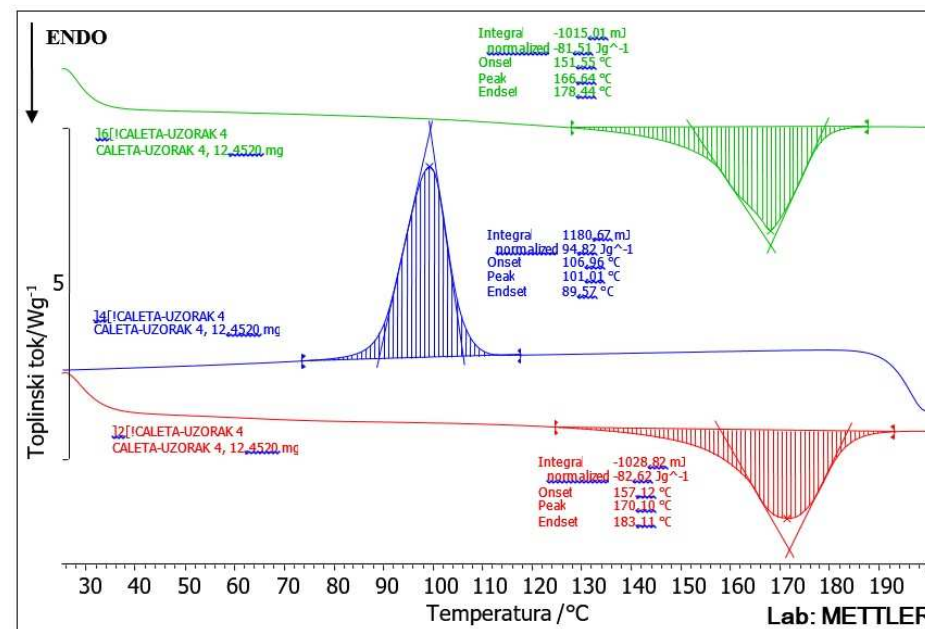
Mettler-Toledo DSC 823e

m ~ 10 mg

DSC ANALIZA



Normalizirana DSC krivulja uzorka 1



Normalizirana DSC krivulja uzorka 4

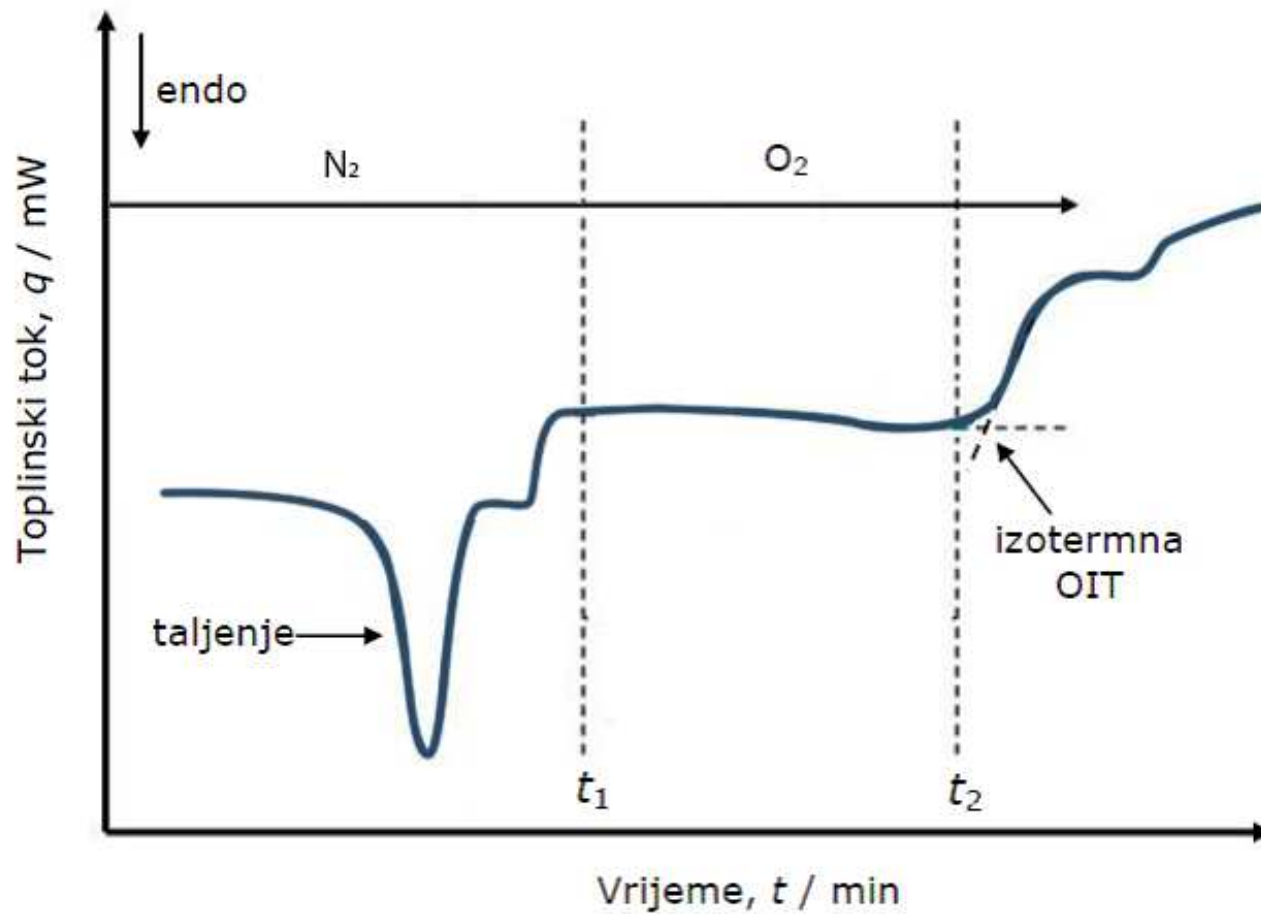
REZULTATI DSC ANALIZE



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)



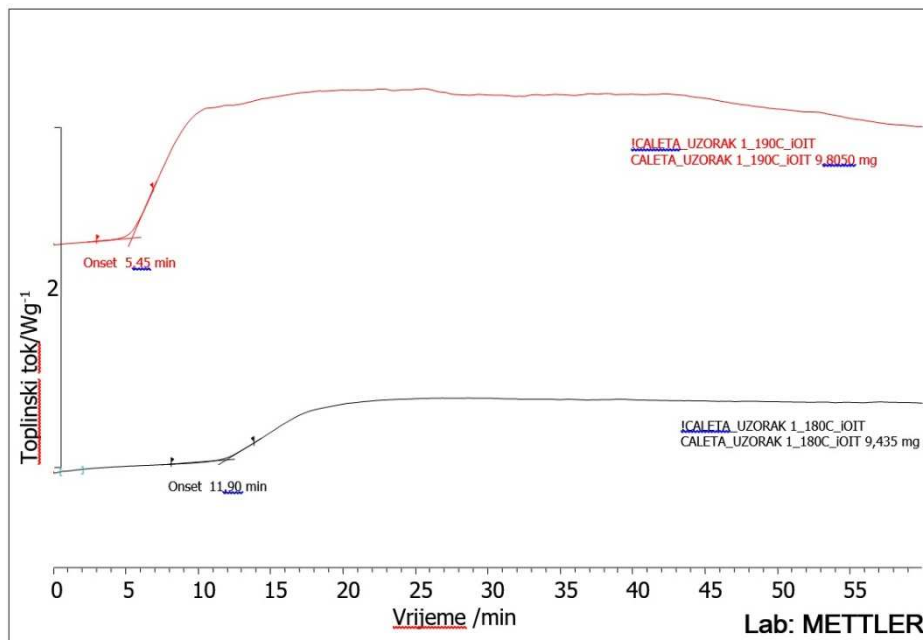
Određivanje indukcijskog vremena oksidacije metodom tangente

ODREĐIVANJE INDUKCIJSKOG VREMENA OKSIDACIJE (IZOTERMNA OIT)

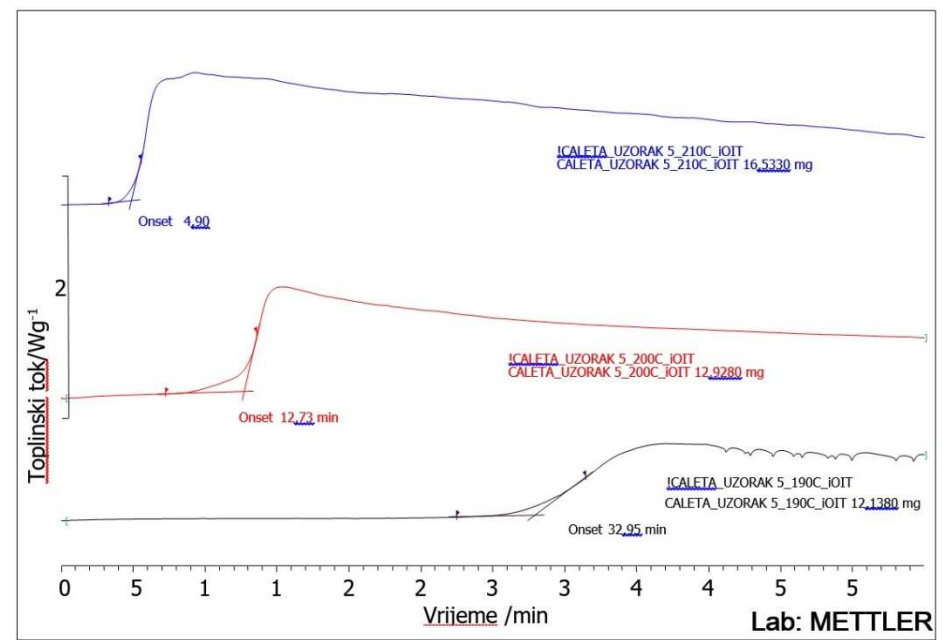
Uvjeti provođenja :

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



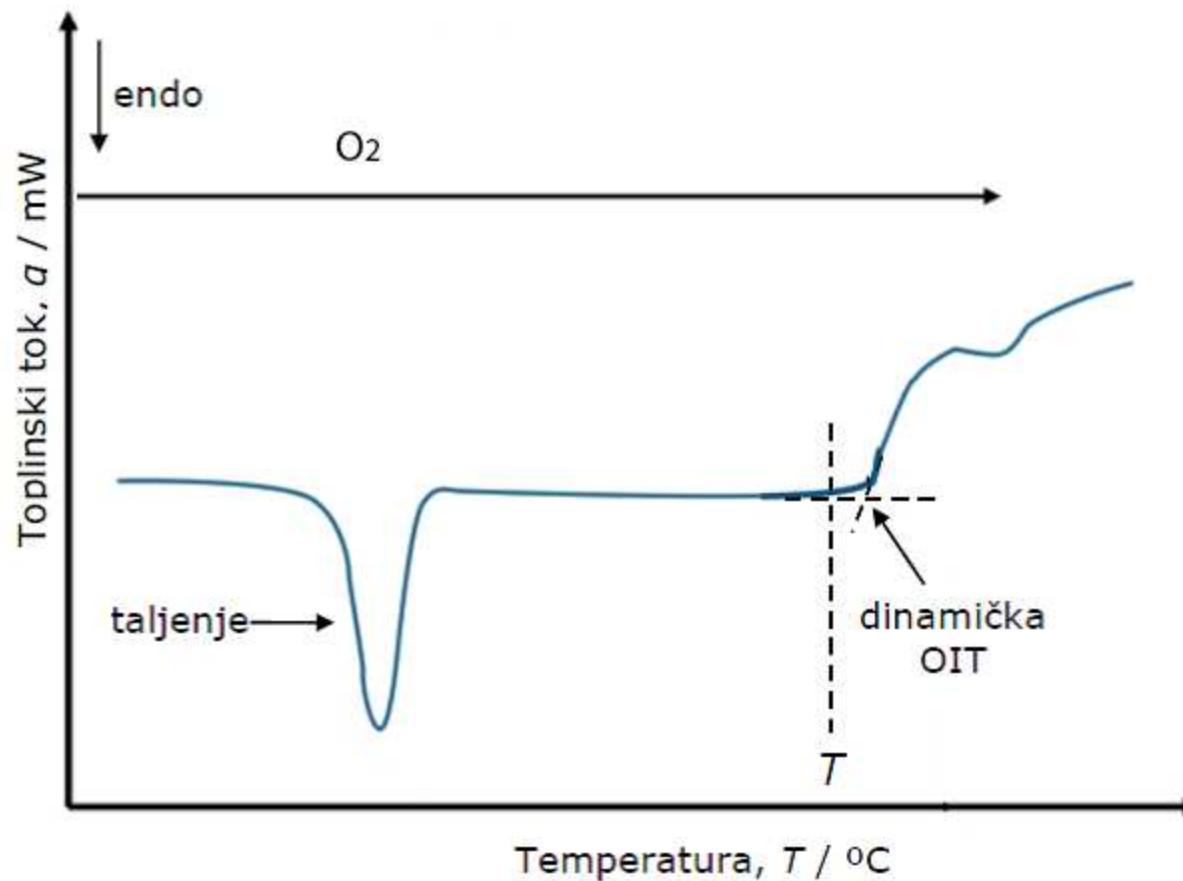
Određivanje indukcijskog vremena oksidacije uzorka 5

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)

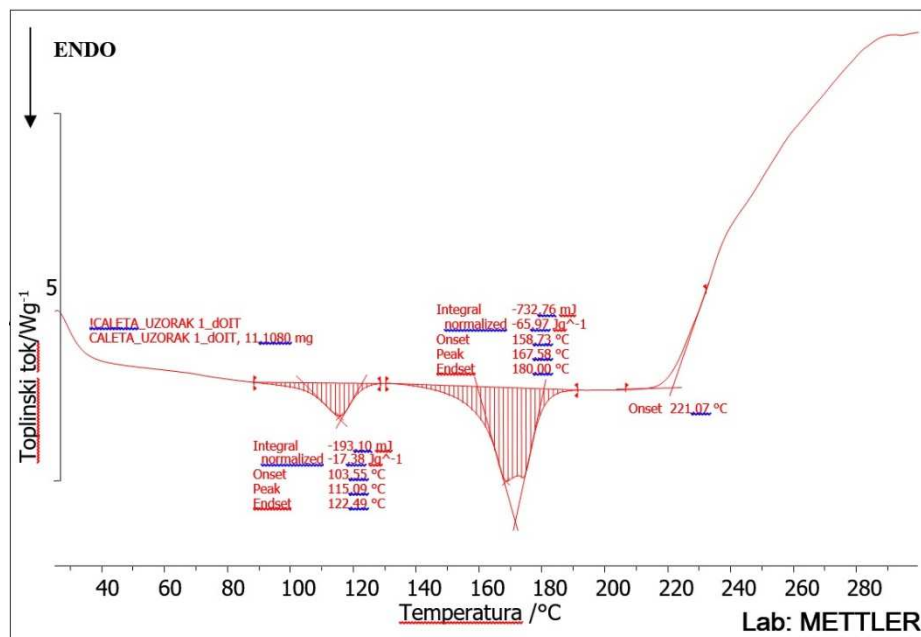


Određivanje indukcijske temperature oksidacije metodom tangente

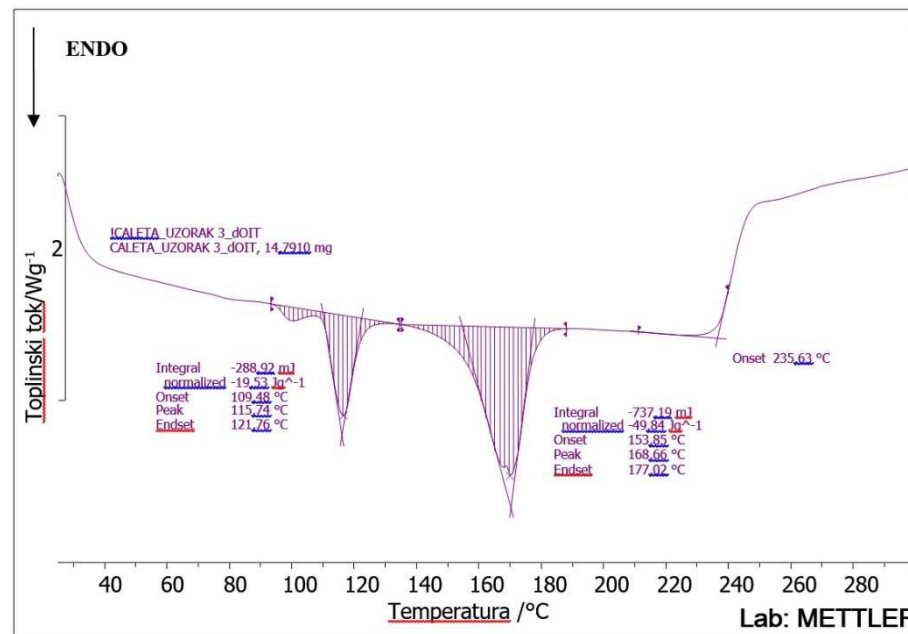
ODREĐIVANJE INDUKCIJSKE TEMPERATURE OKSIDACIJE (DINAMIČKE OIT)

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 _{1,p,t} / °C	T _{1,m,t} / °C	T _{1,k,t} / °C	-ΔH _{1,t} / J g ⁻¹	T _{2,p,t} / °C	T _{2,m,t} / °C	T _{2,k,t} / °C	-ΔH _{2,t} / J g ⁻¹
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.