

Ćwiczenie: „Identyfikacja tworzyw sztucznych”

1. Cel ćwiczenia

Celem badań identyfikacyjnych jest określenie typu polimeru stanowiącego główny składnik analizowanego tworzywa sztucznego.

2. Określenie podstawowych zagadnień

Ustalenie rodzaju polimeru w tworzywach niemodyfikowanych jest czynnością stosunkowo prostą. Rozróżnienie kopolimerów lub mieszaniny (stopu) tworzyw sprawia natomiast wiele trudności i wymaga przeprowadzenia dokładnych badań chemicznych i w wielu przypadkach użycia specjalistycznej aparatury oraz dobrej znajomości zagadnień chemicznych. Do badań tych możemy zaliczyć spektroskopię ramanowską i w podczerwieni (IR), spektroskopię magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR), skaningową kalorymetrię różnicową (DSC) oraz inne opisywane w literaturze [1,2].

Najczęściej identyfikacji tworzyw sztucznych dokonuje się na podstawie ich wyglądu zewnętrznego, postaci handlowej, metody formowania, gęstości, zachowania się w otwartym płomieniu i rozpuszczalnikach oraz temperatury topnienia (mięknienia) polimeru.

Wygląd zewnętrzny tworzywa jest silnie związany z jego charakterem. Można na tej podstawie ograniczyć rozpoznanie tylko do kilku tworzyw. Szczególną uwagę należy zwracać na powierzchnię, tzn. czy jest ona błyszcząca, matowa, tłusta czy porowata. Bardzo ważną rolę odgrywa też w tym przypadku sztywność tworzywa i jego barwa (przezroczysta, przeświecająca, kolor jasny czy ciemny).

Krąg poszukiwań można zawęzić na podstawie gęstości tworzyw sztucznych. Jest to niekiedy pierwsza czynność w przypadku badania materiałów nienapełnionych. W przypadku tworzyw napełnionych należy ustalić najpierw procentową zawartość napełniacza w próbce (np. przez wypalenie próbki z napełniaczami mineralnymi w temp. 800°C). Na podstawie znanej gęstości napełniacza określa się następnie gęstość polimeru.

Bardzo ważnym badaniem jest określenie zachowania się tworzywa w otwartym płomieniu.

Podczas tej próby należy ustalić:

- palność tworzywa;
- kolor płomienia i układ barwy, rodzaj płomienia;
- zachowanie tworzywa w płomieniu;
- zapach dymów wydzielających się po zgaszeniu próbki.

Wyżej wymienione kryteria pozwalają określić rodzaj polimeru bez lub z użyciem najprostszych pomocy laboratoryjnych (tabela nr 1) [3]. Przy pewnym doświadczeniu wyniki obserwacji zachowania się tworzyw podczas ogrzewania w probówce szklanej lub bezpośrednio w ogniu mogą być bardzo pouczające.

Sprawdzenie odporności tworzywa na działanie rozpuszczalników jest w niektórych przypadkach dość długotrwałe w porównaniu z przedstawionymi powyżej czynnościami. Tą metodę identyfikacji tworzyw stosuje się w przypadku, gdy poprzednio wykonane próby nie dają jednoznacznej odpowiedzi. Omawiane badanie polega na potraktowaniu tworzywa określonym rozpuszczalnikiem i obserwacji zachowania się materiału, aby stwierdzić czy ulega on pęcznieniu lub rozpuszczeniu [4]. W celu przyspieszenia oddziaływania rozpuszczalnika badanie przeprowadza się niekiedy w podwyższonej temperaturze.

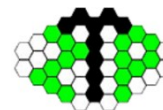
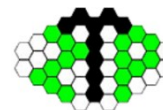
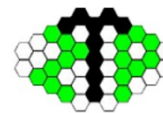


Tabela nr 1. Zachowanie się próbek podczas spalania.

1	2	3	4	5	6
Tworzywo	Temperatura topnienia (mięknienia) polimeru	Zachowanie się tworzywa w płomieniu	Wygląd płomienia	Zapach dymów po zgaszeniu próbki	Zachowanie się tworzywa w rozpuszczalniku
Polipropylen	160-170	Po zapaleniu pali się dalej samo, topi się i spływa kroplami	Świeący z niebieskim rdzeniem	Słaby, palonej parafiny	Rozpuszcza się we wrzącym toluenie, wytrąca się po ochłodzeniu
Polietylen	100-110	Po zapaleniu pali się dalej samo, topi się i spływa kroplami	Świeący z niebieskim rdzeniem	Słaby, palonej parafiny	Rozpuszcza się we wrzącym toluenie
Polistyren	60-110	Zapalony, pali się dalej i mięknie	Świeący silnie kopący	Słodko-kwiatowy	Rozpuszcza się w benzenie, trichloroetylenie i acetonie
Poliamid	Zależy od rodzaju poliamidu	Po zapaleniu pali się dalej samo, kapie, tworzą się pęcherze i ciągnące nitki	Świeący silnie kopący	Palonego rogu	Rozpuszczalny w stężonym kwasie mrówkowym i fenolu
Poli(metakrylan metylu)	160-190	Po zapaleniu pali się dalej samo, mięknie	Świeący, trzaskający żółty z niebieskim środkiem	Owocowy	Rozpuszczalne w acetonie, benzenie, dioksanie, octanie etylu
Poliwęglan	-	Po zapaleniu zwęglą się i stają się kruche	Świeący, kopący	Fenolu	Rozpuszczalny w dimetyloformamidzie, chloroformie, cykloheksanie



Poli(chlorek winylu)- zmiękczone	-	Pali się w płomieniu, gaśnie poza płomieniem, mięknie, następnie ulega rozkładowi barwiąc się na brązowo lub czarno	żółty z zielonym obrzeżem, białe dymy	Chlorowodoru	Rozpuszczalny w cykloheksanie i tetrahydrofuranie
Politetrafluoroetylen	325-335	Nie pali się, w płomieniu staje się przezroczysty	-	-	Nierozpuszczalny
Azotan celulozy		Spala się całkowicie i bardzo szybko, trudne do zgaszenia	żółty, bardzo jasny	Kamfory	Rozpuszczalny w acetonie, octanie etylu i cykloheksanie
Octan celulozy		Po zapaleniu pali się dalej samo, topi się i kapie	żółto-zielony, iskrzący	Kwasu octowego i palonego papieru	Rozpuszczalny w acetonie, dioksanie i octanie etylu; przy ogrzewaniu w 30% kwasie siarkowym występuje zapach octu
Poliuretan liniowy twardy		Po zapaleniu pali się dalej samo, topi się i ciemnieje	świecący	Silnie drażniący	Rozpuszczalny w fenolu na gorąco
Poliuretan usieciowany – pianka		Po zapaleniu pali się dalej samo, nie topi się	świecący	Nieprzyjemny, ostry	Rozpuszczalny w dimetyloformamidzie, poza tym prawie nierozpuszczalny
Tworzywa termoutwardzalne fenolowe		Pali się słabo w płomieniu, gaśnie poza płomieniem, zwęglą się i pęka	żółty	Fenolu	Nie rozpuszcza się
Tworzywa termoutwardzalne melaminowe		Pali się słabo w płomieniu, gaśnie poza płomieniem	żółty	Formaliny, amoniaku	Nie rozpuszcza się



Poliestry termoplastyczne poli(tereftalan etylenu) poli(tereftalan butylenu)	250-260	Po zapaleniu pali się dalej samo, mięknie, topi się i kapie	Świecący, kopcący	Słodkawy, aromatyczny	Rozpuszcza się w fenolu oraz mocnych kwasach i zasadach
------------------------------------------------------------------------------	---------	-------------------------------------------------------------	-------------------	-----------------------	---------------------------------------------------------

Wymienione powyżej metody identyfikacji zostały zakwalifikowane do trzech podstawowych grup:

- **metody chemiczne** – identyfikacja poprzez zdolność do rozpuszczania polimeru, pirolizy, oznaczenie liczby zmydlania i liczby kwasowej
- **metody fizyczne** – identyfikacja poprzez oznaczenie gęstości, badania spektrofotometrii absorpcyjnej, badania chromatograficzne i różnicową analizę termiczną
- **metody chemiczno-fizyczne** – identyfikacja poprzez poddanie próbki działaniu płomienia i obserwacji zjawisk zachodzących podczas tego procesu.

3. Metody

3.1. Metoda chemiczno-fizyczna

3.1.1. Zakres stosowanie metody

Metoda stosowana jest do identyfikacji tworzyw sztucznych niezawierających napełniaczy o dowolnym kształcie próbki.

3.1.2. Opis metody

Metoda polega na spalaniu próbki w otwartym płomieniu oraz ogrzewaniu w probówce i obserwacji zachodzących zjawisk. Obserwuje się sposób palenia, kolor płomienia, kolor dymu, pozostałości po spalaniu oraz zapach wydzielających się dymów.

3.1.3. Przyrząd pomiarowy

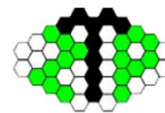
W metodzie badawczej wykorzystuje się:

- palnik gazowy
- próbówki
- uchwyt do probówek (szczypce)
- metalowa łyżeczka

3.1.4. Wykonanie pomiaru

Ogrzewanie próbki w probówce:

1. Dokonać organoleptycznej oceny próbki
2. Zapalić palnik gazowy
3. Wprowadzić do probówki rozdrobnioną próbkę i umieścić probówkę w uchwycie
4. Probówkę delikatnie ogrzewać nad palnikiem, co chwilę wyjmować z ognia i obserwować, co się dzieje wewnątrz (czy próbka topi się, rozkłada się, ciemnieje)
5. W czasie ogrzewania można wykonać dodatkowe badanie-sprawdzić pH wydzielających się gazów (zwilżony papierek lakmusowy przyłożyć do wylotu probówki)
6. Zaobserwowane zjawiska porównać z tabelą nr 1 i określić tworzywo, które zostało zidentyfikowane



Spalanie próbki w otwartym ogniu:

1. Dokonać organoleptycznej oceny próbki
2. Zapalić palnik gazowy
3. Na metalowej łyżeczce umieścić rozdrobnioną próbkę i wprowadzić bezpośrednio w płomieniu palnika, próbkę można wprowadzić również bezpośrednio do płomienia przy użyciu specjalnych szczypiec
4. Obserwować zachodzące zjawiska (zdolność do zapalania się tworzywa, kolor płomienia itp.)
5. Zaobserwowane zjawiska porównać z tabelą nr 1 i określić tworzywo, które zostało zidentyfikowane

4. Opracowanie wyników

Po wykonaniu ćwiczenia student zobowiązany jest do przedstawienia sprawozdania z przebiegu wykonanego doświadczenia.

Powinno ono zawierać:

- Opis metody identyfikacji tworzyw sztucznych,
- Wyniki obserwacji zestawione w tabeli,
- Wnioski.

Tabela powinna mieć następującą postać:

Wygląd próbki po ocenie organoleptycznej	Temperatura topnienia (mięknienia) polimeru [°C]	Zachowanie się tworzywa w płomieniu	Wygląd płomienia	Zapach dymów po zgaszeniu próbki	Tworzywo zidentyfikowane
1	2	3	4	5	6

5. Literatura

1. Saechtling, Tworzywa sztuczne – poradnik, WNT, Warszawa 2000
2. T. Broniewski, J. Kapko, W. Płaczek, J. Thomalla, Metody badań i ocena właściwości tworzyw sztucznych, WNT, Warszawa 2000
3. K. Dobrosz, A. Matysiak, Tworzywa sztuczne, WSiP, Warszawa 1990
4. D. Żuchowska, Polimery konstrukcyjne, WNT, Warszawa 1995, Identyfikacja tworzyw sztucznych