

## 5. KAPITOLA

### IDENTIFIKAČNÍ ZKOUŠKY POLYMERŮ

Přesné stanovení druhu, respektive typu polymeru, ze kterého byl konkrétní výrobek vyroben, je většinou složitý proces. Není to však dáno extrémně vysokým počtem polymerních materiálů (nepřekračuje několik desítek plastů, kaučuků, syntetických vláken atd.), ze kterých se tyto výrobky vyrábí, ale ani tím, že by se vlastnosti jednotlivých polymerních materiálů navzájem nelišili. Problém je rozšiřující se aplikace kopolymerů, polymerních směsí, recyklátů, koextrudovaných výrobků, a pod., protože dnes už se téměř žádný výrobek nevyrábí z čistého polymeru.

Nicméně základní identifikaci polymerních materiálů je možná provést i bez použití analytických přístrojů. V úvahu přicházejí postupy, které lze rozdělit:

- na předběžné neboli orientační
- na systematické či specifické

Předběžné zkoušky poskytují hrubou informaci o druhu polymeru, anebo spíše o skupině polymerů, ke které se dá přiřadit. K tomu lze využít základních charakteristických vlastností jednotlivých polymerů. Jedná se o posouzení jejich vzhledu, zkoušky chování v plameni, deformace, pyrolýza, hustota a mnohé další.

#### Předběžné zkoušky

##### Vzhledová zkouška

Prvotní charakterizaci polymerních materiálů lze provést na základě jejich vzhledu. Už podle tvaru výrobku (folie, vlákna, výlisek) lze usuzovat, o jaký druh polymer by se mohlo jednat. Tak například, když má tvar folie, s největší pravděpodobností se bude jednat o PE, PP, PS, PETP, PVB, PVC, či některý z derivátů celulózy. Také optické vlastnosti nabízejí rozdělení jednotlivých polymerních druhů. Za sledovaný vzorek se umístí do vzdálenosti asi 1 cm umístí text a podle viditelnosti se potom stanoví jeho průhlednost (průhledný, průsvitný, neprůsvitný), zbarvenost (průhledné, krycí), opacita (lesklý, matný). Také samotný stav povrchu polymerního materiálu, jako například drsnost (hladký, hrubý), lepivost (lepivý, nelepivý), omak (voskový, měkký, tvrdý), atd., mohou poskytnout důležité informace.

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Chování v plameni

Chování polymeru v plameni je velmi rychlou a průkaznou zkouškou identifikace druhu polymeru. K přesnému určení je však nezbytné analyzovat čistý polymerní materiál. V opačném případě lze očekávat značný vliv přísad (změkčovadel, plniv, pigmentů a zejména retardéry hoření), které silně ovlivňují hoření, zhášení plamene, vývoj sazí, hoření po vyjmutí z plamene.

Zkouška se provádí tak, že se sledovaný vzorek polymerního materiálu drží v kleštích, okrajem těsně nad plamenem kahanu (nesvítivý plamen). Sleduje se hoření materiálu nad plamenem a následně jeho chování po vyjmutí. Po provedení zkoušky se zaznamená chování zkoušeného polymeru v ohni, a to zejména:

- *snadnost zapálení vzorku*
- *hořlavost*
  - po zapálení a vyjmutí z plamene dále hoří - hoří dokud nedohoří anebo se nerozteče
  - v plameni hoří, ale po vyjmutí z plamene postupně uhasíná - není schopen trvalého hoření a po vyjmutí z plamene různě rychle uhasne
  - v plameni hoří, ale po vyjmutí z plamene ihned uhasne - polymer hoří pouze nad plamenem anebo je vidět jeho ubývání, přičemž vlastní plamen nemusí být viditelný
- *zabarvení okraje a jádra plamene*

Každá hořlavá látka má podle své struktury charakteristické vlastnosti plamene - barvu plamene i jeho základny. Mohou nastat následující situace během hoření:

- svítivý plamen, ale bez základny - polymer hoří pouze svítivým plamenem, modrá nebo zelená základna je téměř neznatelná
  - svítivý plamen a modrá anebo zelená základna - nad hořícím polymerem je nejprve nesvítivá základna a nad ní vlastní svítivý plamen
  - nesvítivý modrý plamen - v podstatě pouze modrá základna bez vlastního svítivého plamene
- *typ kouře*

Typ a množství kouře vznikajícího při hoření polymeru záleží zejména na jeho chemické struktuře a typu zamíchaných aditiv. Ve většině případů platí pravidlo, že polymery s benzenovým jádrem v řetězci (PS, PETP, PC) produkují hustý, černý kouř se sazemi. Naopak polymery s jednoduchou uhlovodíkovou strukturou bez dvojných vazeb (např. polyolefiny) neuvolňují při hoření téměř žádný kouř. Možné typy kouře:

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

- tmavý a čadivý kouř se vznikem sazí ve vzduchu - pohledem proti bílé stěně či papíru je patrná tmavá barva čadivého kouře, v němž se vznášejí krátké nitky sazí
- intenzivní a tmavý - pohledem proti bílé stěně či papíru je patrná tmavá barva kouře
- málo zřejmý anebo žádný - z hořícího polymeru vychází buď nepatrný kouř anebo vůbec žádný
- *zápach dýmu po uhašení plamene*

Po vyjmutí vzorku polymeru z plamene a případném sfouknutí hořícího polymeru dochází po krátkou dobu stále k uvolňování plynu, podílejícího se na hoření. Polymery jsou organické sloučeniny a tudíž většina z nich má při hoření charakteristický zápach, podle kterého lze identifikovat zkoušený vzorek. Zápach je většinou tak výrazný, že jej většinou neovlivní ani přidávaná aditiva. K polymeru, po jeho vyjmutí z plamene, opatrně přičichneme a identifikujeme zápach:

- po parafinu - typický zápach (PE,PP)
- kyselý - typický zápach (PVC)
- po styrenu - typický zápach (PS,ABS, HIPS)
- po dentakrylu - typický zápach (PMMA)
- medový - typický zápach po medu (PET)
- fenolický - typický zápach (PC)
- po spálené rohovině - zápach jako při hoření nebo broušení rohoviny, nehtu (PA)
- štiplavý - nepříjemný, štiplavý anebo dusivý zápach (POM)
- po žluklém másle - typický zápach (PVB)
- po aminech - typický zápach (UF, MF)
- fenolický a jako doutnajícím dřevu - zápach doutnajícím dřeva a zápach po fenolu (bakelit)
- jako doutnajícím papír - zápach, jenž cítíme po zhasnutí papíru (celulóza)
- neurčitý - nelze přiřadit k žádnému předchozímu zápachu (SIK)
- *charakter zbytku vzorku*

Druh polymeru je možné posoudit také podle vzhledu ohořelé části vzorku a jejím porovnáním s neporušeným zbytkem. Vzhled ohořelého zbytku je výrazně ovlivněn chemickou strukturou polymeru. Polymery s jednoduchou uhlovodíkovou strukturou bez dvojných vazeb snadno depolymerují a tají (PO). Jejich ohořelý zbytek se proto nebude výrazně lišit od původního, bude jen zesklenný a otavený. U některých polymerů je však depolymerace tak výrazná, že povrch ohořelého materiálu je drsný až napěněný (unikajícím plynem, například PMMA). U polymerů s benzenovým jádrem v řetězci (PS, PETP, PC) se produkují při hoření saze, které se usazují na materiálu a mění tak jeho vzhled. Při hoření je může vznikat také popel. Žhnoucí načervenalý popel vzniká při hoření polysacharidů. V případě SIK odpadává sloučenina podobnou křemenu, má pouze jinou krystalickou mřížku.

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Vzhled ohořelého polymerního materiálu může být:

- hladký, nahnědlé barvy - při přejíždění prsty cítíme hladký povrch, v ohořelé části převládá původní nebo nahnědlá barva
- drsný, nahnědlé barvy - při přejíždění prsty cítíme různě drsný povrch, v ohořelé části převládá původní nebo nahnědlá barva
- černý - v ohořelé části převládá černá barva
- očazený - na prsty se otírají černé saze z povrchu vzorku
- doutná a zanechává popel - na místě plamene po jeho zhasnutí nebo sfouknutí vidíme červené žhnutí a přitom zůstává popel, připomíná žhnutí dřeva

Tabulka 5.1: Orientační zkoušky polymerů v plameni

Polymer	Hoření po vyjmutí z plamene	Plamen	Vzhled ohořelého zbytku
PE - polyetylen	+	svítivý s modrým jádrem	otavený, měkký
PP - polypropylen	+	svítivý s modrým jádrem	otavený
PIB - polyizobutylen	+	svítivý, žlutý	mazlavý a lepkavý
PS - polystyren	+	svítivý, čadivý (saze)	otavený a zčernalý
POM - polyoxymetylen	+	modravý	nezměněný
PVAc - polyvinylacetát	+	žlutý, jiskřivý	ztmavlý
PMMA - polymethylmetakrylát	+	modrý se žlutou špičkou	zhnědlý, prostoupený bublinkami
PC - polykarbonát	-	svítivý, čadivý	zuhelnatělý, křehký
PA - polyamid	+	modrý se žlutou špičkou	otavený
PUR - polyuretan lineární	+	modrý se žlutým okrajem	otavený, ztmavlý
PVB - polyvinylbutyral	+	modrý se nažloutlým okrajem	ztmavlý
PETP - polyetylentereftalát	+	svítivý, čadivý	otavený, zuhelnatělý
PVAL - polyvinylalkohol	+	svítivý, žlutý, čadivý	očazený, změkklý
PVC - polyvinylchlorid	-	žlutý, základna zeleně lemovaná	zuhelnatělý, křehký
PF <sub>4</sub> - polytetrafluoretylen	-	žlutý, základna zelená	beze změny
fenoplasty (vytvrzené)	±	žlutý, čadivý	zuhelnatělý
UF - aminoplasty (močovinnové, vytvrzené)	±	žlutý	zuhelnatělý
MF - aminoplasty (melaminové, vytvrzené)	±	žlutý	zuhelnatělý
epoxidové pryskyřice (vytvrzené)	+	žlutý	zuhelnatělý
silikony	+	svítivý, bílé dýmy	bílá, křehká hmota

+ hoří, - zhasíná, ± podle plniva

#### Pyrolytická zkouška (suchá destilace)

Sledovaný zkušební vzorek se zahřívá v inertním prostředí při definované teplotě a tlaku a vznikající produkty se analyzují (změny vzorku včetně vzhledu, hodnota pH unikajících plynů, zápach).

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Hustota polymerů

Dalším hodnotícím kritériem je hustota materiálu. Obecně je hustota polymerních materiálů nízká a pohybuje v rozsahu od  $0,9 \text{ g cm}^{-3}$  do  $1,5 \text{ g cm}^{-3}$ . Výjimku tvoří pouze vysoce plněné nebo vyztužené polymery. Přesto lze s pomocí řady vhodně zvolených kapalin o tabelovaných hustotách (tabulka 5.2) stanovit přibližnou hustotu většiny polymerních materiálů.

Tabulka 5.2: Hustota řady vhodných kapalin

Kapalina	Hustota ( $\text{g cm}^{-3}$ )	Kapalina	Hustota ( $\text{g cm}^{-3}$ )
n-heptan	0,75	tetrachlormetan	1,60
voda	1,00	pentachloretan	1,67
1,2-dichloretan	1,30	Bromoform	2,85
chloroform	1,50	Metyljodid	3,30

Nejjednodušším případem sledování hustoty materiálu podle chování vzorku v imersní kapalině je stanovení hustoty vzorku při laboratorní teplotě v nádobě s vodou. Pokud vzorek po ponoření vyplave na hladinu lze s velkou pravděpodobností říct, že se jedná o vzorek ze skupiny polyolefinů, které jako jediné mají nižší hustotu než voda. Pokud vzorek v nádobě s vodou klesne ke dnu, je nezbytné použít jinou kapalinu anebo případně jinou metodou stanovení.

## Stanovení tvrdosti vpichem hrotu

Zkouškou se zjišťuje základní mechanické chování sledovaného polymerního materiálu. Jedná se zejména o odolnost materiálu proti vnikání cizích těles (tuhý, tvrdý, křehký, houževnatý) a deformační chování. Prakticky se však dá tímto způsobem rozhodnout, zda se jedná o elastomery a

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

měkčené termoplasty (s vrátnou deformací) anebo plast (s omezeným či žádným elastickým chováním).

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

## Zkouška rozpustnosti

Metoda je založena na hledání rozpouštědla, ve kterém se vzorek sledovaného polymerního materiálu rozpustí. K malému množství vzorku se přilije rozpouštědlo a sleduje se rozpouštění, většinou po předchozím nabobtnání. Zkušební vzorek s rozpustí úplně, částečně anebo se nerozpustí vůbec. Proto se obvykle vyzkouší rozpustnost nejprve nakápnutím rozpouštědla na kousek vzorku. Lepivost vzorku po krátké době je potvrzením rozpustnosti. Vlastní sledování se provádí za laboratorní anebo zvýšené teploty. Nezbytná je maximální opatrnost.

Tabulka 5.3: Pyrolytická zkouška rozpustnost polymerů

Polymer	Změny vzorku pyrolýzou	Pyrolytické zplodiny		Významná rozpouštědla
		Reakce	Zápach	
PE - polyetylen	taje, bezbarvý	3	spalovaný parafin	toluen za varu
PP - polypropylen	taje, bezbarvý	3	spalovaný parafin, ostře aromatický	toluen za varu
PIB - polyizobutylen	rozkládá se, kondenzát netuhne	3	spalovaný parafin, ostře aromatický	petroléter
PS - polystyren	taje, bezbarvý kondenzát	3	nasládlý	dioxan, aromatické a chlorované uhlovodíky substituované
POM - polyoxymetylen	taje a rozkládá se	3	po formaldehydu	fenoly (50-100 °C)
PVAc - polyvinylacetát	taje, hnědne, žlutohnědé týmy	2	kyselina octová	estery, alkoholy
PMMA - polymethylmetakrylát	rozkládá se, bezbarvý kondenzát	3	nasládlý, charakteristický aromatický, fenolický	chloroform, estery
PC - polykarbonát	taje, tmavne	2	fenolický	krezol, chloroform
PA - polyamid	taje, tmavne, hnědé dýmy	4	spalovaná rohovina	fenoly, kyselina mravenčí
PUR - polyuretan lineární	taje, tmavne	3	spalovaná rohovina, štiplavý	horký fenol, dimetylformamid
PVB - polyvinylbutyral	taje, tmavne, hnědé dýmy	2	žluklé máslo	etanol-benzen (1:1)
PETP - polyetylentereftalát	taje, nažloutlý nálet	2	nasládlý, medový	fenoly, konc. kyselina sírová
PVAL - polyvinylalkohol	netaje, tmavne	3+	štiplavý,	voda,
PVC - polyvinylchlorid	tmavne, hnědé dýmy a	2	charakteristický	formamid
		1	štiplavý,	tetrahydrofura

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

PF <sub>4</sub> - polytetrafluoretylen	kondenzát rozkládá se beze zbytku, bílý nálet	3	charakteristický štiplavý, jedovaté zplodiny	n, cyklohexan neznámý
fenoplasty (vytvrzené)	rozkládá se	3	fenolický, po formaldehydu	
UF - aminoplasty (močovinové, vytvrzené)	tmavne, rozkládá se	4	aminy, formaldehyd	
MF - aminoplasty (melaminové, vytvrzené)	tmavne, rozkládá se	4	ryby, amoniak, formaldehyd	
epoxidové pryskyřice (vytvrzené)	tmavne, rozkládá se	3	aminový, fenolický	
silikony	netmavne, bezbarvý kondenzát	4		

1 silně kyselá reakce, 2 slabě kyselá reakce, 3 neutrální reakce, 4 zásaditá reakce, + neobsahuje-li acetylové skupiny

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem  
a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



## Identifikace elastomerů

Identifikovat elastomer je poněkud složitější a proto je nezbytné použít více metod stanovení současně. Většinou se jedná o zkoušku v plameni, pyrolytické zkoušky a zkouška vařením elastomeru v 80 %-ní kyselině sírové kdy se zjišťuje rozklad polymeru. Další možností je využití kombinace pyrolýzy a identifikačních roztoků I (1,0 g p-dimethylaminobenzaldehyd, 0,01 g hydrochinonu, ve 100 ml metanolu + 5 ml koncentrované kyseliny chlorovodíkové a 10 ml etylenglykolu ) a II (1,0 g citran sodný, 0,2 g kyseliny citronové, 0,03 g metanilové žluti, 0,03 g bromkrezolové zeleně v 500 ml vody), které se vybarví podle obsahu těkavých produktu v elastomeru (tabulka 5.4 a 5.5).

Tabulka 5.4: Identifikace elastomerů pomocí zkoušky v plameni, pyrolýzy a vaření v roztoku kyseliny sírové

Základní elastomer	Vzhled	Chování v plameni	Pyrolýza	Vaření v kys. sírové
NR SBR	polymer neprůhledný, světlý až do hněda; pryže různobarevné, obvykle černé	plamen kouří, kaučukový zápach, tavenina na konci hoří, plniva plamen hasí	destiluje, kyselá obvykle tmavá kapalina	rozkládá se
IIR PIB	bezbarvý, transparentní polymer, IIR má velkou deformaci při ohybu	hoří jasným plamenem, sazemi plněný černě kouří	destiluje, čirá netuhnoucí neutrální kapalina	netečný
NR	neprůhledný, hnědavý; vulkanizáty většinou černé základ světlý až hnědý,	kouřící plamen nepřímého zápachu	kyselá tmavá kapalina	rozkládá se
CR	neprůhledný; pryže černé nebo barevné, někdy zápach po monomeru	po oddálení z plamene zhasí, zápach po HCL	destiluje, kyselá tmavá kapalina	rozkládá se
měkčené PVC	čirý, transparentní i neprůhledný, jasné barvy, lesklý povrch	po oddálení z plamene obvykle zhasí, velmi měkčený hoří	destiluje, čirá anebo světlá kyselá kapalina	netečný
silikonový kaučuk	kouřově šedý až hnědý, plněný TiO <sub>2</sub> bílý, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> hnědý až červený, transparentní, nepevný	hoří málo kouřícím plamenem, botná a na povrchu zbělá. Hoří-li na skle, vytváří bílý SiO <sub>2</sub>	destilát je neutrální	rozkládá se
fluorové kaučuky	transparentní až kouřový, obvykle bíle plněný	v plameni hoří jasně, jinak rychle zhasí	destiluje kyselá kapalina	netečný

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Tabulka 5.5: Identifikace elastomerů kombinací pyrolýzy s použitím roztoků.

Elastomer	Zabarvení		
	Roztok I		Roztok II
	Počáteční	Po zahřátí	
PVC	světle žluté	světle žluté	zelené
CR	žluté	žluté	červené
NR akrylonitrl	žluté	světle žlutozelené	červené
SBR	oranžově červené	červené	zelené
NR	žlutozelené	zelené	žluté až červené
NR + SBR	hnědé	fialově modré	zelené
NR + SBR	olivově zelené	zelenomodré	zelené
PIB, IIR	žluté (plavou kapky)	světle modrozelené	zelené

### Specifické identifikační zkoušky

Výše zmíněné orientační zkoušky, jak již bylo zmíněno, umožňují pouze přibližné rozlišení jednotlivých druhů polymerních materiálů. Na jejich základě může být sledovaný materiál považován za dva a více druhů. Proto je nezbytné provést dodatečnou specifickou zkoušku, jako například důkaz prvků, některých monomerů či polymerů anebo některé vhodné důkazové reakce, které s určitostí potvrdí druh zkoušeného materiálu.

### Důkaz charakteristických prvků

Většina polymerních materiálů obsahuje ve své struktuře uhlík a vodík, případně kyslík. Vedle toho však také obsahují některý z dalších prvků, jako například dusík, chlor, fluor, nebo síru a fosfor. Právě jeho přítomnost může jednoznačně potvrdit chemické složení příslušného polymerního materiálu.

### Důkaz uhlíku

Důkaz dusíku se provádí zcela výjimečně u některých silikonových polymerů.

Ostatní zmíněné prvky s dokazují podle Lassaigneho mineralizace, kdy se sledovaný vzorek taví s kovovým sodíkem. Důležitým krokem je dokonalé protavení sledovaného polymeru. Tavenina se smíchá s destilovanou vodou a vzniklé roztoky se po filtraci postupně analyzují.

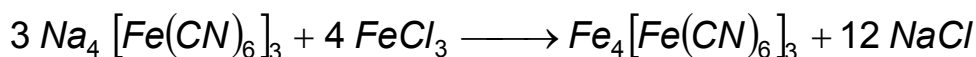
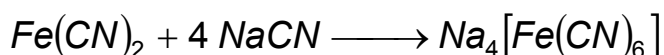
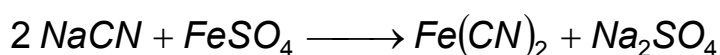
### Důkaz dusíku

K roztoku sledovaného polymeru se přidá několik kapek 5-%ního vodného roztoku  $\text{FeCl}_2$  nebo  $\text{FeSO}_4$  a 1 kapka  $\text{FeCl}_3$ . Směs se povaří. Po ochlazení se přidá kyselina chlorovodíková. Přítomnost dusíku se projeví modrozelené zbarvení, případně vyloučená modrá sraženina (berlínská modř).

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.

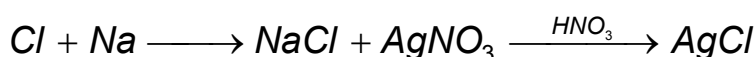


INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ



#### Důkaz halogenů

K další části roztoku se přidá kyselina dusičná a směs se povaří. Po ochlazení se přidá 5 %-ní vodný roztok  $\text{AgNO}_3$ . Pokud je obsažen chlor, vznikne bílá sraženina  $\text{AgCl}$ , rozpustná v amoniaku, která na světle ztmavne a zčernalá.



V přítomnosti bromu vzniká žlutá tavenina, v amoniaku nerozpustná.

Důkaz fluoru se provádí na filtračním papíře impregnovaném 0,1 %-ním roztokem alizarinové červeně a 0,1 %-ním roztokem  $\text{Zr}(\text{NO}_3)_4$ . Na impregnovaný papír ovhččený 50 %-ní kyselinou octovou se nanese roztok polymeru zneutralizovaný zředěnou kyselinou chlorovodíkovou. Přítomnost fluoritového iontu se projeví změnou červené barvy na žlutou.

#### Důkaz síry

K zmineralizovanému roztoku se přidá několik kapek roztoku nitroprusidu sodného. Fialová barva potvrdí přítomnost síry.

#### Důkaz fosforu

K roztoku okyseleného kyselinou dusičnou se přidá několik kapek roztoku molybdenanu amonného. Žluté zabarvení až citrónově žlutá sraženina potvrdí přítomnost fosforu v polymeru.

Přítomnost některých halogenů (Cl, Br, I) v polymeru lze také dokázat pomocí Beilsteinovy zkoušky, kdy zkoušený vzorek umístěný na vyžíhaný měděný drát zabarví plamen modrozeleně s modrým okrajem. Podobně se však chovají také některé dusíkaté sloučeniny (močovina) s obsahem pryskyřice.

#### Charakteristická čísla

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Identifikace některých druhů materiálů lze také provést kvalitativní analýzou polymerů s funkčními skupinami:

#### *Hydroxylové číslo*

Hydroxylové číslo se určuje pomocí reakce s -OH skupinami (polyestery, polyethery, epoxidy). Udává se v miligramech KOH, kterou jsou ekvivalentní kyselině octové reagující s volnými -OH skupinami v 1 g vzorku; čím je číslo vyšší, tím je zkoušený polymer méně odolný vodě.

#### *Číslo kyselosti*

Udává množství KOH potřebné na neutralizaci volných kyselin v 1 g vzorku (u polyesterů a polyetherů pro výrobu polyuretanů).

#### *Jodové číslo*

Počet gramů jodu, který se za daných podmínek aduje na 100 g vzorku - udává obsah dvojných vazeb ( $-C=C- + I_2 \longrightarrow -CI- CI-$ )

#### *Aminové číslo*

Udává množství KOH ekvivalentního amino skupinám v 1 g vzorku.

#### *Důkaz některých monomerů a polymerů*

U některých polymerních materiálů neprobíhá polymerace do úplné konverze. Proto je možné je přesně identifikovat podle výchozí suroviny.

#### *Důkaz formaldehydu*

Malé množství vzorku se smíchá se 2 ml 72 %-ní kyseliny sírové a několika krystalků kyseliny chromotropové a zahřívá se. Fialové zbarvení potvrzuje přítomnost formaldehydu. Nezbytná je také kontrola přes slepý pokus.

#### *Důkaz fenolu*

Sledovaný vzorek v uzavřené zkumavce se zahřívá a plynné produkty s zachytávají do zkumavky s destilovanou vodou. Přítomnost fenolu detekuje vzniklá bílá sraženina (po přidání bromové vody) anebo fialové zbarvení (po přidavku roztoku  $FeCl_3$ ).

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

#### *Důkaz anhydridu kyseliny fталové*

Směs 1 g zkoušeného vzorku se zahřívá přímým plamenem společně s 2 g fenolu a 1 ml koncentrované kyseliny sírové. Ochlazená hnědá tavenina se vyluhuje v destilované vodě, do které se přidá několik zrněk NaOH. Vzniklý fenolftalein se barví do fialova.

#### *Důkaz močoviny*

Zkoumaný polymer se roztaví a vyluhuje v destilované vodě. Zfiltrovaný a zalkalizovaný (NaOH) výluh se smíchá se zředěným roztokem CuSO<sub>4</sub>. Vzniká červenofialové zbarvení.

#### *Důkaz anilinu*

Důkaz anilinu se provádí stejně jako důkaz fenolu. Do destilované vody se přidává 2 ml roztoku dvojchromanu draselného v 10 %-ní kyselině sírové. Vzniklé modré zbarvení přecházející do černé indikuje přítomnost anilinu.

#### *Důkaz styrenu*

Polymerní vzorek se úplně roztaví v uzavřené zkumavce, ze které se zachytávají a následně ochlazují plynné výpary. Potom se stanoví teplota varu kondenzátu. Pokud je teplota varu 146 °C, jedná se o styren, čemuž odpovídá typický zápach.

#### *Důkaz metylmetakrylátu*

Obdobné stanovení jako u styrenu. Teplota monomerního metylmetakrylátu je 100,3 °C. Přítomnost je rovněž doprovázená typickým zápachem.

#### *Důkaz polyvinylchloridu*

Jedná se o tak zvanou pyridinovou zkoušku, kdy se 10 g polymerního vzorku rozpustí v 5 ml pyridinu a roztok se přivede k varu. K horkému roztoku se přidá 0,5 ml 2 %-ního etanolového roztoku sody. Tmavohnědé až černé zbarvení či sraženina potvrzují přítomnost PVC.

#### *Důkaz proteinů*

Důkaz proteinů se provádí xantoproteinovou zkouškou, kdy se vzorek zahřívá s koncentrovanou kyselinou dusičnou. Po ochlazení a alkalizaci amoniakem se přítomnost proteinů projeví žlutým zbarvením přecházejícím v oranžovou.

#### *Důkaz nitrosloučenin*

Nitrosloučeniny s dokazují kápnutím činidla (difenylamin v 0,5 ml 90 %-ní kyselině sírové) na vzorek a jeho následným zmodráním.

**Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.**



**INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ**

### *Důkaz esterů karbonových kyselin*

Ke zkoušenému vzorku polymeru se do zkumavky přilije 1 ml bezbarvého 6 %-ního alkoholického roztoku NaOH nebo KOH. K tomu se přidá 1 kapka nasyceného alkoholického roztoku hydroxylaminhydrochloridu, obsah se protřepe a nechá ustát. Potom se povaří a přidá se 1 kapka 1 %-ního roztoku FeCl<sub>3</sub> v destilované vodě. Vysrážený fialový hydroxid železitý potvrzuje přítomnost esterů karbonových kyselin.

### **Důkazové reakce**

Zde patří hlavně barevné reakce.

### *Liebermann-Storch-Morawského reakce*

Jedná se o jednoduché a rychle reakce určené zejména jako doplněk k jiným identifikačním postupům. Na zkoušený vzorek ovlhčený acetanhydridem, případně vzorek rozpuštěný v acetanhydridu se přikápnou koncentrovaná kyselina sírová a sleduje se barevná změna. Tak lze podle tabelovaných hodnot rozlišit řadu plastů i elastomerů (tabulka 5.6).

### *Weberova reakce*

Tato analýza slouží k důkazu přírodního kaučuku. Zahříváním 0,5 g vzorku s 5 ml roztoku bromu v 10 %-ním CCl<sub>4</sub> až do odpaření bromu (dvakrát až třikrát). Následně se přidá 5 ml v 10 %-ního roztoku fenolu v CCl<sub>4</sub> a nadále se zahřívá. Pokud vzorek obsahuje NR, dojde k fialovému zabarvení.

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem a státním rozpočtem České republiky.



**INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ**

Tabulka 5.6: Výsledky Liebermannovy reakce, hustota a index lomů vybraných polymerů

polymer	Liebermanova reakce	hustota	index lomu $n_D$ 20 °C
PE - polyetylen		0,92 – 0,96	1,51 – 1,54
PP - polypropylen		0,90 – 0,91	1,49
PS - polystyren	negativní	1,05 – 1,07	1,59 – 1,60
PVAc - polyvinylacetát	postupně zelená	1,19	1,47
PMMA - polymethylmetakrylát	negativní až světle skořicová	1,19	1,49
PA - polyamid	negativní	1,14	1,54 – 1,55
PVB - polyvinylbutyral	dtto	1,11	1,48
PETP - polyetylentereftalát		1,35 – 1,38	1,54
PVAL -polyvinylalkohol	červená, přejde na červenohnědou	1,28 – 1,31	1,51 – 1,55
PVC - polyvinylchlorid	hmota postupně zmodrá	1,2 – 1,6	1,54 – 1,56
fenoplasty (vytvrzené)	růžová, přejde na červenou	1,34 – 1,40	1,55 – 1,65
UF - aminoplasty (močovínové, vytvrzené)	negativní	1,16	1,55 – 1,65
MF - aminoplasty (melaminové, vytvrzené)	negativní	1,16	1,55 – 1,60

$n_D$  index lomu z refraktometrie

Tento projekt je spolufinancován Evropským sociálním fondem  
a státním rozpočtem České republiky.



INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ