

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

Jaka Nabergoj

**GRAFTIRANJE MALEIN ANHIDRIDA NA
POLIETILEN V TRDNEM STANJU**

Diplomsko delo

Slovenj Gradec, september 2023

FAKULTETA ZA TEHNOLOGIJO POLIMEROV

GRAFTIRANJE MALEIN ANHIDRIDA NA POLIETILEN V TRDNEM STANJU

Diplomsko delo

Študent: Jaka NABERGOJ
Študijski program: Tehnologija polimerov
Mentor: izr. prof. dr. Miroslav HUSKIĆ
Somentorica: asist. Rebeka LORBER

Slovenj Gradec, september 2023

IZJAVA

Podpisani Jaka Nabergoj izjavljam, da:

- je bilo predloženo diplomsko delo opravljeno samostojno pod mentorstvom;
- predloženo diplomsko delo v celoti ali v delih ni bilo predloženo za pridobitev kakršnekoli izobrazbe na drugi fakulteti ali univerzi;
- soglašam z javno dostopnostjo diplomskega dela v knjižnici Fakultete za tehnologijo polimerov v Slovenj Gradcu. Na Fakulteto za tehnologijo polimerov neodplačno, neizključno, prostorsko in časovno neomejeno prenašam pravico shranitve diplomskega dela v elektronski obliki, pravico reproduciranja ter pravico ponuditi diplomsko delo javnosti na svetovnem spletu preko repozitorija DiRRROS.

Slovenj Gradec, _____

Podpis: _____

ZAHVALA

Zahvaljujem se svojemu mentorju,izr. prof. dr. Miroslavu Huskiču, ter svoji somentorici, asist. Rebeki Lorber, za vso pomoč pri izdelavi diplomskega dela. Zahvaljujem se tudi Fakulteti za tehnologijo polimerov, da mi je dovolila uporabo svojih laboratorijev in kemikalij. Zahvalil bi se tudi svoji družini in prijateljem za podporo, ki mi jo izkazujejo.

POVZETEK

Graftiranje malein anhidrida na polietilen v trdnem stanju

V diplomskem delu smo poskušali na linearni polietilen nizke gostote graftirati malein anhidrid s pomočjo mikrovalovnih žarkov brez uporabe iniciatorja in v trdnem stanju. Pripravili smo mešanice polietilena in malein anhidrida ter jih določen čas obsevali v mikrovalovni pečici. Vzorcem smo nato določili stopnjo graftiranja, temperature tališča, kristalizacije in termične degradacije ter oksidacijski indukcijski čas. Z IR-spektrom smo ugotavljali prisotnost malein anhidrida. Rezultati analiz so pokazali, da reakcija graftiranja med polietilenom in malein anhidridom najverjetneje ne poteče.

Ključne besede:

LLDPE, malein anhidrid, graftiranje, mikrovalovi, trdno stanje.

SUMMARY

Solid-state grafting of maleic anhydride on polyethylene

In the undergraduate degree we tried to graft maleic anhydride onto linear low-density polyethylene with microwaves without the use of an initiator and in a solid state. Mixtures of polyethylene and maleic anhydride were prepared and irradiated for a certain amount of time in a microwave oven. The grafting degree, oxidation induction time and temperatures of melting, crystallization and thermal degradation were then determined for the samples. IR spectrum was used to determine the presence of maleic anhydride. The results of the analysis showed that the grafting reaction between polyethylene and maleic anhydride most likely does not take place.

Keywords:

LLDPE, maleic anhydride, grafting, microwaves, solid state.

KAZALO VSEBINE

1	UVOD	1
1.1	Cilji diplomskega dela	2
1.2	Hipoteze	2
2	TEORETIČNI DEL	3
2.1	Polietilen	3
2.2	Polietilen, grafitiran z malein anhidridom	4
2.3	Reakcijski mehanizem grafitiranja malein anhidrida z mikrovalovnimi žarki	5
2.4	Diferenčna dinamična kalorimetrija in oksidacijski indukcijski čas	6
2.5	Termogravimetrična analiza	7
2.6	FTIR-spektroskopija	8
3	EKSPERIMENTALNI DEL	10
3.1	Materiali	10
3.2	Sinteza	10
3.3	Določanje stopnje grafitiranja	12
3.4	Diferenčna dinamična kalorimetrija	15
3.5	Oksidacijski indukcijski čas	15
3.6	Termogravimetrična analiza	16
3.7	FTIR-spektroskopija	16
4	REZULTATI IN DISKUSIJA	18
4.1	Stopnja grafitiranja	18
4.2	Infrardeča spektroskopija	18
4.3	Diferenčna dinamična kalorimetrija	20
4.4	Oksidacijski indukcijski čas	21
4.5	Termogravimetrična analiza	22
5	SKLEP	24
	SEZNAM LITERATURE IN VIROV	26
	SEZNAM SLIK	28
	SEZNAM TABEL	29
	SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV	30
	SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC	31

1 UVOD

Plastika je sestavljena iz raznolikih dolgoverižnih polimerov različnih izvorov, ki vključujejo zemeljski plin, nafto in premog. Med najpogosteje uporabljene vrste plastike trenutno štejemo polietilen tereftalat (PET), polipropilen (PP), polietilen (PE), polivinil klorid (PVC), polistiren (PS) in poliuretan (PU). V primerjavi z ostalimi vrstami plastike je polietilen najbolj široko uporabljena plastika. Uporablja se na različnih področjih, kot so pakiranje, konstrukcije in transport. Polietilen je prvič nehote sintetiziral nemški kemik Hans von Pechmann leta 1898. Leta 1935 je Michael Perrin iznašel kontrolirano visokotlačno sintezo polietilena. Leta 1939 so nato začeli industrijsko proizvajati polietilen z nizko gostoto (LDPE). Polietilen se deli na kategorije po njegovi gostoti, ki je posledica razvejanosti verige. Delimo ga na linearen polietilen visoke gostote (HDPE), polietilen nizke gostote z dolgimi stranskimi verigami (LDPE) in polietilen nizke gostote s kratkimi stranskimi verigami (LLDPE) [1].

Polimerno mešanico se lahko definira kot zmes dveh ali več polimerov. Polimerne mešanice lahko konceptualno primerjamo s kovinskimi zlitinami, ki jih poznamo že od začetka civilizacije. Podobno kot so metalurgi poskušali izboljšati kemične in fizikalne lastnosti kovinskih materialov z mešanjem različnih kovin, tako raziskovalci danes uporabljajo to metodo za proizvodnjo širokega spektra uporabnih polimernih materialov. A paziti moramo, da ne potegnemo vzporednic predaleč, saj obstaja veliko temeljnih razlik med tema dvema kategorijama materialov. Lastnosti večkomponentne polimerne mešanice so v veliki meri odvisne od kontaktne površine med fazami različnih materialov. Polimerne mešanice se običajno razdelijo na faze ali pa imajo precej majhno okno mešljivosti, kar nam preprečuje prenos obremenitev med fazami. V kompatibilizirani polimerni mešanici se polimerni verigi vsake toliko časa (fizikalno ali kemijsko) povežeta s pomočjo sredstva za spajanje, ki ga imenujemo kompatibilizator [2,3].

Graftiranje reaktivnih monomerov, kot je malein anhidrid (MA), na polietilensko verigo je bila tema raziskav več različnih raziskovalnih skupin. Polietilen z visoko gostoto spada med večnamenske polimere, saj ima sprejemljive mehanske lastnosti in dobro procesabilnost. Modifikacija polietilena z radikalskim graftiranjem malein anhidrida kot polarnega monomera je ena od glavnih tehnik v poliolefinski funkcionalizaciji za komercialno uporabo. Uporaba malein anhidrida za graftiranje je zaželena zaradi majhnega pojava oligomerov in odsotnosti homopolimerizacije med procesom graftiranja. Malein anhidrid je primeren za graftiranje na polietilen zaradi nizke reaktivnosti z drugimi molekulami anhidrida ter zaradi direktne vezave na polietilensko verigo. MA, ki je povezan na verigi PE, ustvari polarna mesta, ki služijo kot stičišča med nepolarno polietilensko verigo ter polarnimi verigami drugih polimerov ali polnil. Proces graftiranja malein anhidrida na HDPE v talini je bil prvič objavljen v patentu leta 1987. Graftiranje poteka tako, da se polietilenu v ekstrudorju dodaja malein anhidrid in iniciator [3–6].

Metoda grafitiranja v trdnem stanju lahko premosti slabosti postopka grafitiranja v talini. Polimerna degradacija in medveržno zamreževanje se lahko zmanjša pri grafitiranju v trdnem stanju, saj reakcija grafitiranja poteka le na površini polimera ter le na območju, kjer je malein anhidrid. Tarčno segrevanje lahko izvedemo zato, ker PE mikrovalovne žarke prepušča, medtem ko jih malein anhidrid absorbira. Ostanki nezreaganega malein anhidrida se lahko odstranijo s spiranjem po končani reakciji grafitiranja. Pri tej vrsti grafitiranja ne potrebujemo katalizatorja, saj mikrovalovi malein anhidrid spodbudijo k tvorbi prostih radikalov [7].

V diplomskem delu bomo grafitirali malein anhidrid na polietilen z metodo segrevanja malein anhidrida z mikrovalovi. Proučili bomo vpliv časa radiacije z mikrovalovi ter vpliv začetne količine malein anhidrida na stopnjo grafitiranja malein anhidrida ter na toplotne lastnosti PE-g-MA. Ker v literaturi ni primera, kjer bi grafitirali malein anhidrid na polietilen v trdnem stanju z uporabo mikrovalov, smo se odločili, da poskusimo to doseči v tem diplomskem delu.

1.1 Cilji diplomskega dela

Glavni cilj diplomske naloge je ugotovitev, ali je mogoče grafitirati malein anhidrid na polietilen v trdnem stanju z mikrovalovi.

Sprotni cilji diplomskega dela:

- ugotoviti odvisnost stopnje grafitiranja od časa obsevanja ter začetne količine malein anhidrida,
- ugotoviti odvisnost toplotnih lastnosti PE-g-MA od časa obsevanja ter začetne količine malein anhidrida.

1.2 Hipoteze

- Predpostavljamo, da lahko z mikrovalovnim sevanjem grafitiramo malein anhidrid na trden polietilen brez uporabe peroksida kot iniciatorja.
- Predpostavljamo, da se bo stopnja grafitiranja povečala ob podaljšanju časa ter povečanju začetne količine malein anhidrida.

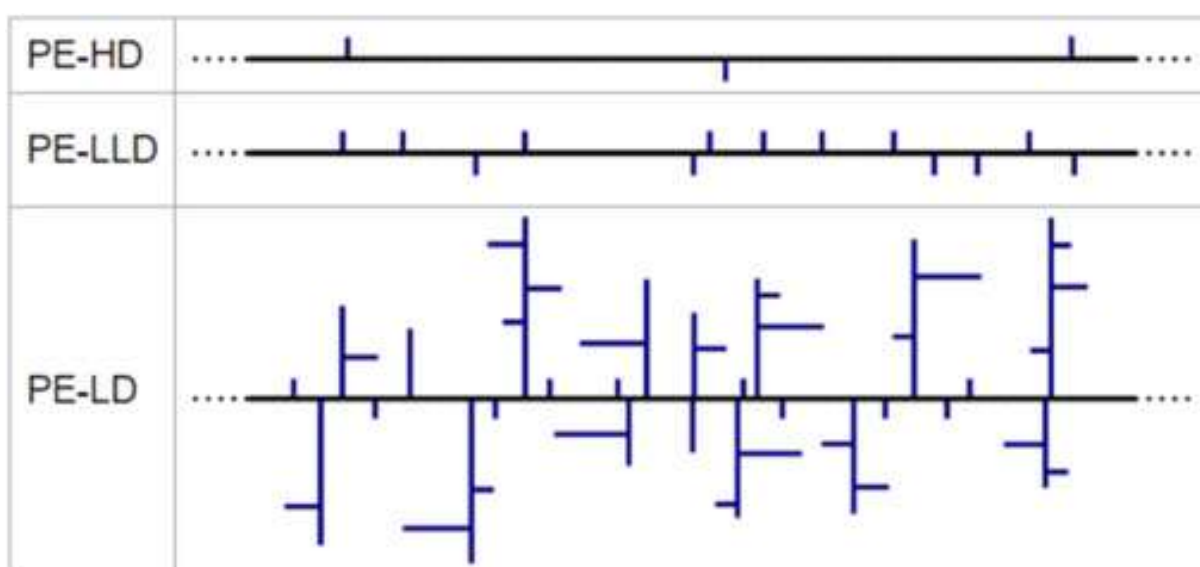
Hipoteze slonijo na predpostavkah:

- Ker je grafitiranje MA na polipropilen z mikrovalovnim sevanjem možno, predpostavljamo, da isto načelo velja tudi za polietilen.
- Teorija trkov pravi, da morata reaktanta trčiti skupaj, če želimo, da poteče reakcija. Vsak trk pa še ni uspešen trk. Če podaljšamo čas, ko lahko pride do trka, ter povečamo število delcev, povečamo tudi število možnosti za uspešen trk. Tako povečamo možnost za uspešno grafitiranje na polietilensko verigo.

2 TEORETIČNI DEL

2.1 Polietilen

Polietilen je najpogostejši tip plastike. Poznamo več vrst polietilena, večina ima formulo $(C_2H_4)_n$. Polietilen je navadno mešanica podobnih polimerov etilena z različnimi dolžinami verig. Čeprav je polietilen termoplast, ga lahko z ustrezno modifikacijo zamrežimo ter spremenimo v duroplast. Polietilen ločujemo po gostoti, ki je posledica razvejanosti verige. Slika 1 prikazuje razvejanost različnih tipov polietilena. Mehanske lastnosti so zelo odvisne od razvejanosti ter tipa razvejanosti verige, kristalne strukture in dolžine verig. V industriji se najbolj uporabljajo polietileni visoke gostote (HDPE), polietileni nizke gostote (LDPE) in linearni polietileni nizke gostote (LLDPE) [8].



Slika 1: Razvejanost različnih tipov polietilena [8]

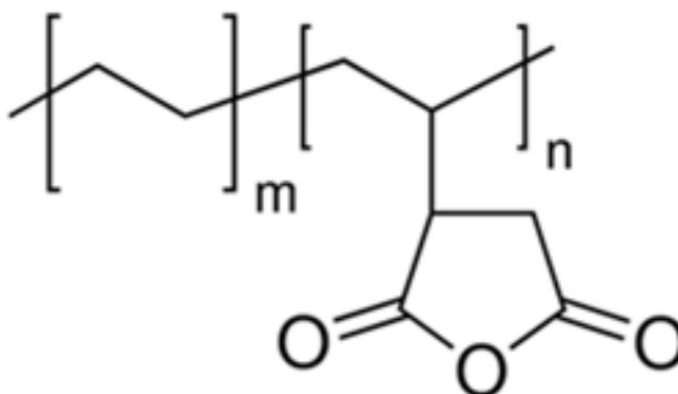
HDPE je bolj tog, ima boljše toplotno odpornost in je manj prepusten kot LDPE in LLDPE. Zaradi nizke razvejanosti ima HDPE posledično višje intramolekularne sile, višjo kristaliničnost ter natezno trdnost. Proizvaja se ga s katalizatorji iz kroma in silicijevega dioksida, Ziegler-Natta katalizatorji ali pa z metalocenskimi katalizatorji. Polimerne verige so dolge od 10.000 enot do nekaj milijonov enot. HDPE se uporablja za proizvodnjo različnih plastenk, vodovodnih cevi, cistern, pakirnega materiala ipd. LDPE proizvodimo pri visoki temperaturi in tlaku z uporabo peroksidnih iniciatorjev, LLDPE pa proizvodimo pri nizkem tlaku. Pri sintezi LLDPE na verige PE kopolimeriziramo verige 1-butena ali 1-oktena. Linearnost verig daje LLDPE trdnost, medtem ko kratka razvejanost višja žilavost. E-modul in natezne lastnosti LLDPE so veliko boljše od lastnosti LDPE. Zaradi razvejanosti imata LLDPE in LDPE nižjo kristaliničnost in gostoto. LLDPE in LDPE se uporabljata v industriji pakiranja ter kot električna izolatorja [9].

2.2 Polietilen, grafitiran z malein anhidridom

PE-g-MA je kompatibilizator za polimerne mešanice, v katerih ima funkcijo veziva med polarnimi in nepolarnimi komponentami. Dodatek PE-g-MA prispeva k mazljivosti, deluje proti sprijemanju med folijami, prispeva k odpornosti proti abraziji ter omogoča kemijsko vezanje preko anhidridne skupine. Na sliki 2 je prikazana struktura polietilena, na katerem je grafitiran malein anhidrid, v tabeli 1 pa so prikazane njegove lastnosti [10].

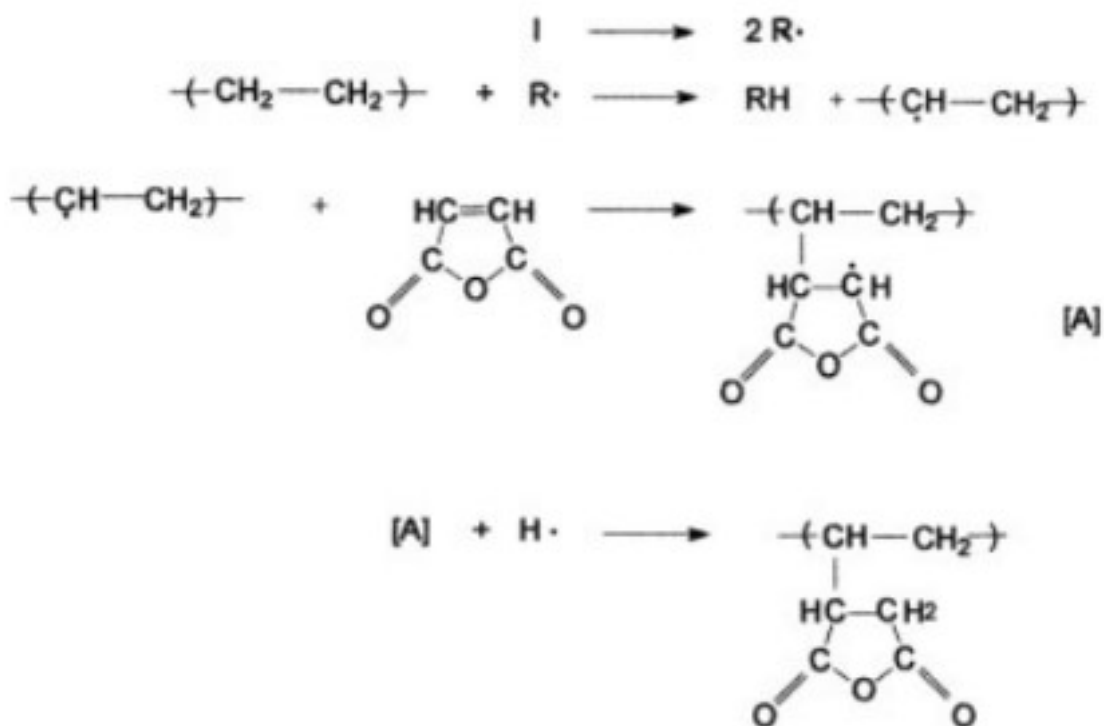
Tabela 1: Lastnosti PE-g-MA

Sestava	Malein anhidrid, ~0,5 wt. %
Viskoznost	500 cP (140 °C)
Saponifikacijska vrednost	6 mg KOH/g
Temperatura tališča	107 °C
Topnost	Voda: netopen
	Toluen in ksilen: topen
Gostota	0,92 g/mL pri 25 °C



Slika 2: Struktura PE-g-MA [10]

Pri postopku grafitiranja malein anhidrida na polietilenske verige uporabljamo iniciatorje, ki jih dodajamo v talino. Reakcija grafitiranja poteka tako, da iniciator (po navadi so to peroksidi) razpade ter ustvari dva radikala. Reakcija, ki sledi, je prikazana na sliki 3. Pri grafitiranju z mikrovalovnim sevanjem se lahko izognemo termični degradaciji in medveržnemu zamreževanju polimera, saj polimer segrevamo le tarčno [4,6,7].



Slika 3: Potek reakcije graftiranja malein anhidrida na polietilen [4]

Stopnjo graftiranja malein anhidrida lahko določimo tako, da izračunamo maso porabljenega malein anhidrida pri reakciji graftiranja ter jo delimo z maso polietilena v vzorcu, kot je to prikazano v enačbi 1.

$$GD = \frac{\left(\frac{m(\text{MA v mešanici}) \cdot m(\text{vzorec PE+MA})}{m(\text{mešanica})}\right) - \left(\frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) \cdot M(\text{MA})}{2}\right)}{m(\text{vzorec PE+MA}) - \left(\frac{m(\text{MA v mešanici}) \cdot m(\text{vzorec PE+MA})}{m(\text{mešanica})}\right)} \quad (1),$$

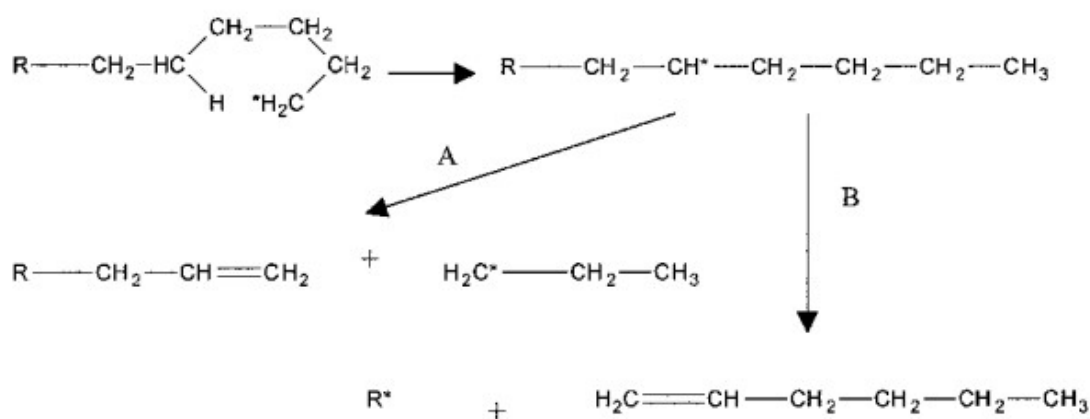
pri čemer je:

- GD - stopnja graftiranja [%];
- $m(\text{MA v mešanici})$ - masa malein anhidrida v začetni mešanici [g];
- $m(\text{mešanica})$ - masa prvotne mešanice [g];
- $m(\text{vzorec PE + MA})$ - masa vzorca, pripravljenega iz mešanice PE + MA [g];
- $c(\text{NaOH})$ - množinska koncentracija standardne raztopine NaOH, s katero smo izvajali titracijo [mol/L];
- $V(\text{NaOH})$ - volumen porabljene raztopine NaOH [L];
- $M(\text{MA})$ - molska masa malein anhidrida [g/mol].

2.3 Reakcijski mehanizem graftiranja malein anhidrida z mikrovalovnimi žarki

Predvidevamo, da graftiranje malein anhidrida poteka preko formacije radikalov na polietilenski verigi in malein anhidridu. Pri povišani temperaturi se polietilenska veriga cepi ter tvori radikale, kot je prikazano na sliki 4, ki lahko reagirajo z malein anhidridom.

Hkrati lahko tudi malein anhidrid tvori radikale pri povišani temperaturi zaradi mikrovalovnega valovanja. Seveda v večji meri tvorbo radikalov za reakcijo opravi malein anhidrid, saj bi v nasprotnem primeru cepljene verige polietilena poslabšale lastnosti končnega produkta. Nadaljnji potek grafitiranja poteka po istem principu, kot je prikazano na sliki 3, z izjemo odsotnosti iniciatorja [7,11].

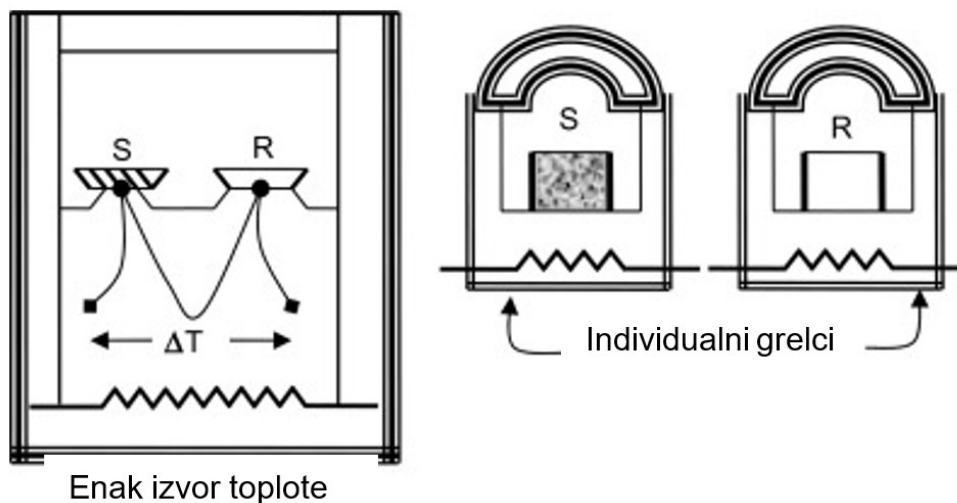


Slika 4: Mehanizem degradacije PE [11]

2.4 Diferenčna dinamična kalorimetrija in oksidacijski indukcijski čas

Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC) je analitična metoda, s katero določamo spremembe v strukturi polimernega materiala kot funkciji časa in temperature. Ko se temperatura spreminja, se z instrumentom določa količina toplote, ki jo vzorec odda ali sprejme, ali pa se spremlja potrebna toplotna energija, ki jo moramo dovesti za doseganje zahtevane temperature. Tako ločimo dve vrsti DSC-instrumentov, ki se razlikujeta po načinu analiziranja: DSC s toplotnim tokom in DSC, ki deluje po principu kompenzacije električne moči (slika 5). Pri prvem tipu sta lonček z vzorcem in prazen lonček kot referenca postavljeni na termoelektrični disk, ki je zaprt v peči, ki se linearno ogreva ter ogreva lončke preko diska. Razliko v temperaturi med obema lončkoma merijo termočleni ter jo preko kalibracijskega postopka spremenijo v signal toplotnega toka. Pri drugem tipu pa se pri isti temperaturi lonček z vzorcem in referenčni lonček nahajata v ločenih pečeh. Razlika v potrebni energiji za ohranjanje enake temperature se določa ter izpisuje kot funkcija časa in temperature. Dušik ali helij se uporabljata za prepihanje instrumenta v izogib morebitnim reakcijam vzorca z atmosfero. Segrevanje pri analizi navadno poteka pri 10 °C/min za določevanje kristaliničnosti in 20 °C/min za določanje temperature steklastega prehoda. Za bolj natančne rezultate je priporočeno počasno spreminjanje temperature, medtem ko občutljivost meritve dobimo z visoko hitrostjo spreminjanja temperature, saj to vodi v hitro toplotno izmenjavo [12].

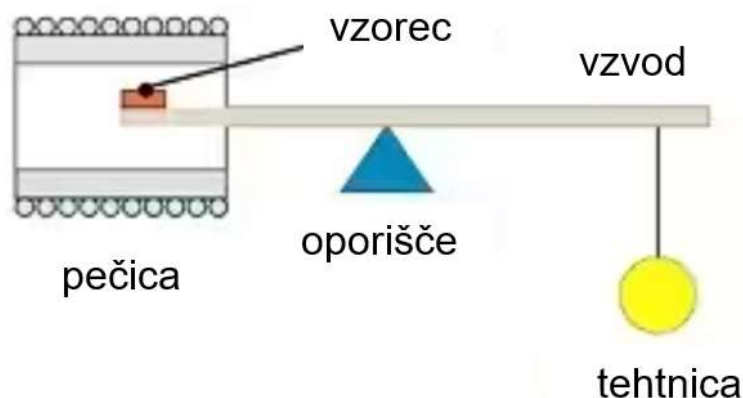
Na DSC-instrumentu lahko izvedemo tudi analizo oksidacijskega indukcijskega časa (OIT). OIT-metodo uporabljamo za ugotavljanje stabilnosti polimerov v oksidativnem okolju. Čas oksidacije izmerimo tako, da vzorec segrejemo na določeno temperaturo v inertni atmosferi (dušik). Pri konstantni temperaturi začnemo dovajati kisik ter meriti čas. Ko zaznamo eksotermni signal (oksidacijo), odčitamo čas, ki je vrednost oksidativnega indukcijskega časa [13].



Slika 5: DSC s toplotnim tokom (levo) in DSC s kompenzacijo toplotne moči (desno) [14]

2.5 Termogravimetrična analiza

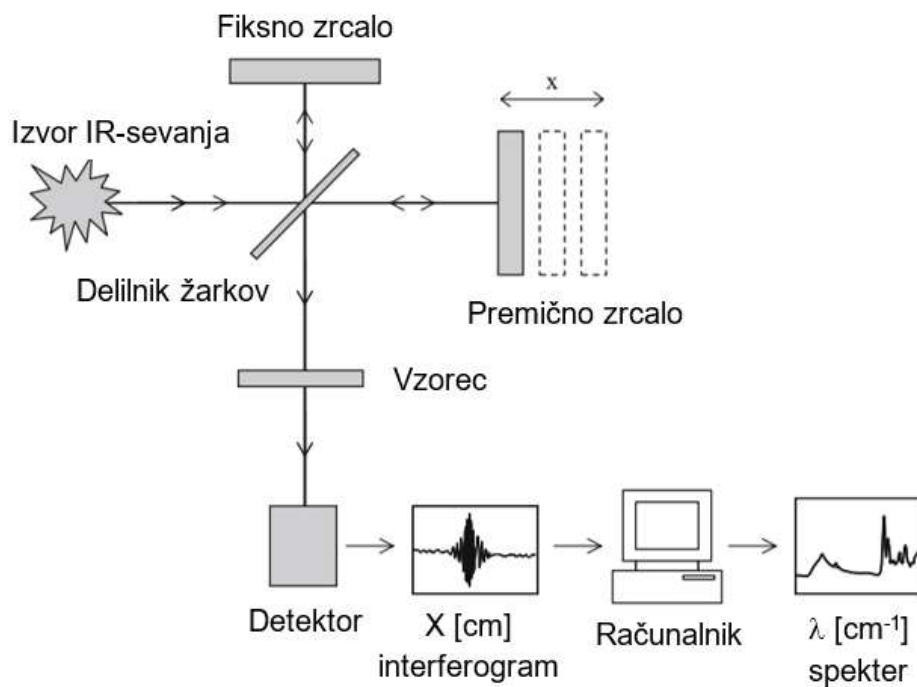
Termogravimetrična analiza (TGA) je metoda termične analize, pri kateri merimo spremembe mase vzorca v odvisnosti od višanja temperature (konstantna hitrost ogrevanja) ali pa odvisnosti od časa (pri konstantni temperaturi). TGA-analizator je sestavljen iz peči, tehtnice, temperaturnega regulatorja in sistema za zbiranje podatkov (slika 6). Masa vzorca se tehta, medtem ko vzorec segrevamo ali hladimo v pečici po vnaprej določenem programu. TGA je nizkocenovna destruktivna analizna tehnika, ki potrebuje majhne vzorce in omogoča kvantitativne in kvalitativne analize. Navadno se uporablja za določanje karakteristik materialov, ki izgubljajo ali pridobivajo maso zaradi razgradnje, oksidacije ali izgube hlapnih komponent (uparjanje, sublimacija, absorpcija, desorpcija ali kemisorpcija, desolvatacija (zlasti dehidracija)) in razgradnji. Področja, pri katerih uporabljamo TGA, so: karakterizacija materiala preko analize karakterističnih razpadov, raziskave degradacijskih mehanizmov in kinetike reakcije, določanje organskih komponent v vzorcu in določitev neorganskih komponent v vzorcu. V grafu TGA-analize na y-osi označujemo procent izgubljene mase, na x-osi pa označimo temperaturo ali čas [15,16].



Slika 6: Skica TGA [17]

2.6 FTIR-spektroskopija

Infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transformacijo je najpogostejša metoda infrardeče spektroskopije (slika 7). Vse vrste IR-spektroskopije delujejo na principu, da se med prehajanjem IR-sevanja skozi vzorec del sevanja absorbira. Sevanje, ki se ne absorbira, posnamemo. Pri IR-spektroskopiji kovalentne vezi v molekuli selektivno absorbirajo sevanje točno določene valovne dolžine, ki jim spremeni vibracijsko energijo v vezeh. Tip vibracije (raztegovanje ali zvijanje), ki jo povzroča IR-sevanje, je odvisen od atomov, ki tvorijo vezi. Ker različne vezi in funkcionalne skupine absorbirajo različne frekvence, se vrednost transmittance razlikuje med različnimi molekulami. Transmittanca je nasprotna absorbanci in predstavlja delež sevanja, ki je prešel vzorec, medtem ko absorbanca predstavlja delež sevanja, ki se je absorbiral. Speker se zapiše na graf, na katerem je na x-osi valovno število ($1/\text{valovna dolžina [cm}^{-1}\text{]}$), na y-osi pa se zapisuje transmittanca. Ker različne molekule s svojimi različnimi strukturami dajejo različne spektre, se spekter lahko uporabi za identifikacijo različnih snovi. FTIR je najbolj uporabljena metoda, saj v primerjavi z ostalimi IR-metodami ni destruktivna, je namreč veliko bolj natančna, občutljiva ter hitrejša od starejših metod. Te prednosti so posledica uporabe interferometra, ki je izvor IR-sevanja in dovoljuje višje hitrosti ter Fourierjeve transformacije. Fourierjeva transformacija je matematična funkcija, ki loči valove ter poda frekvenco valova, ki temelji na času. Izhodni signal interferometra ni IR-spekter, ki ga uporabljamo, temveč graf, znan kot interferogram. Fourierjeva transformacija spremeni interferogram v IR-spekter, ki ga uporabljamo za nadaljnjo analizo. FTIR-spektroskopijo uporabljamo pri organskih sintezah, v tehnologiji polimerov, petrokemiji, farmaciji in živilski industriji. Ima široko polje uporabe, od nadzorovanja procesov do identifikacije snovi ter določanja različnih komponent v mešanicah [18].



Slika 7: Shema FTIR-spektrometra [19]

3 EKSPERIMENTALNI DEL

3.1 Materiali

Uporabili smo naslednje materiale:

- Roto LLDPE LLU5644 (mleti LLDPE);
- HELIOS 701404 anhidrid maleinske kisline – briketi;
- Fisher scientific natrijev hidroksid S/4920/60;
- LabExpert klorovodikova kislina, KE00.0310.1000;
- LabExpert aceton.

3.2 Sinteza

Najprej smo pripravili dve mešanici LLDPE polietilena in malein anhidrida z masnimi koncentracijami 5 % in 7 % MA v 250 ml bučki z okroglim dnom. Na analizni tehtnici smo zatehtali 2,5 g oziroma 3,5 g malein anhidrida ter dodali LLDPE do skupne mase 50 g. Nato smo mešanici dodali toliko acetona, da je ta v acetonu plavala (polimer, ki je v prašni obliki, je vseboval tudi zrak, zato je na acetonu plaval). Mešanico smo postavili na rotavapor (slika 8) ter z vrtenjem bučke pri sobnem tlaku mešali eno uro. Aceton smo dodali zato, da je ta raztopil malein anhidrid. Nato smo na rotavapor priključili vodno črpalko ter s pomočjo vakuuma odparili aceton ter dobili homogeno mešanico polietilena in malein anhidrida.



Slika 8: Rotavapor

V steklene kozarčke s plastičnim pokrovčkom smo do vrha nasuli suho mešanico PE + MA. Nato smo kozarček zaprli, prebodli z injektorjem ter prepihovali z dušikom 15 minut (slika 9). Po 15 minutah smo kozarček dali v mikrovalovko Gorenje MO20S4BC (slika 10), le-to nastavili na najvišjo moč (700 W) ter nastavili čas obsevanja. Po koncu obsevanja smo lonček vzeli iz mikrovalovke ter počakali, da se ohladi. Na posamezen čas sevanja smo naredili dve paralelki.



Slika 9: Prepihanje vzorca z dušikom



Slika 10: Postavitev vzorca v mikrovalovki

3.3 Določanje stopnje graftiranja

Ko se je lonček z mešanico PE + MA ohladil, smo vsebino kvantitativno prenesli v erlenmajerico. Vsebino lončka smo sprali z acetonom, nato pa v erlenmajerico dodali še 50 ml destilirane vode. Pri spiranju smo porabili približno 50 ml acetona. Raztopino smo nato mešali z magnetnim mešalom 15 minut ter tako raztopili ves nezreagirani malein anhidrid (slika 11). Po mešanju smo raztopini dodali 10 kapljic fenolftaleina ter titrirali z 0,2 M raztopino NaOH do rožnate barve (slika 12). Iz porabljenega volumna smo lahko izračunali stopnjo graftiranja. Raztopino NaOH smo standardizirali z raztopino HCl.



Slika 11: Raztapljanje nezreagirane malein anhidrida



Slika 12: Titracija

Po titraciji smo raztopino prefiltrirali ter polietilen na filtrirnem papirju dobro sprali z destilirano vodo in acetonom. Nato smo polietilen posušili v sušilniku ter ga shranili za nadaljnje analize (slika 13).



Slika 13: Sušenje vzorcev v sušilniku

3.4 Diferenčna dinamična kalorimetrija

DSC-analizo smo izvajali tako, da smo najprej stehali 40 μl Al lonček, tehtnico starirali ter v lonček nasuli vzorec. Vzorec smo nato stehali ter maso zapisali v računalniški program. Lonček z vzorcem smo zaprli z aluminijastim pokrovčkom s tremi luknjami ter ga vstavili v Mettler Toledo DSC 2 (slika 14). Za analizo smo napisali nov program, kjer smo vzorec prepilovali z 20 ml N_2/min . Vzorec smo segrevali od 0 $^\circ\text{C}$ do 160 $^\circ\text{C}$ s hitrostjo segrevanja 10 K/min, ga eno minuto zadrževali pri 160 $^\circ\text{C}$, nato ohlajali nazaj na 0 $^\circ\text{C}$ s hitrostjo -10 K/min, ga zadrževali pri 0 $^\circ\text{C}$ 5 minut ter ga nato še enkrat segrevali s hitrostjo 10 K/min do 160 $^\circ\text{C}$. Po končani analizi smo graf karakterizirali.



Slika 14: Mettler Toledo DSC 2 [20]

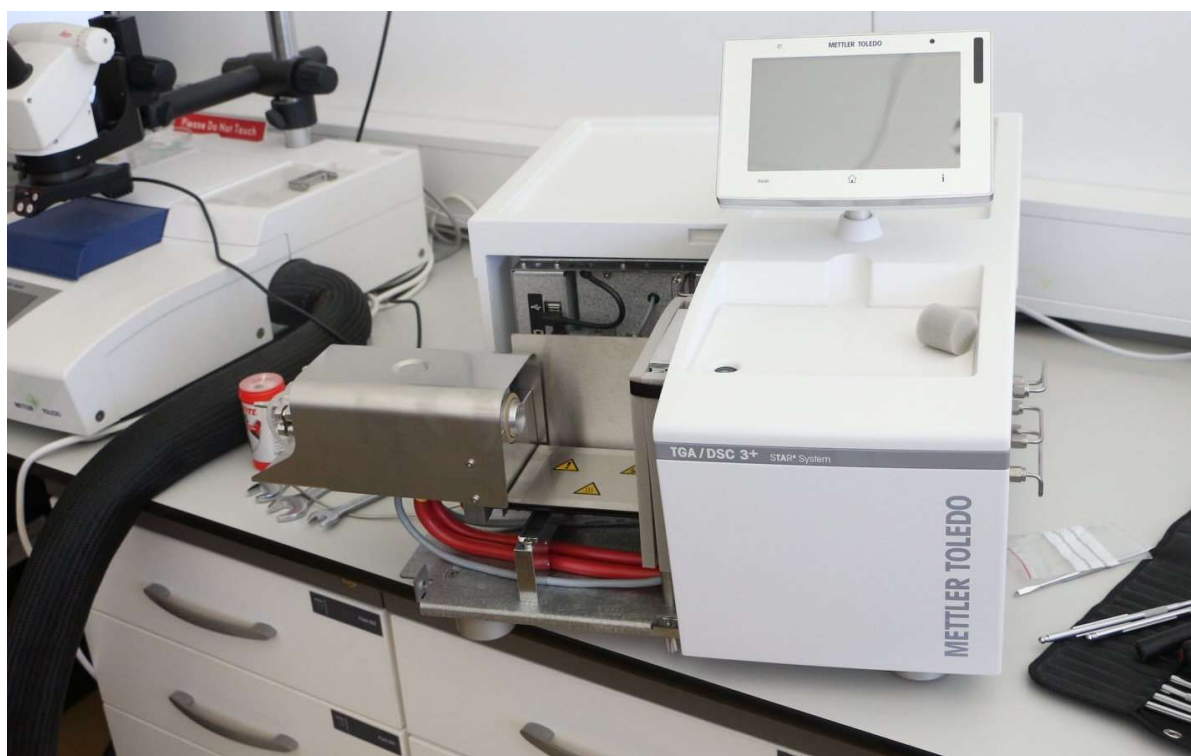
3.5 Oksidacijski indukcijski čas

OIT-analizo smo izvedli tako, da smo najprej zatehtali 40 μl Al lonček, tehtnico starirali ter v lonček dali naš vzorec. Vzorec smo predhodno stisnili na preši, tako da smo iz prahu dobili strukturo, podobno foliji. Vzorec smo nato stehali ter maso zapisali v računalniški program. Odprt lonček smo vstavili v Mettler Toledo DSC 2, ki smo mu predhodno zamenjali referenco z odprtim lončkom. Za OIT-analizo smo napisali program, pri katerem smo vzorec 5 minut zadrževali pri 25 $^\circ\text{C}$ ter ga prepilovali s 50

ml N₂/min. Nato smo vzorec segreli do 190 °C s hitrostjo 20 K/min. Pri 190 °C smo vzorec zadrževali tri minute, nato pa smo zamenjali atmosfero, tj. iz dušika v kisik. V kisikovi atmosferi (50 ml O₂/min) pri 190 °C smo vzorec zadrževali 30 minut. Po končani analizi smo graf okarakterizirali.

3.6 Termogravimetrična analiza

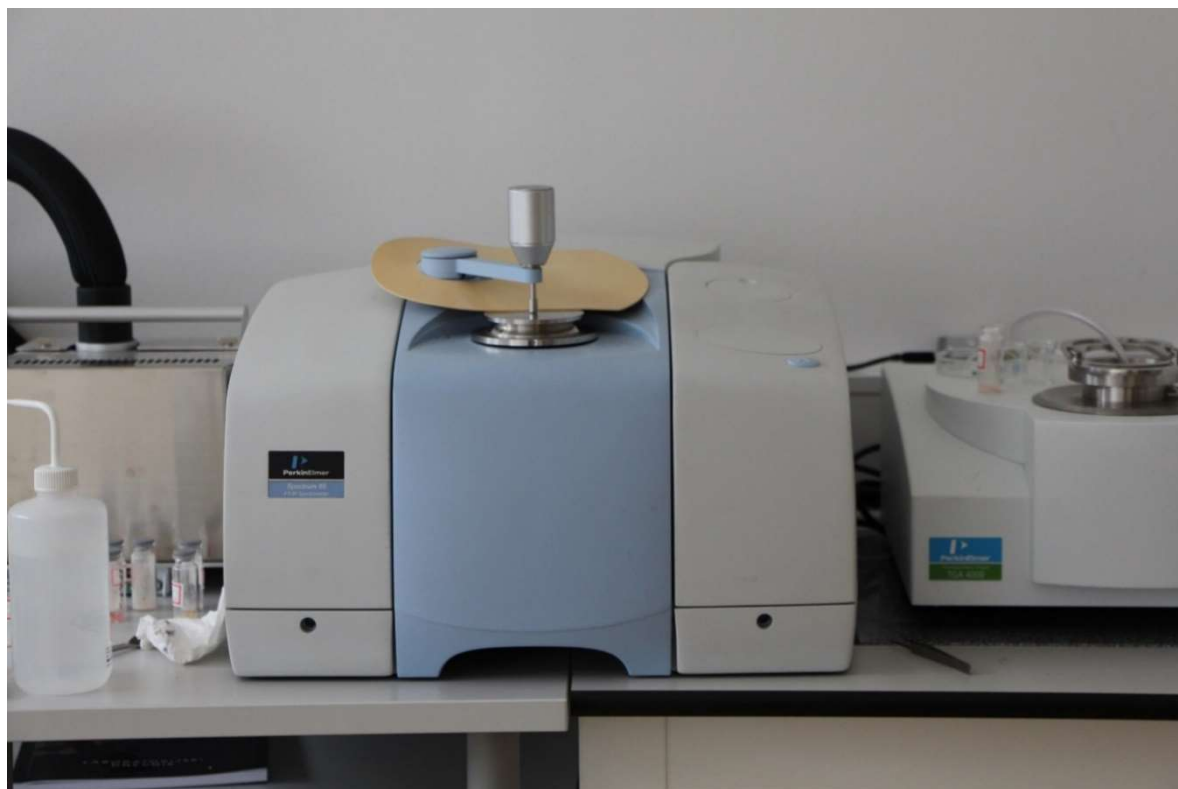
TGA-analizo smo izvedli tako, da smo najprej zatehtali 40 µl Al lonček ter TGA-tehtnico starirali. Nato smo dodali vzorec ter v računalniškem programu označili možnost prve izmerjene vrednosti teže. Vzorec smo najprej zadrževali eno minuto pri 25 °C, nato pa ga segrevali do 550 °C s hitrostjo 10 K/min. Pri obeh segmentih smo vzorec prepilhovali z 20 ml N₂/min. Ko smo dosegli 550 °C, smo zamenjali dušik s kisikom, in sicer 20 ml O₂/min, ter vzorec zadrževali pri 550 °C še 10 min. Po opravljeni analizi smo dobljeni graf okarakterizirali. Analizo smo izvajali na Mettler Toledo TGA/DSC 3+ (slika 15).



Slika 15: Mettler Toledo TGA/DSC 3+ [20]

3.7 FTIR-spektroskopija

Pri snemanju FTIR-spektra smo pred začetkom dela IR-senzor očistili z etanolom ter posneli ozadje. Nato smo na senzor nasuli vzorec, ga stisnili ob senzor ter posneli spekter. Spekter smo nato normalizirali ter si zabeležili glavne vrhove. Za FTIR-analizo smo uporabili Perkin Elmer Spectrum 65 (slika 16).

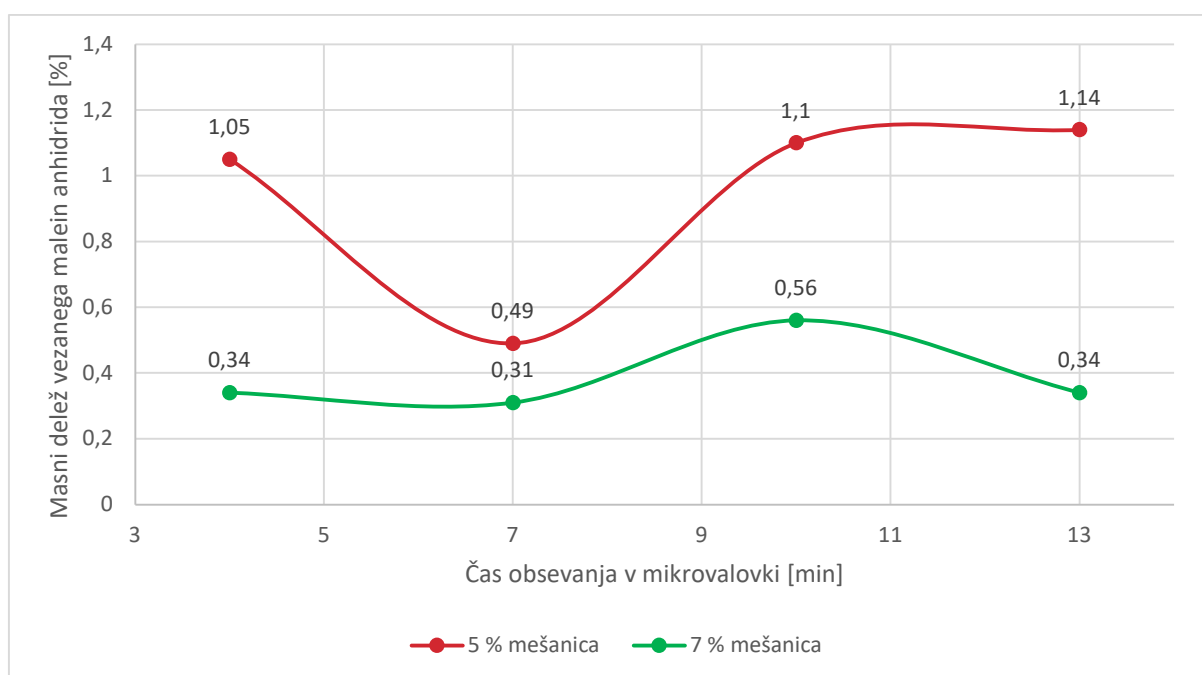


Slika 16: Perkin Elmer Spectrum 65 [20]

4 REZULTATI IN DISKUSIJA

4.1 Stopnja grafitiranja

Slika 17 prikazuje graf z rezultati stopnje grafitiranja. Pri določevanju stopnje grafitiranja smo pri 5 % mešanici dobili precej podobne rezultate ne glede na čas obsevanja, z izjemo 7 minut, kjer je bil delež grafitiranega malein anhidrida 50 % nižji. Tudi pri 7 % mešanici čas sevanja ni veliko vplival na stopnjo grafitiranja, le pri 10 minutah je bil rezultat nekoliko boljši. Pri primerjavi 5 % in 7 % mešanice vidimo, da 5 % mešanica da veliko boljšo stopnjo grafitiranja kot 7 % mešanica.



Slika 17: Stopnja grafitiranja v odvisnosti od časa sevanja

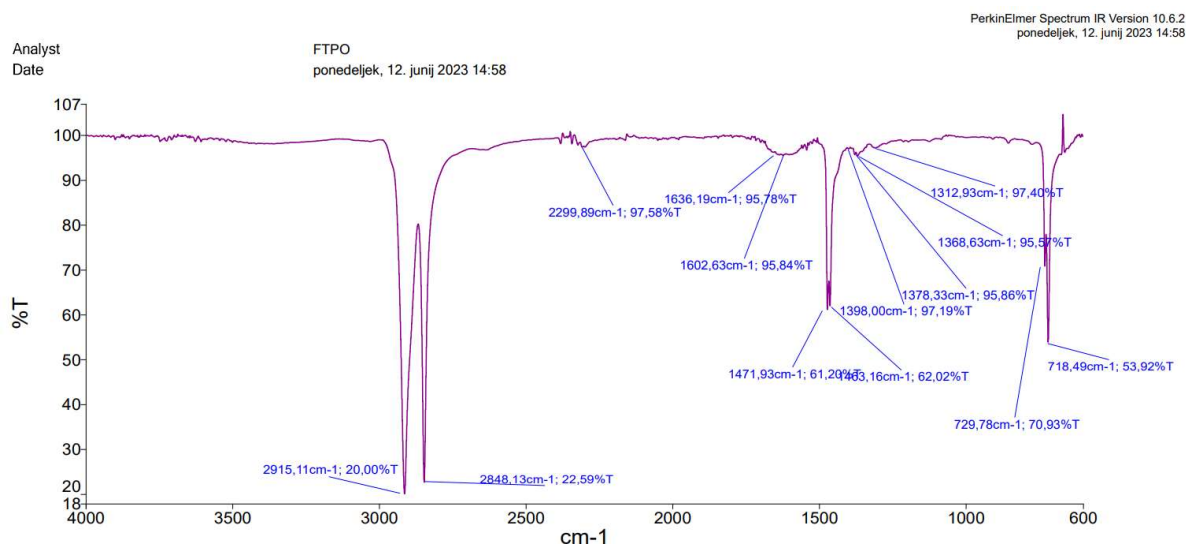
Ker na IR-spektrih nismo opazili prisotnosti malein anhidrida v vzorcih, je možno, da smo dobili takšne rezultate zaradi uhajanja malein anhidrida iz steklenega kozarčka med obsevanjem, saj je malein anhidrid prešel v plin ter bi lahko teoretično ušel skozi luknjico v pokrovčku.

4.2 Infrardeča spektroskopija

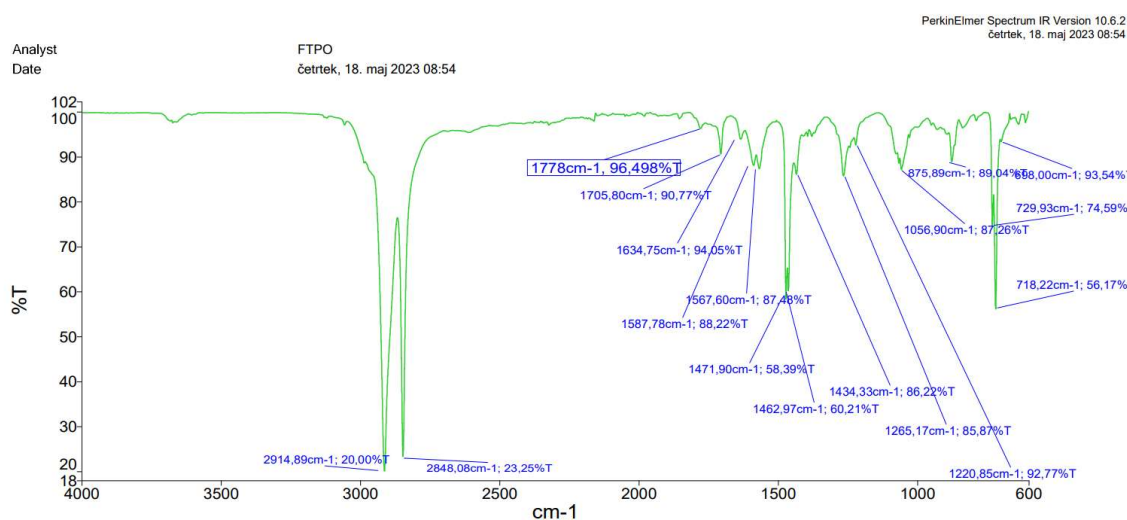
Na FTIR-spektrometru smo najprej posneli spekter čistega polietilena (slika 18) ter njegovih mešanic z malein anhidridom (slika 19). Pri mešanici smo opazili vrhova pri valovnih dolžinah 718 in 730 cm^{-1} , ki jih povzročata zvijanje vezi C–H. Vrh pri valovni dolžini 876 cm^{-1} nam kaže prisotnost C=C vezi, ki se pri tej valovni dolžini zvija. Vrh pri 1057 cm^{-1} povzročata raztezanje anhidridne vezi CO–O–CO, vrha 1221 cm^{-1} in 1265 cm^{-1} pa raztezanje vezi C–O. Vrhove pri valovnih dolžinah 1434, 1463 in 1472 cm^{-1} povzročata zvijanje vezi C–H. Raztezanje vezi C=C se dogaja pri valovnih dolžinah 1568, 1588 in 1635 cm^{-1} , raztezanje vezi C=O pa poteka pri valovnih dolžinah 1706 in

1778 cm^{-1} . Prisotnost malein anhidrida lahko potrdimo s prisotnostjo vezi C=C, C=O in CO–O–CO. Pri spektru čistega LLDPE teh vrhov ne opazimo, saj LLDPE teh vezi ne vsebuje. Opazimo lahko le vrhove, ki jih povzroča vez C–H.

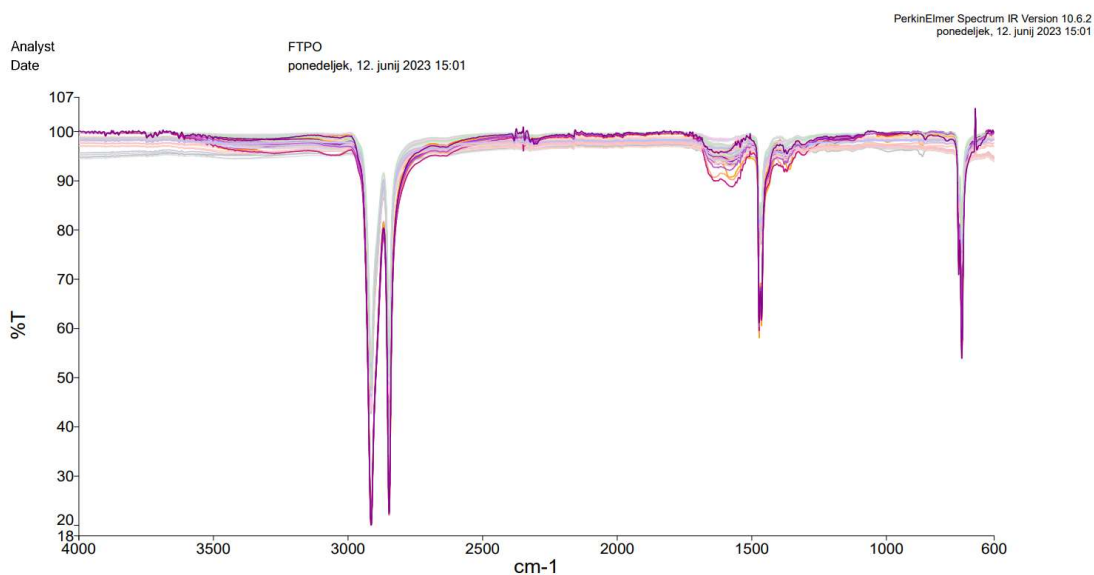
Pri snemanju spektrov naših vzorcev vrhov, značilnih za malein anhidrid, nismo opazili (slika 20). Posledica tega je lahko premajhna koncentracija vezanega malein anhidrida v vzorcu ali pa bolj verjetno dokaz, da sama reakcija grafitiranja ni potekla ter da vzorec zato ne vsebuje malein anhidrida.



Slika 18: IR-spekter LLDPE



Slika 19: IR-spekter 7 % mešanice



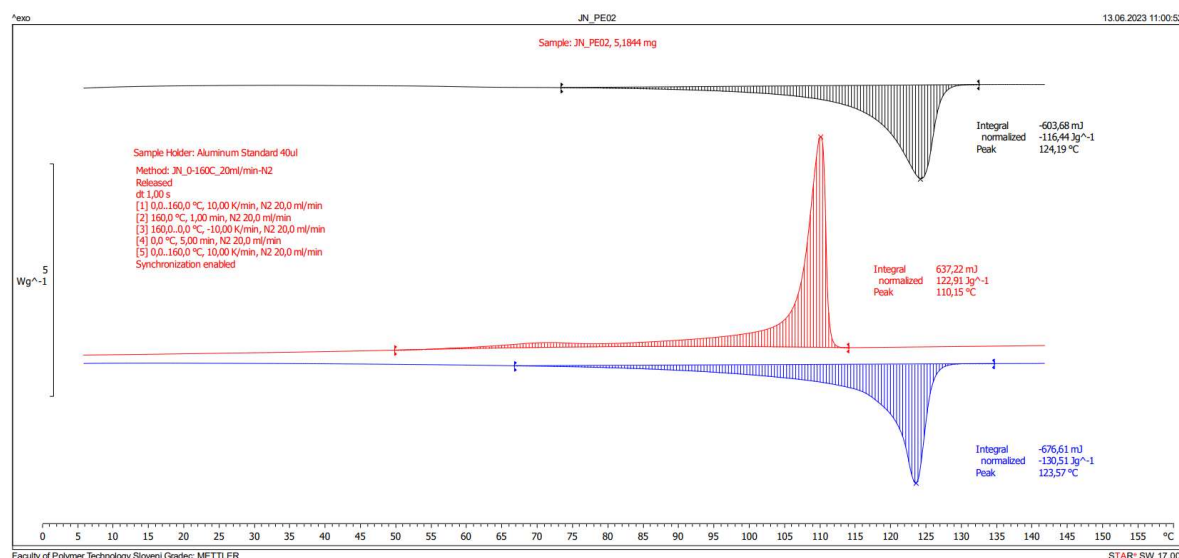
Slika 20: IR-spektri vseh vzorcev

4.3 Diferenčna dinamična kalorimetrija

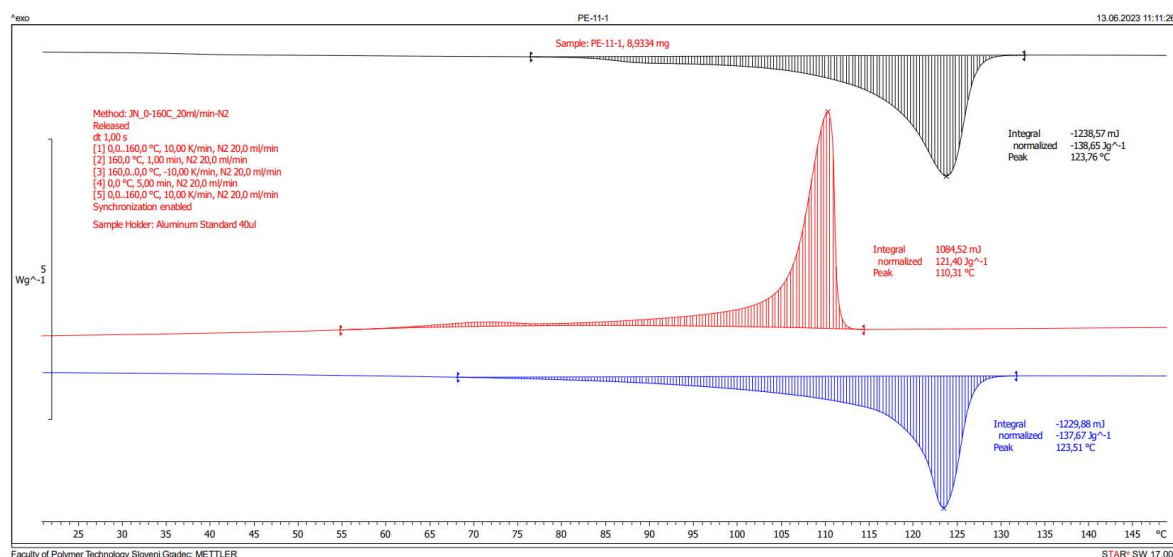
Pri DSC-analizi smo pomerili dve paralelki vzorca, ki je bil pripravljen iz 5 % mešanice ter je bil obsevan 13 minut, in dve paralelki vzorca čistega polietilena. Na ostalih vzorcih, ki smo jih pripravili, nismo opravili DSC-analize, saj smo po izmerjenih FTIR-spektrih zaključili, da se vzorci med seboj ne razlikujejo. Pri analizi smo vzorec dvakrat segrevali od 0 °C do 160 °C s hitrostjo 10 K/min. Razlik med temperaturo tališča in temperaturo kristalizacije skoraj ni bilo, kar nas ne preseneča, saj najverjetneje reakcija grafitiranja ni potekla. Rezultati so podani v tabeli 2, grafi pa so prikazani na slikah 21 in 22.

Tabela 2: Rezultati DSC-analize

Vzorec	Temperatura tališča [°C]	Temperatura kristalizacije [°C]	Entalpija taljenja [J/g]	Entalpija kristalizacije [J/g]
LLDPE	123,6	110,2	130,51	-122,91
LLDPE-g-MA	123,6	110,1	137,67	-121,40



Slika 21: DSC-graf LLDPE



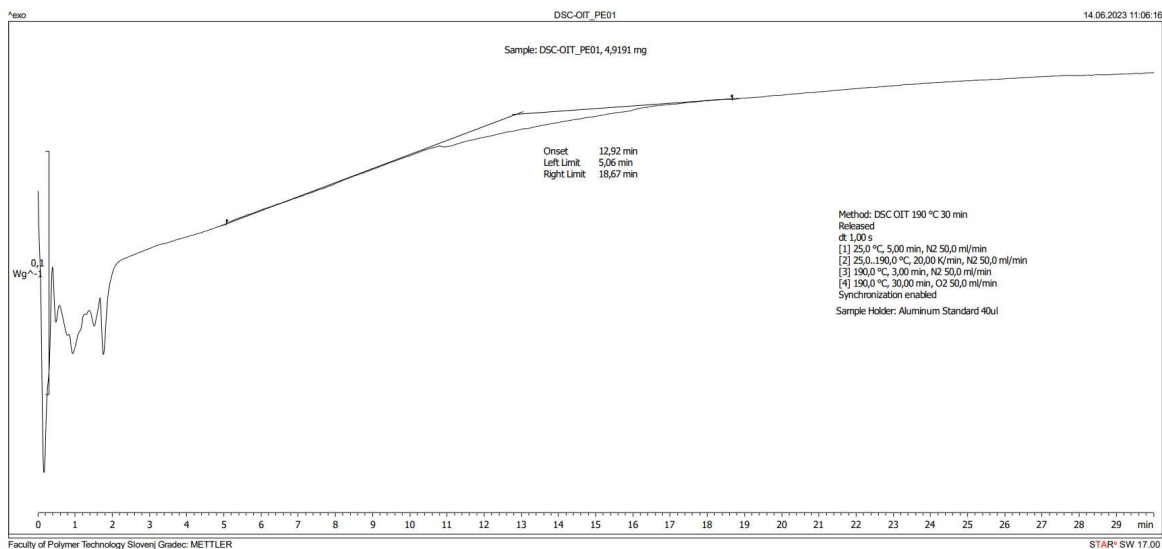
Slika 22: DSC-graf LLDPE-g-MA

4.4 Oksidacijski indukcijski čas

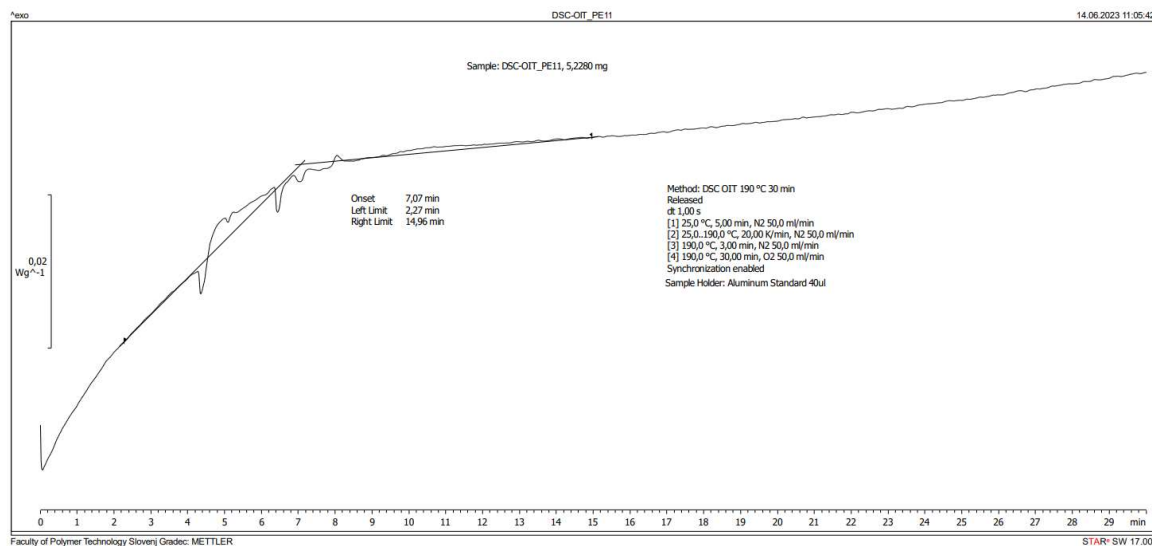
Pri meritvi oksidacijskega indukcijskega časa smo ugotovili, da neobdelan polietilen v kisikovi atmosferi zdrži dlje kot LLDPE-g-MA. Signal pri meritvi je bil sicer nenavaden, saj smo pričakovali vodoravno črto, a je meritev ni dala pri nobenem vzorcu. Vodoravna črta naj bi bila na začetku grafa, ki se začne pri preklopu na kisikovo atmosfero. Črta bi bila vodoravna zato, ker vzorec ne bi reagiral s kisikom. Po določenem času bi moral signal začeti naraščati, saj bi vzorec začel reagirati s kisikom v atmosferi ter tako oddajati energijo. Ker tega pri naših meritvah nismo zaznali, smo za mejo OIT uporabili spremembo višanja eksotermnega signala. Rezultati OIT analize so podani v tabeli 3, grafa pa sta prikazana na slikah 23 in 24.

Tabela 3: Rezultati OIT-analize

Vzorec	OIT [min]
LLDPE	12,92
LLDPE-g-MA	7,07



Slika 23: OIT-meritev vzorca LLDPE

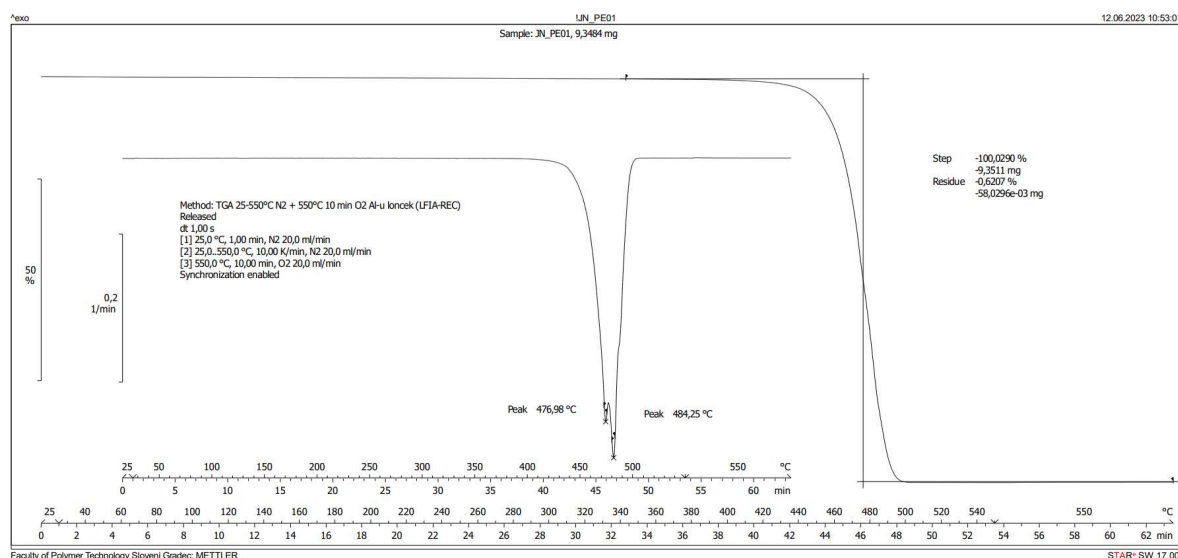


Slika 24: OIT-meritev vzorca LLDPE-g-MA

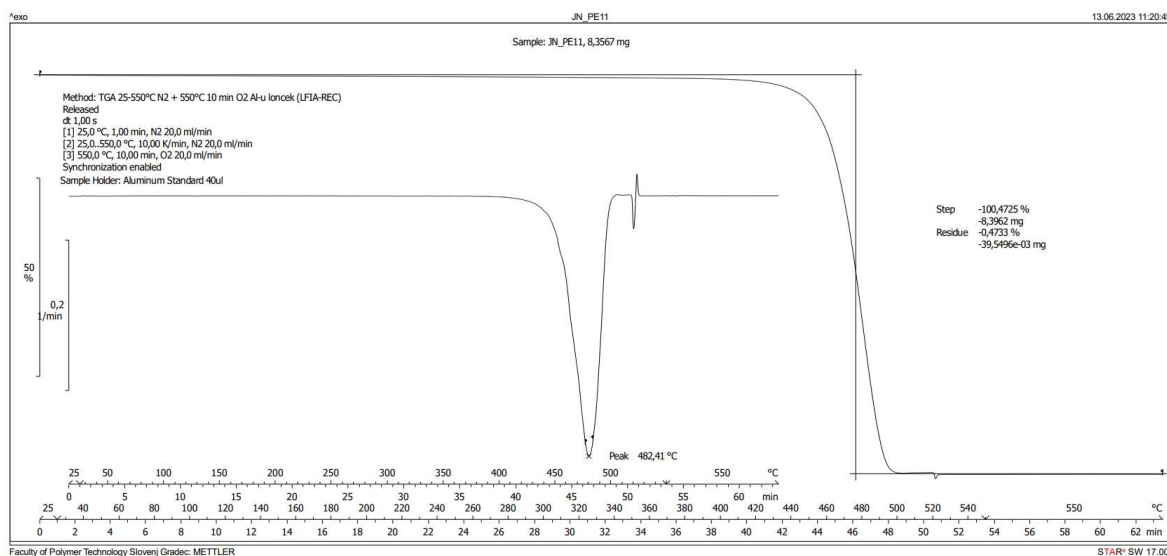
4.5 Termogravimetrična analiza

Pri TGA-analizi nam je LLDPE najhitreje razpadal pri dveh temperaturah (slika 25), in sicer pri 477 °C in 484 °C, medtem ko je LLDPE-g-MA (slika 26) najhitreje razpadal pri 482 °C. LLDPE je začel razpadati pri temperaturi okoli 400 °C ter dokončno

razpadel pri temperaturi okoli 500 °C. LLDPE-g-MA ima zaradi odparevanja MA nekoliko drugačen termogram, saj postopoma izgublja maso že pri nekoliko nižji temperaturi. Začetek razpada je zato nekoliko težje določiti, vendar lahko s precejšnjo gotovostjo trdimo, da je polimer začel razpadati pri temperaturi okoli 400 °C ter dokončno razpadel pri temperaturi okoli 500 °C. Oba vzorca sta 100 % razpadla.



Slika 25: TGA-graf za LLDPE



Slika 26: TGA-graf za LLDPE-g-MA

5 SKLEP

V diplomskem delu smo želeli ugotoviti, ali lahko zamrežimo malein anhidrid na linearni polietilen nizke gostote le s pomočjo mikrovalovnih žarkov brez uporabe iniciatorja. Pripravili smo dve različni mešanici, ki sta vsebovali 5 % oziroma 7 % malein anhidrida. Da smo zagotovili homogeno razporeditev malein anhidrida v mešanici, smo ga raztopili v acetonu ter aceton nato odparili ob konstantnem mešanju mešanice. Vzorce smo pripravili v manjših steklenih kozarčkih, ki smo jih pred obsevanjem preprihovali z dušikom, tako da smo se izognili morebitni kasnejši oksidaciji polietilena ali malein anhidrida. Vzorce smo po preprihovanju posamezno postavili v mikrovalovko ter jih obsevali za določen čas. Pri istih parametrih smo naredili dve paralelki. Pri določanju stopnje graftiranja smo pri paralelkah, ki so bile narejene pri enakih pogojih, dobivali različne rezultate. Po opravljenem IR-spektru nismo v vzorcih opazili nobenega vrha, ki bi bil značilen za malein anhidrid. Zaradi odsotnosti vrhov predvidevamo, da reakcija med malein anhidridom ter LLDPE ne poteče. Ena od alternativnih možnosti je sicer ta, da je bila koncentracija graftiranega malein anhidrida v vzorcih premajhna za zaznavo, a je bolj verjetna prva možnost. Rezultate titracij, s katerimi smo določali stopnjo graftiranja, lahko pojasnimo z manjšim uhajanjem malein anhidrida skozi luknjico v pokrovčku kozarčka med obsevanjem, saj se je malein anhidrid uparil ter bi lahko zaradi višjega tlaka v kozarčku, ki je bil posledica segrevanja, deloma ušel iz kozarčka. To izgubo bi nato lahko napačno interpretirali kot delež malein anhidrida, ki se je vezal na polietilensko verigo. Uhajanje malein anhidrida med reakcijo bi lahko tudi razložilo različne rezultate titracij pri vzorcih, pripravljenih pri istih pogojih, saj bi malein anhidrid uhajal z različnimi hitrostmi pri različnih vzorcih. Če bi želeli preprečiti uhajanje, bi potrebovali steklene kozarčke, ki bi zdržali povišan pritisk v notranjosti kozarčka, ki bi bil posledica segrevanja njegove vsebine. Dodatna možnost za razlike med paralelkami bi lahko bila tudi slaba homogenost mešanice. Razlike med temperaturami tališča, kristalizacije in termične degradacije so bile za čisti LLDPE in LLDPE-g-MA zanemarljive. Pri oksidacijskem indukcijskem času je LLDPE-g-MA imel za 45 % krajši čas od čistega LLDPE.

Za neuspešen potek reakcije je najverjetneje krivih več stvari; možno je, da malein anhidrid ni bil dovolj v stiku s polietilenom, saj smo mešanico v kozarček le nasuli. V primeru, da bi prah sprešali, bi se pojavil problem pri preprihovanju vzorca z dušikom, saj bi v vzorcu ostal kisik, ki bi lahko oksidiral z vzorcem. V literaturi je sicer predstavljeno, da lahko malein anhidrid pri obsevanju z mikrovalovi tvori proste radikale, ki bi se načeloma morali vezati na polietilensko verigo. Opisana je tudi tvorba radikalov pri malein anhidridu ob prisotnosti metilnih skupin, ki pa jih LLDPE vsebuje manj kot polipropilen, ki je bil uporabljen v tistem primeru. Segrevanje z mikrovalovi je sicer potekalo po pričakovanjih, saj se je malein anhidrid segrel, medtem ko je polietilen ostal v prašni obliki. Če bi podaljšali čas sevanja ter tako poskusili graftirati malein anhidrid, bi najverjetneje povzročili taljenje polietilena in poslabšanje njegovih lastnosti zaradi termične degradacije. Proces bi postal tudi bolj energijsko potraten. Pri

višjih koncentracijah malein anhidrida bi najverjetneje prišlo do podobnega problema s previsoko temperaturo vzorca med reakcijo.

Glavnega cilja diplomskega dela tako nismo dosegli, saj nismo uspeli grafitirati malein anhidrida na polietilen v trdnem stanju. Hipotezo, pri kateri smo predpostavljali, da lahko zamrežimo malein anhidrid na polietilensko verigo brez uporabe iniciatorja, smo ovrgli, saj nismo mogli dokazati vsebnosti malein anhidrida v vzorcih. Drugo hipotezo, pri kateri smo pričakovali, da se bo stopnja grafitiranja zvišala z daljšim časom obsevanja in večjo koncentracijo malein anhidrida, smo tudi ovrgli, saj reakcija ni potekla pri nobeni od uporabljenih koncentracij in uporabljenih časov.

SEZNAM LITERATURE IN VIROV

- [1] Z. Yao, H.J. Seong, Y.S. Jang, Environmental toxicity and decomposition of polyethylene, *Ecotoxicol Environ Saf.* 242 (2022). <https://doi.org/10.1016/J.ECOENV.2022.113933>.
- [2] M.M. Coleman, P.C. Painter, Fourier Transform Infrared Spectroscopy: Probing the Structure of Multicomponent Polymer Blends, <Http://Dx.Doi.Org/10.1080/05704928408060422>. 20 (2006) 255–346. <https://doi.org/10.1080/05704928408060422>.
- [3] Solid-Phase Grafting of Maleic Anhydride onto Polyethylene, (2000). https://www.researchgate.net/publication/290940747_Solid-Phase_Grafting_of_Maleic_Anhydride_onto_Polyethylene (accessed January 22, 2023).
- [4] J.R. Araújo, M.R. Vallim, M.A.S. Spinacé, M.A. De Paoli, Use of postconsumer polyethylene in blends with polyamide 6: Effects of the extrusion method and the compatibilizer, *J Appl Polym Sci.* 110 (2008) 1310–1317. <https://doi.org/10.1002/APP.28441>.
- [5] US4950541A - Maleic anhydride grafts of olefin polymers - Google Patents, (1988). <https://patents.google.com/patent/US4950541A/en> (accessed January 22, 2023).
- [6] I. Rahayu, A. Zainuddin, Y.T. Malik, S. Hendrana, Maleic anhydride grafted onto high density polyethylene with an enhanced grafting degree via monomer microencapsulation, *Heliyon.* 6 (2020). <https://doi.org/10.1016/J.HELIYON.2020.E03742>.
- [7] S. Wang, X. Zhang, C. Jiang, H. Jiang, Y. Tang, J. Li, M. Ren, J. Qiao, Polymer Solid-Phase Grafting at Temperature Higher than the Polymer Melting Point through Selective Heating, *Macromolecules.* 52 (2019) 3222–3230. <https://doi.org/10.1021/ACS.MACROMOL.8B02737>.
- [8] O.M. Basmage, M.S.J. Hashmi, Plastic Products in Hospitals and Healthcare Systems, *Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials.* (2020) 648–657. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.11303-7>.
- [9] O. Agboola, R. Sadiku, T. Mokrani, I. Amer, O. Imoru, Polyolefins and the environment, *Polyolefin Fibres: Structure, Properties and Industrial Applications: Second Edition.* (2017) 89–133. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101132-4.00004-7>.
- [10] A. Mengual, D. Juárez, R. Balart, S. Ferrándiz, PE-g-MA, PP-g-MA and SEBS-g-MA compatibilizers used in material blends, *Procedia Manuf.* 13 (2017) 321–326. <https://doi.org/10.1016/J.PROMFG.2017.09.083>.

- [11] J.D. Peterson, S. Vyazovkin, C.A. Wight, Kinetics of the Thermal and Thermo-Oxidative Degradation of Polystyrene, Polyethylene and Poly(propylene), *Macromol. Chem. Phys.* 202 (2001) 775–784.
- [12] H. Goel, K. Saini, K. Razdan, R.K. Khurana, K.K. Singh, A.A. Elkordy, In vitro physicochemical characterization of nanocarriers: a road to optimization, *Nanoparticle Therapeutics: Production Technologies, Types of Nanoparticles, and Regulatory Aspects.* (2022) 133–179. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-820757-4.00018-1>.
- [13] M. Schmid, A. Ritter, S. Affolter, Determination of oxidation induction time and temperature by DSC: Results of round robin tests, *J Therm Anal Calorim.* 83 (2006) 367–371. <https://doi.org/10.1007/S10973-005-7142-5>.
- [14] N. Mehta, Characterization techniques for the study of thermally activated phase transitions and determination of thermophysical/kinetic properties, *Advanced Analytic and Control Techniques for Thermal Systems with Heat Exchangers.* (2020) 149–166. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819422-5.00005-0>.
- [15] M. Nasrollahzadeh, M. Atarod, M. Sajjadi, S.M. Sajadi, Z. Issaabadi, Plant-Mediated Green Synthesis of Nanostructures: Mechanisms, Characterization, and Applications, *Interface Science and Technology.* 28 (2019) 199–322. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813586-0.00006-7>.
- [16] B.T. Tomoda, P.H. Yassue-Cordeiro, J.V. Ernesto, P.S. Lopes, L.O. Péres, C.F. da Silva, M.A. de Moraes, Characterization of biopolymer membranes and films: Physicochemical, mechanical, barrier, and biological properties, *Biopolymer Membranes and Films: Health, Food, Environment, and Energy Applications.* (2020) 67–95. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818134-8.00003-1>.
- [17] Chapter 3: Types of Thermogravimetric Analyzers (TGA): SHIMADZU (Shimadzu Corporation), (2023). https://www.shimadzu.com/an/service-support/technical-support/analysis-basics/fundament_thermal/3/index.html (accessed March 30, 2023).
- [18] What is FTIR Spectroscopy?, (2023). <https://www.sigmaaldrich.com/SI/en/technical-documents/technical-article/analytical-chemistry/photometry-and-reflectometry/ftir-spectroscopy> (accessed April 4, 2023).
- [19] J.J. Ojeda, M. Dittrich, Fourier transform infrared spectroscopy for molecular analysis of microbial cells, *Methods in Molecular Biology.* 881 (2012) 187–211. https://doi.org/10.1007/978-1-61779-827-6_8.
- [20] Raziskovalna oprema | FTPO - Fakulteta za tehnologijo polimerov, (2023). <https://www.ftpo.eu/Raziskovalna-dejavnost/Raziskovalna-oprema> (accessed June 28, 2023).

SEZNAM SLIK

Slika 1: Razvejanost različnih tipov polietilena [8]	3
Slika 2: Struktura PE-g-MA [10]	4
Slika 3: Potek reakcije grafitiranja malein anhidrida na polietilen [4]	5
Slika 4: Mehanizem degradacije PE [11]	6
Slika 5: DSC s toplotnim tokom (levo) in DSC s kompenzacijo toplotne moči (desno) [14]	7
Slika 6: Skica TGA [17]	8
Slika 7: Shema FTIR-spektrometra [19]	9
Slika 8: Rotavapor	10
Slika 9: Prepihanje vzorca z dušikom	11
Slika 10: Postavitev vzorca v mikrovalovki	12
Slika 11: Raztapljanje nezreagiranega malein anhidrida	13
Slika 12: Titracija	14
Slika 13: Sušenje vzorcev v sušilniku	14
Slika 14: Mettler Toledo DSC 2 [20]	15
Slika 15: Mettler Toledo TGA/DSC 3+ [20]	16
Slika 16: Perkin Elmer Spectrum 65 [20]	17
Slika 17: Stopnja grafitiranja v odvisnosti od časa sevanja	18
Slika 18: IR-spekter LLDPE	19
Slika 19: IR-spekter 7 % mešanice	19
Slika 20: IR-spektri vseh vzorcev	20
Slika 21: DSC-graf LLDPE	21
Slika 22: DSC-graf LLDPE-g-MA	21
Slika 23: OIT-meritev vzorca LLDPE	22
Slika 24: OIT-meritev vzorca LLDPE-g-MA	22
Slika 25: TGA-graf za LLDPE	23
Slika 26: TGA-graf za LLDPE-g-MA	23

SEZNAM TABEL

Tabela 1: Lastnosti PE-g-MA	4
Tabela 2: Rezultati DSC-analize	20
Tabela 3: Rezultati OIT-analize	22

SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV

c - množinska koncentracija [mol/L]

m - masa [g]

GD - stopnja graftiranja [%]

V - volumen [L]

M - molska masa [g/mol]

SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC

MA - malein anhidrid

LLDPE - linearni polietilen nizke gostote

LDPE - polietilen nizke gostote

HDPE - polietilen visoke gostote

PE - polietilen

PP - polipropilen

PET - polietilen tereftalat

PU - poliuretan

PVC - polivinil klorid

PS - polistiren

PE-g-MA - polietilen graftiran z malein anhidridom

LLDPE-g-MA - linearni polietilen nizke gostote graftiran z malein anhidridom

TGA - termogravimetrična analiza

DSC - diferenčna dinamična kalorimetrija

FTIR - infrardeča spektroskopija s Fourierjevo transformacijo

OIT - oksidacijski indukcijski čas