

Katedra za polimerno inženirstvo,
organsko kemijsko tehnologijo
in materiale

UL FKKT, Oddelek za kemijsko tehnologijo

Osebjje katedre

Mentorji pri diplomskih delih:

- prof. dr. Matjaž Krajnc
- izr. prof. dr. Urška Šebenik, predstojnica katedre
- doc. dr. Aleš Podgornik
- doc. dr. Jernej Kajtna, zunanji sodelavec
- doc. dr. Blaž Likozar, zunanji sodelavec

Asistent: dr. Branko Alič

Mladi raziskovalci:

- Aleš Ručigaj
- Rok Ambrožič
- Natalija Pokeržnik

Tehnični sodelavec: Janez Malovrh

Študijski programi na 1. bolonjski stopnji

- Univerzitetni študijski program Kemijsko inženirstvo
- Visokošolski študijski program Kemijska tehnologija

Raziskovalna dejavnost

Študij transportnih pojavov v heterogenih reakcijsko-difuzijskih sistemih, ki vključuje matematično-fizikalni zapis procesov na različnih nivojih opazovanja od molekularnega do makroskopskega ter razvoj produktov za aplikacije, ki zahtevajo podrobno poznavanje kompleksnih transportnih mehanizmov.

**Polimerizacije in polimerni materiali / Biološki sistemi /
Organski produkti**

**Kemijska reakcijska kinetika / Transportni pojavi /
Separacijski procesi / Matematično modeliranje procesov
in produktov**

- Razvoj procesov in matematično modeliranje kinetike polimerizacij, drugih organskih reakcij ter biotehnoloških procesov
- Načrtovanje, določanje in modeliranje mehanskih lastnosti polimernih materialov ter njihovih kompozitov in nanokompozitov
- Polimeri iz obnovljivih virov
- Raziskave na področju heterogenih polimerizacijskih sistemov: emulzijska polimerizacija po radikalskem in anionskem mehanizmu, suspenzijska polimerizacija
- Sinteza in karakterizacija ter optimizacija sinteze, zamreženja in lastnosti duromerov in njihovih kompozitov na osnovi sintetičnih in naravnih smol
- Sinteza, karakterizacija in optimizacija procesa sinteze na pritisk občutljivih lepil: mikrosferna lepila, UV zamrežljiva lepila, nanokompozitna lepila

- Sinteza in karakterizacija polimernih nanokompozitov
- Funkcionalizacija, vulkanizacija in karakterizacija gumenih zmesi
- Inkapsulacija s polimernimi materiali
- Priprava polimernih materialov z visoko odprto poroznostjo
- Separacijski procesi na osnovi polimernih materialov
- Polimerni materiali kot nosilci za rast in dostavni sistemi
- Razvoj biotehnoloških procesov
- Študij adsorpcijskih pojavov
- Študij kristalizacije
-

Eksperimentalno delo v laboratoriju / Teoretične raziskave

Večja raziskovalna oprema

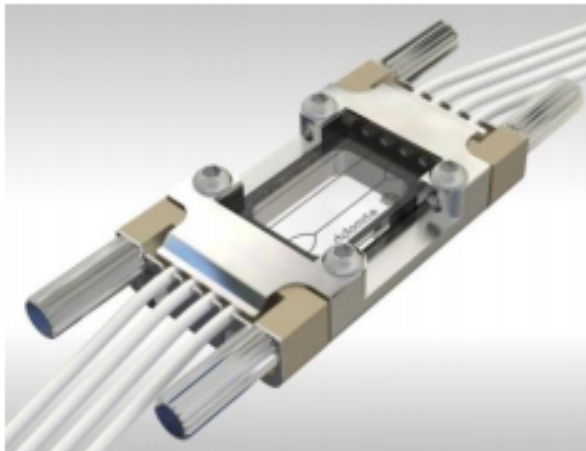
- Mettler Toledo DMA 861e
- Mettler Toledo DSC 1
- Mettler Toledo ReactIR iC10
- Mettler Toledo LabMax Automatic Lab Reactor
- GC System 7890A Agilent Technologies
- Perkin Elmer FTIR Spectrum 1000
- Brabender Plastograph EC "PLUS"
- Reometer Anton Paar Physica MCR301
- 3D-DLS Research Lab
- Vrstični elektronski mikroskop na poljsko emisijo Zeiss ULTRA plus
- Bruker Avance III 500 MHz NMR spektrometer
- Bruker DPX 300 NMR spektrometer
- Microtrac S 3500 Laser Particle Size Analyzer
- HPLC, Knauer

Tema diplomskega dela ?

VPLIV ZAVOJEV V MIKROREAKTORJU NA SEKUNDARNO POMEŠANJE ZNOTRAJ MIKROKANALA

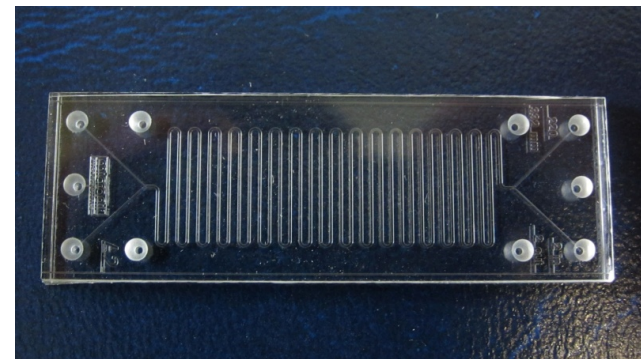
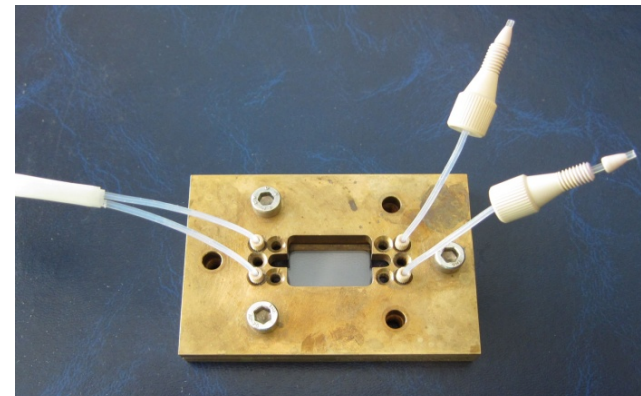
MIKROREAKTOR Z RAVNIM KANALOM

- določila difuzivnosti TBABr v 4 uporabljenih topilih (DCM, THF, voda in 2-propanol) z modelom in korelacijami
- preučila vpliv temperature na difuzivnost TBABr



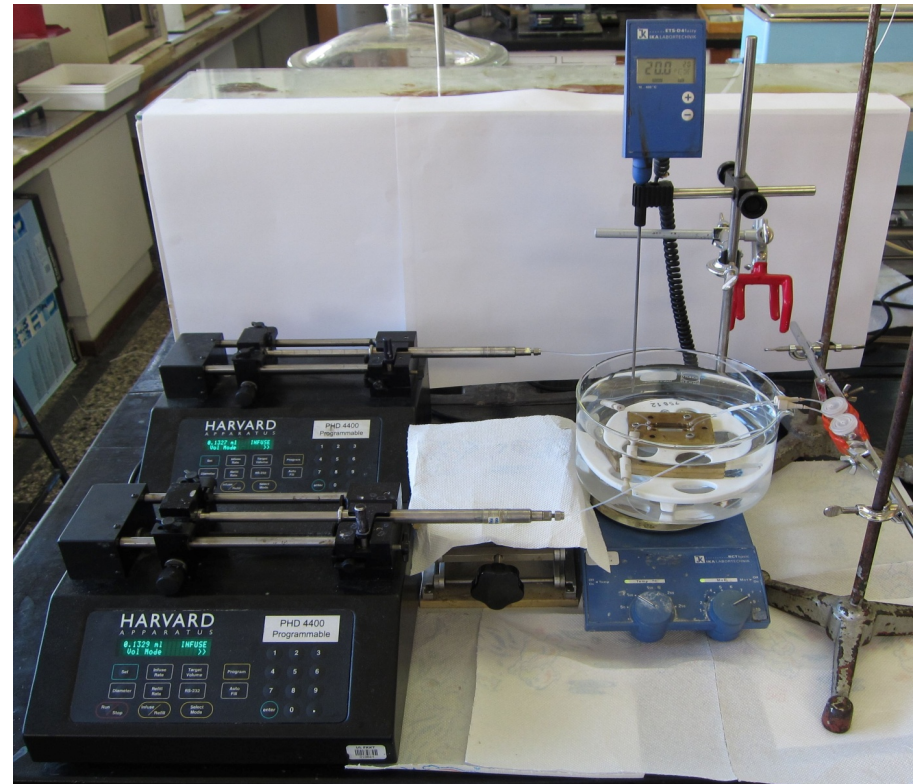
MIKROREAKTOR Z ZAVOJI

- spremljala dogajanje kot posledico zavojev

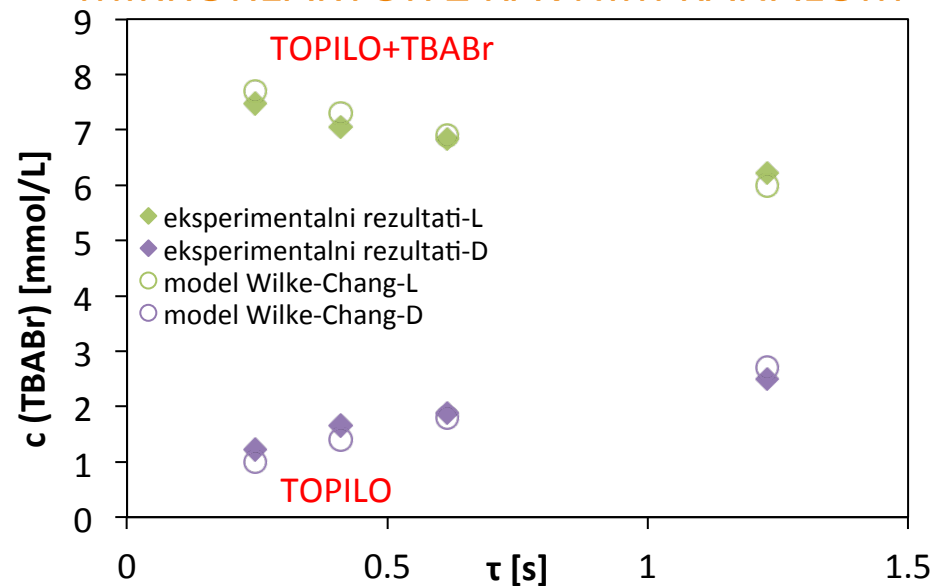


- visokotlačni črpalke in injekciji, termostatisirana kopel in mikroreaktor
- določanje $c(\text{TBABr})$ z NMR

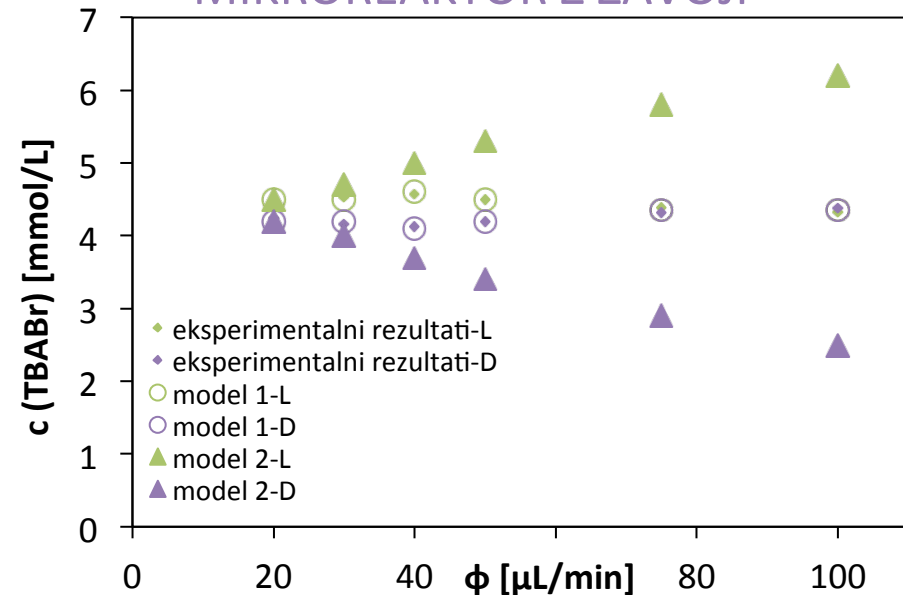
- vzpostavi se **paralelen tok tekočine**
- zaradi **laminarnega toka** poteka snovni transport TBABr z **molekularno difuzijo**
- porazdelitev TBABr po mikrokanalu je odvisna od zadrževalnega časa



• MIKROREAKTOR Z RAVNIM KANALOM



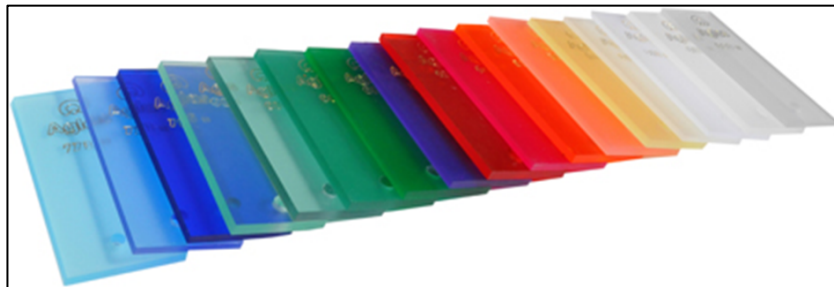
• MIKROREAKTOR Z ZAVOJI



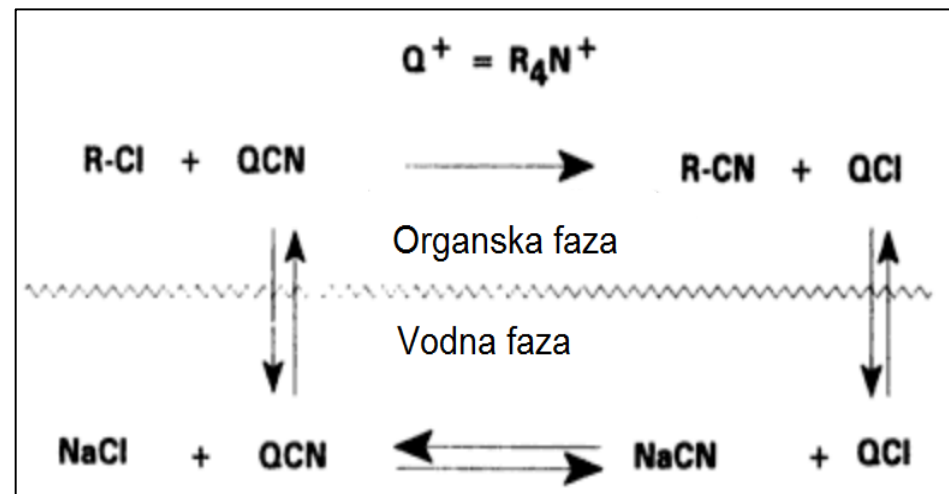
RADIKALSKA POLIMERIZACIJA METIL METAKRILATA, KATALIZIRANA S FAZNIM PRENAŠALCEM

Namen

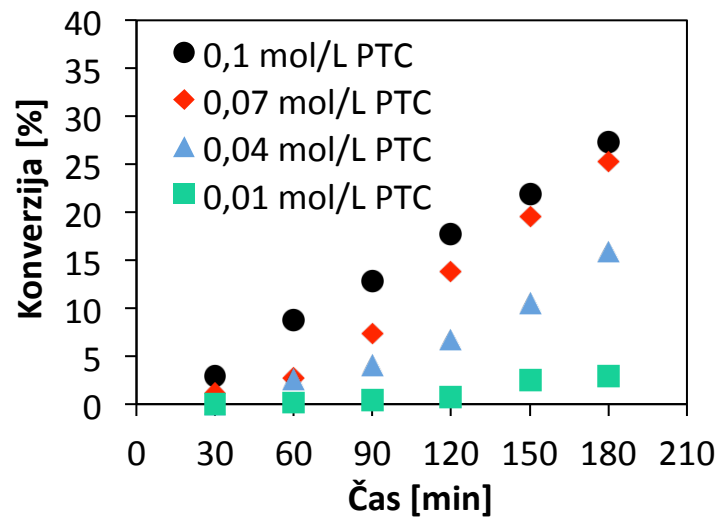
- Raziskati uporabo vodotopnega iniciatorja kalijevega peroksomonosulfata za radikalno polimerizacijo v dvofaznem sistemu
- Preučiti vpliv faznega prenašalca in iniciatorja na polimerizacijo metil metakrilata



http://www.drsna-vrata.com/si/barvno_steklo.asp?SiteID=209&ParentID=207&RootID=123

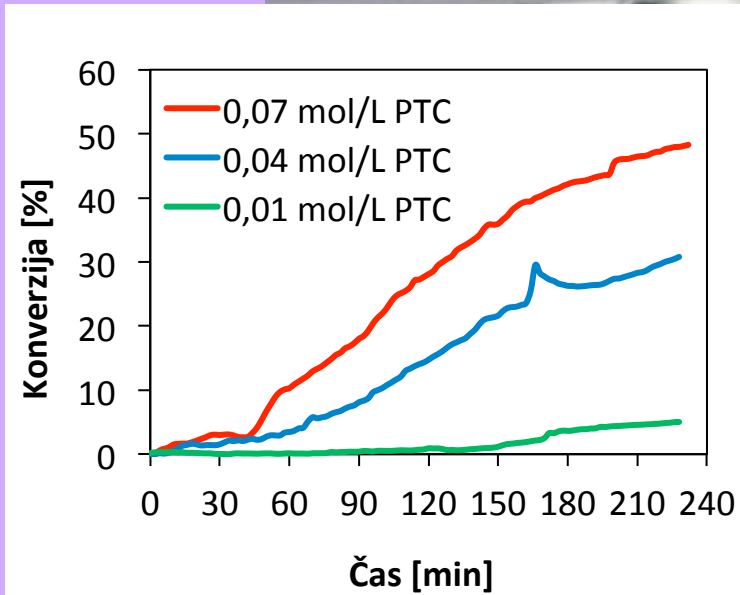


Gravimetrična določitev konverzije



Slika: Vpliv koncentracije faznega prenašalca

Določitev konverzije z ReactIR sistemom



Slika: React IR Sistem

VPLIV SESTAVE KOPOLIMERA METIL METAKRILATA IN 2-ETIL HEKSILAKRILATA NA TEMPERATURO STEKLASTEGA PREHODA

NAMEN:

- Primerjati eksperimentalno določene temperature steklastega prehoda kopolimera znanih sestav s temperaturami steklastega prehoda, ki jih napovedujejo teoretične zveze.
- Spremljati, kako se spreminja sestava in temperatura steklastega prehoda izbranega kopolimera med kopolimerizacijo.

IZVEDBA EKSPERIMENTALNEGA DELA:

- Verižna radikalska kopolimerizacija v raztopini.
- Gravimetrična metoda za določevanje konverzije monomerov.
- Diferenčna dinamična kalorimetrija (DSC) za določanje temperature steklastega prehoda.

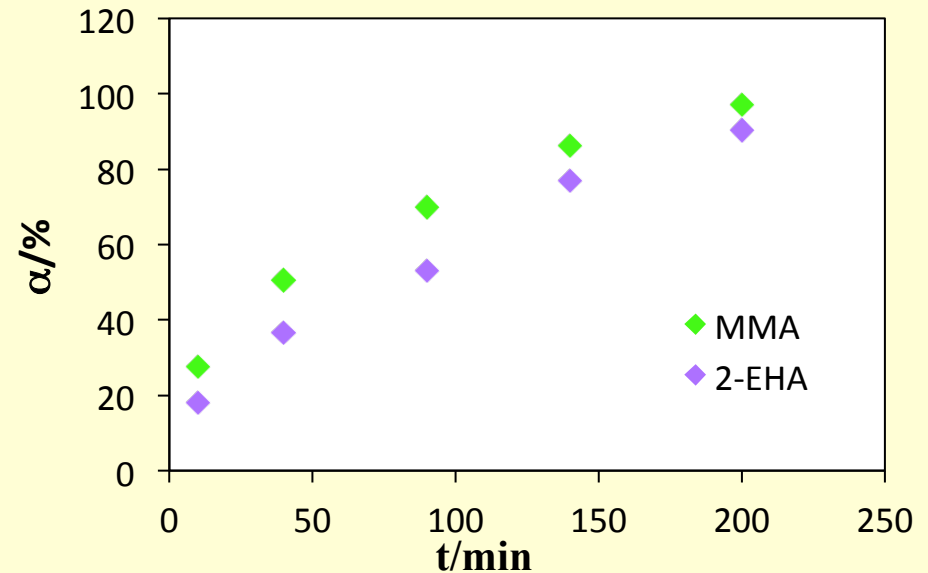
Pri temperaturi steklastega prehoda (T_g) se amorfnim polimerom spremenita specifični volumen in specifična toplota. Pod T_g so polimerni materiali v steklastem stanju (trdi in krhki), nad T_g pa se zmeščajo, so v gumijastem stanju (viskoelastični).

E1

$$T_g = \frac{T_{E2-EHA} + C \cdot \frac{T_{gMMA} \cdot W_{MMA}}{W_{2-EHA}}}{1 + \frac{C \cdot W_{MMA}}{W_{2-EHA}}}$$

E2

$$T_g = W_{MMA} \cdot T_{gMMA} + W_{2-EHA} \cdot T_{g2-EHA}$$



Slika: Konverziji MMA in 2-EHA med kopolimerizacijo MMA(50 %) in 2-EHA(50 %).

Masno razmerje MMA:2-EHA	T_g (°C) (eksperiment)	T_g (°C) (enačba E1)	T_g (°C) (enačba E2)
100:0	104	104	104
75:25	61	53	61
50:50	16	7	18
25:75	-23	-33	-25
0:100	-68	-68	-68

Tabela 1:
Eksperimentalno določene in izračunane temperature steklastega prehoda kopolimera z različnimi deleži monomerov v začetni reakcijski zmesi.

ENCIMSKO-KATALIZIRANA REAKCIJA V ŠARŽNEM IN POLŠARŽNEM REAKTORJU

Splošno

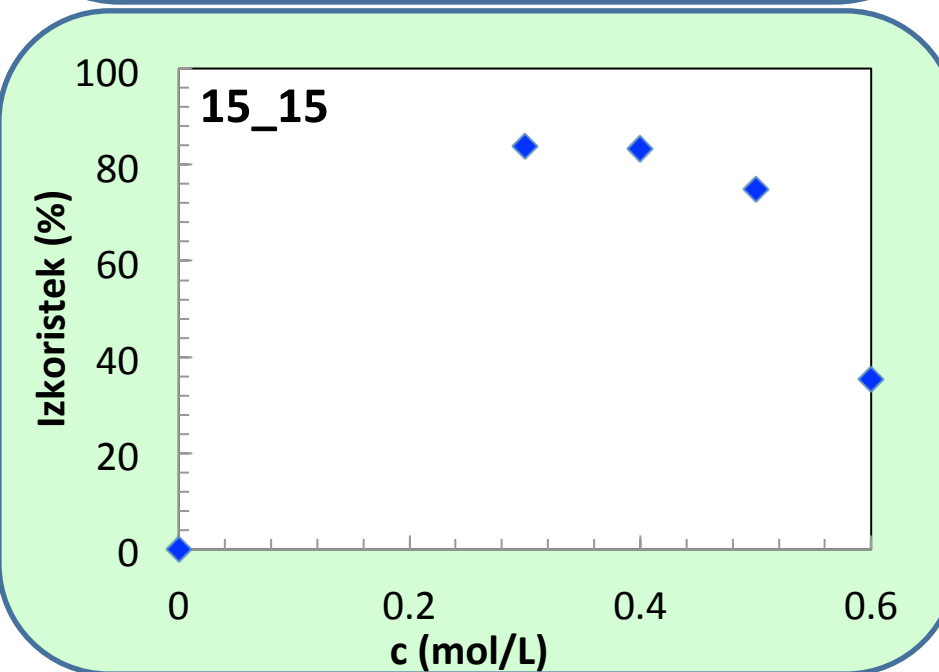
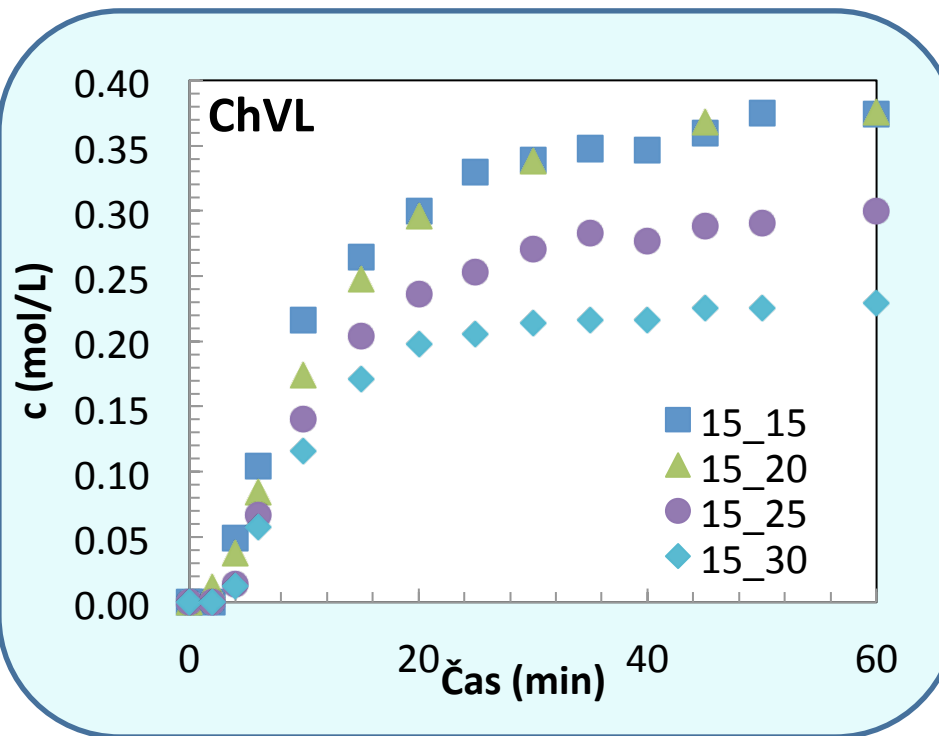
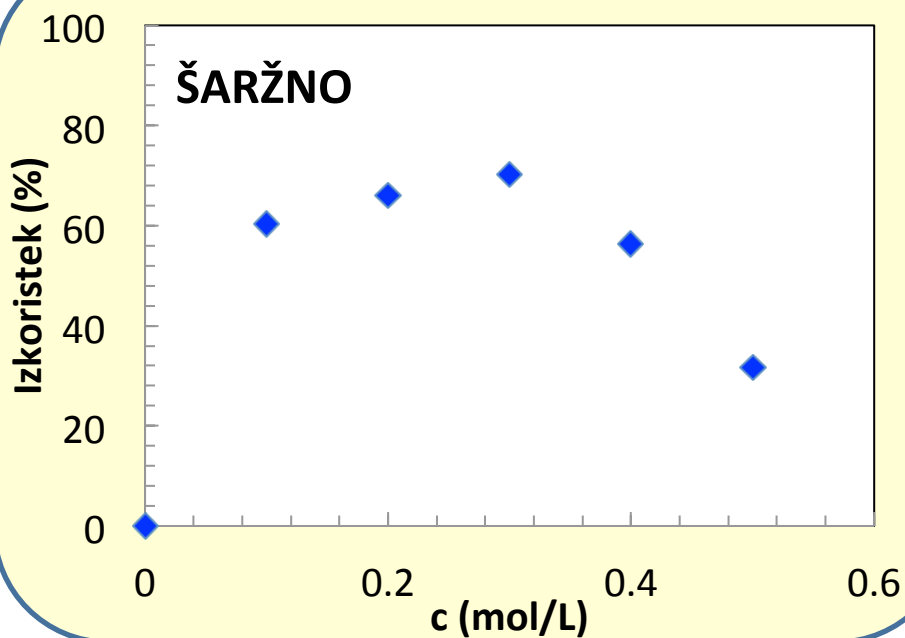
- Razvoj biokatalize: hitrost, cena, količina (farmacevtski sektor).

Eksperimentalni del

- Preučitev vpliva načina dodajanja reaktantov (kloracetaldehid in acetaldehid) na nastanek produktov.
- Izvajanje šaržnih in polšaržnih sintez na reaktorskem sistemu LabMax.



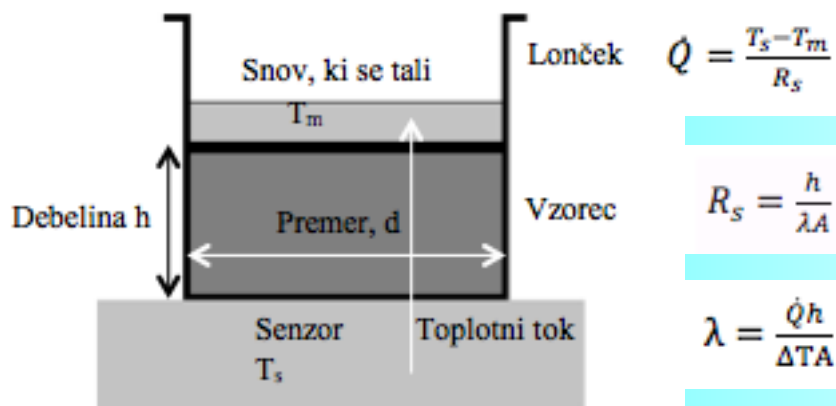
- Analiza produktov s plinsko kromatografijo pri ustreznih pogojih.
- Obdelava podatkov.



Določanje toplotne prevodnosti s pomočjo diferenčne dinamične kalorimetrije

$$q_x = \frac{\dot{Q}_x}{A} = -\lambda \frac{dT}{dx}$$

$$\frac{DT}{Dt} = \frac{\partial T}{\partial t} + v_x \frac{\partial T}{\partial x} + v_y \frac{\partial T}{\partial y} + v_z \frac{\partial T}{\partial z} \quad \frac{d^2T}{dx^2} = 0$$



Skica postavitve vzorca

Za ravno steno

$$Q = \frac{T_s - T_m}{R_s}$$

$$R_s = \frac{h}{\lambda A}$$

$$\lambda = \frac{\dot{Q}h}{\Delta T A}$$

$$\frac{\dot{Q}}{\Delta T} = \frac{\dot{Q}_t - \dot{Q}_{onset}}{T_t - T_{onset}} = S$$

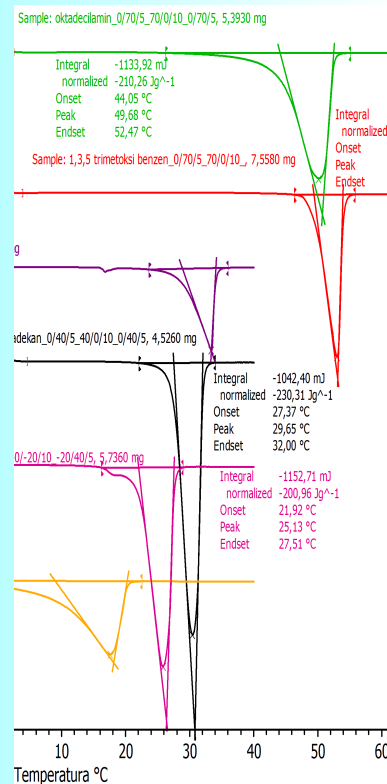
$$\lambda = -S \frac{h}{A}$$

$$Q = \frac{T_s - T_m}{R_1 + R_s + R_2}$$

$$-S = \frac{1}{R_1 + R_s + R_2} = \frac{1}{R_1 + R_2 + \frac{h}{\lambda A}}$$

$$-S = \frac{1}{R_1 + R_s + R_2} = \frac{1}{R_1 + R_2 + \frac{h}{\lambda A}}$$

$$-\frac{1}{S} = R + \frac{h}{\lambda A}$$

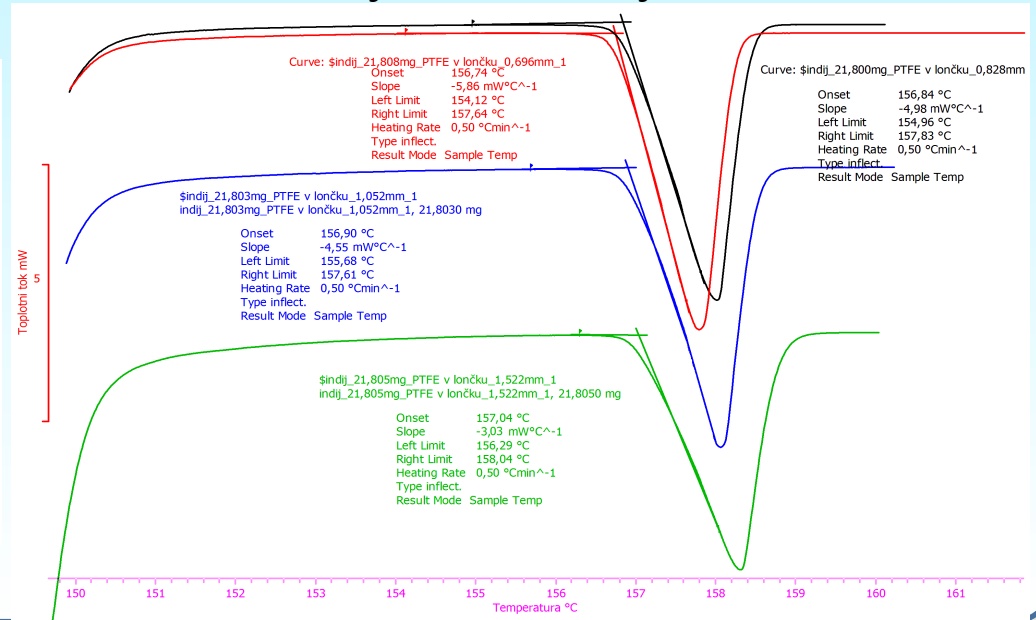


V diplomskem delu sta predstavljeni metodi za določanje toplotne prevodnosti materialov s pomočjo diferenčne dinamične kalorimetrije (DSC). Po prvi metodi so vzorci materiala, kateremu določamo toplotno prevodnost, pod DSC lončkom, po drugi pa znotraj DSC lončka. Pri obeh metodah se v DSC lončku nahaja material z znano temperaturo tališča, pri kateri določamo toplotno prevodnost testiranega materiala.

Termogrammi meritev različnih debelin vzorcev PTFE znotraj lončka z indijem

Rezultati merite različnih debelin PTFE v lončku z indijem

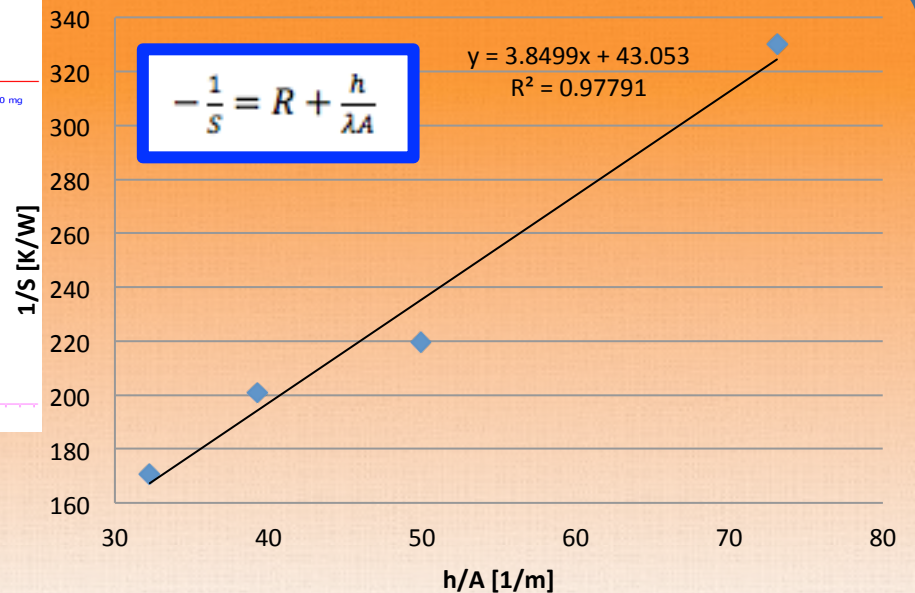
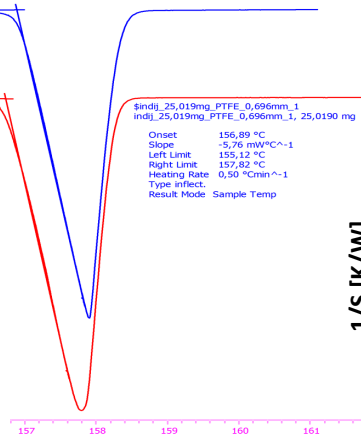
Debelina vzorca [mm]	Naklon [mW/°C]	Toplotna prevodnost [W/m K]	Masa Indija [mg]
0,696	-5,86	0,172	25,019
0,828	-4,98	0,174	25,019
1,052	-4,55	0,201	25,019
1,522	-3,03	0,194	25,019



Modra krivulja prikazuje meritev z vzorcem PTFE izven lončka, rdeča pa meritev z vzorcem v lončku

Odvisnost 1/S od h/A za PTFE v DSC lončku

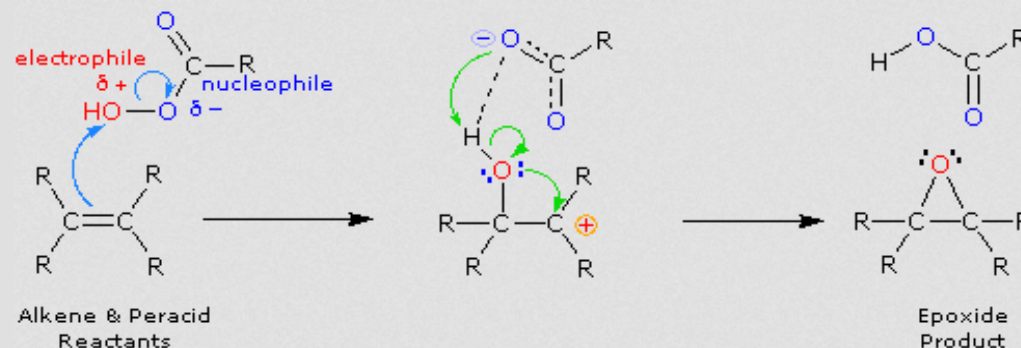
h [mm]	d [mm]	1/S [K/W]	h/A [1/m]
0,696	5,24	170,65	32,27
0,828	5,18	200,8	39,29
1,052	5,18	219,8	49,90
1,522	5,15	330,0	73,10



Odvisnost 1/S od h/A za PTFE v DSC lončku

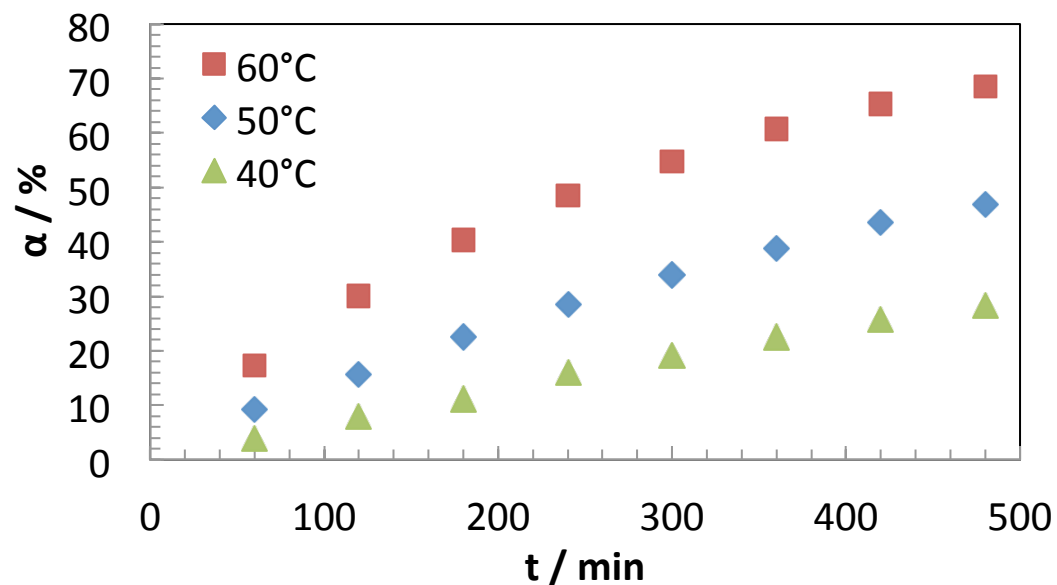
EPOKSIDACIJA SOJINEGA OLJA

- Epoksidacija je postopek, pri katerem se kisik veže na dvojno vez v molekuli, pri čemer nastane epoksidna vez.



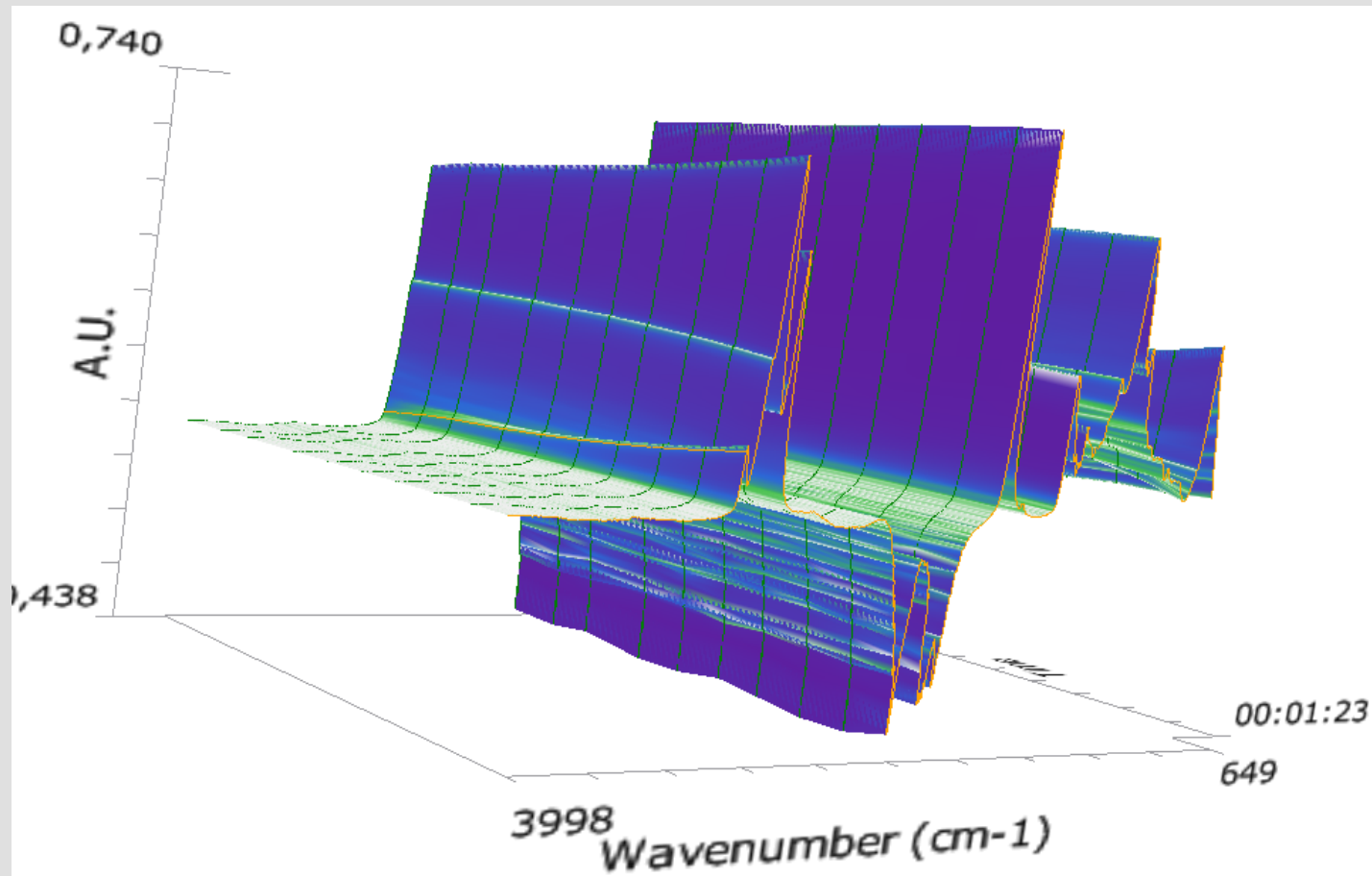
- Reakcijo sem pri različnih temperaturah vodil 8 h in vsako uro odzema vzorce.

- S titracijo sem določil epoksidni ekvivalent, iz katerega sem izračunal konverzije epoksidnih vezi.



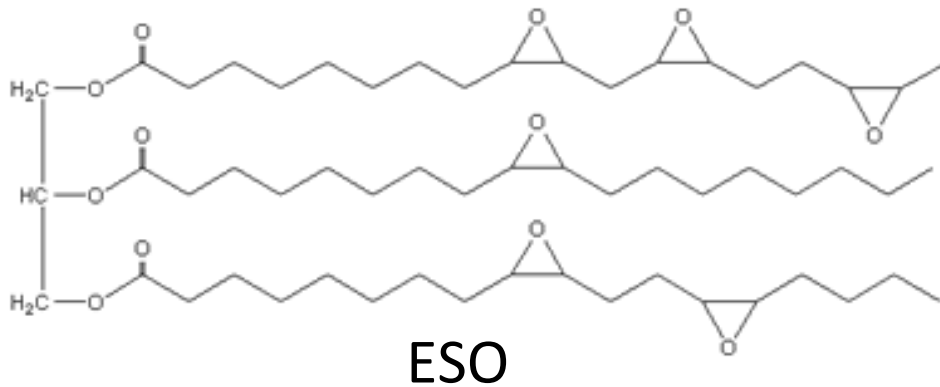
Stopnja konverzije na podlagi titracijske določitve EPO v odvisnosti od časa pri različnih temperaturah

- Za posamezne vzorce sem posnel IR spektre in opazoval izginevanje dvojnih vezi ter nastajanje epoksidnih vezi.

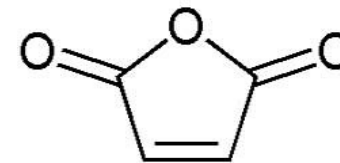


- Z diferenčno dinamično kalorimetrijo (DSC) sem spremljal zamreževanje produktov.

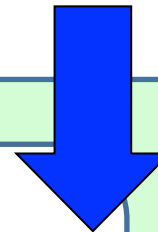
ZAMREŽEVANJE EPOKSIDIRANEGA SOJINEGA OLJA Z ANHIDRIDOM MALEINSKE KISLINE



MAH



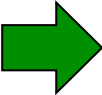
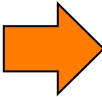
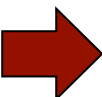
+

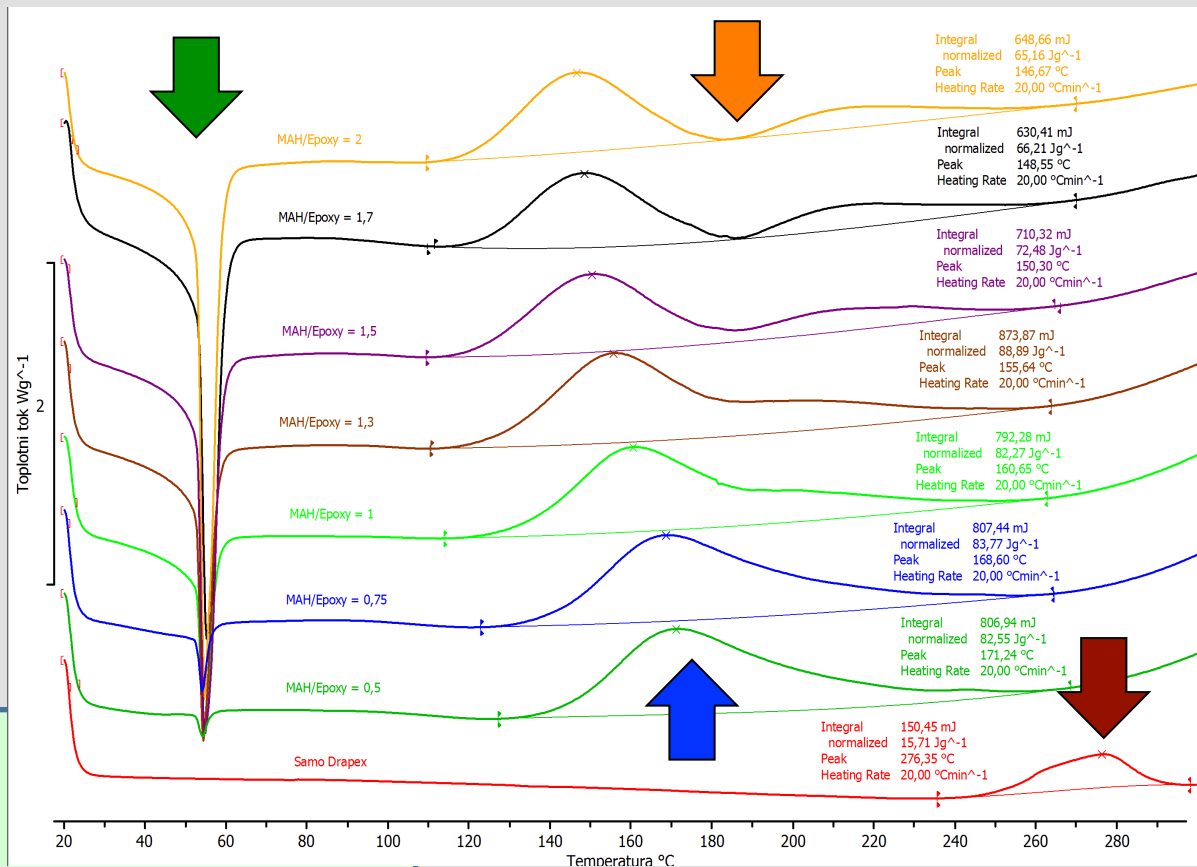


- Reakcija epoksidnih skupin ESO s karboksilnimi skupinami MAH.
- Nastane visoko zamrežen produkt, ker je ESO večfunkcionalen. MAH je dvofunkcionalen.
- Visokozamreženi polimeri (DUROMERI) imajo dobre mehanske lastnosti in so dimenzijsko obstojni tudi pri povišanih temperaturah.

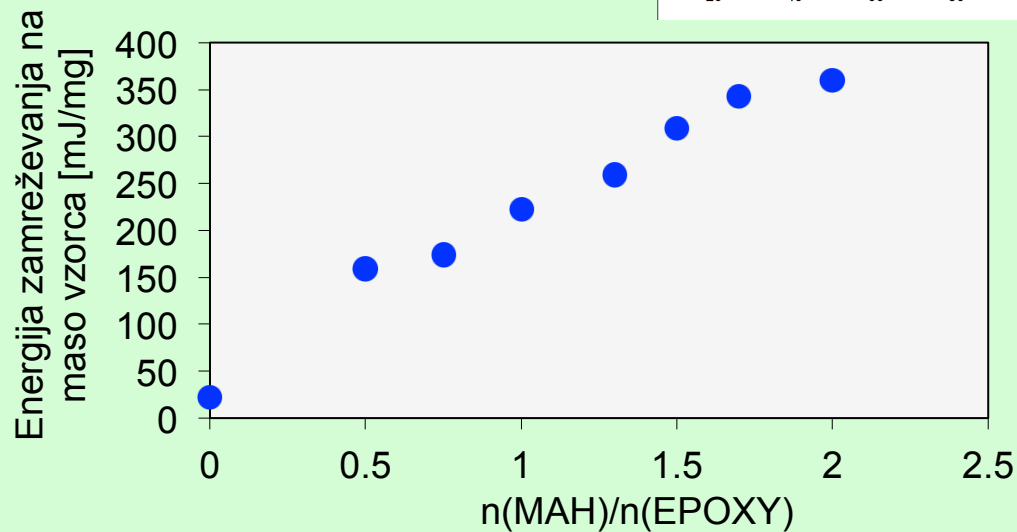


Dinamična diferenčna kalorimetrija

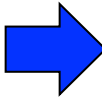
-  Taljenje MAH
-  Odhlapevanje MAH
-  Reakcija ESO:
 - Nad 240 °C
 - Zamreženje
 - ESO homopolimer



Odvisnost zamreženja od razmerja reagentov



DSC termogrami za različna razmerja ESO/MAH in za različne količine uporabljenega katalizatorja.

-  Reakcija ESO in MAH:
 - Že nad 120 °C
 - Zamreženje
 - Kopolimer ESO in MAH

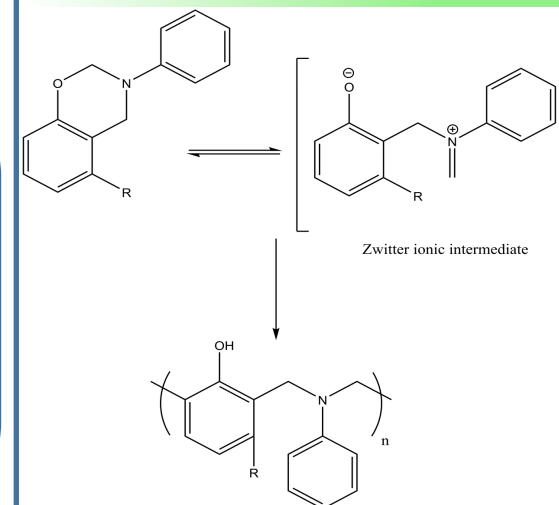
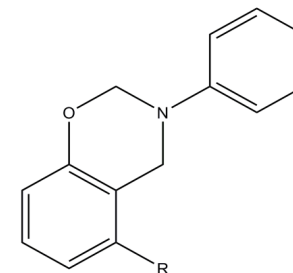
Nuška Perc, mentor: prof. dr. Matjaž Krajnc

SINTEZA BENZOKSAZINOV NA OSNOVI KARDANOLA

Kardanol – Kardanol je naravni fenol, ki ga pridobivajo pri predelavi indijskih oreščkov

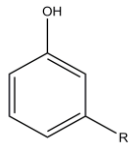
Benzoksazini spadajo med duromerne materiale in imajo značilno strukturo, kjer je na benzenov obroč vezan heterociklični oksazinski obroč (šest-členski obroč s kisikovim in dušikovim atomom). Obstaja več benzoksazinskih struktur, odvisno od položaja heteroatomov. V diplomski nalogi sem se osredotočila na benzoksazine na osnovi kadanola pripravljene z različnimi amini.

Namen dela je bil sintetizirati in okarakterizirati benzoksazine na osnovi kardanola ter preučiti vpliv uporabe različnih aminov na termične lastnosti benzoksazinov na osnovi kardanola. Želela sem tudi določiti kinetične parametre za reakcije polimerizacije in zamreževanja benzoksazinov na osnovi kardanola.



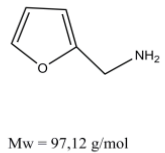
0,05 mol kardanola

furfurilamin



Mw=298,2 g/mol

V našem primeru imamo 2,9 dvojnih vezi na molekulo kardanola.



Mw = 97,12 g/mol

R=

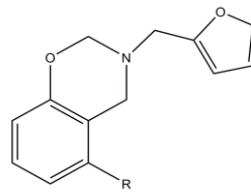


R = C₁₅H_{31-n}

n = 0, 2, 4, 6...odvisno od števila dvojnih vezi

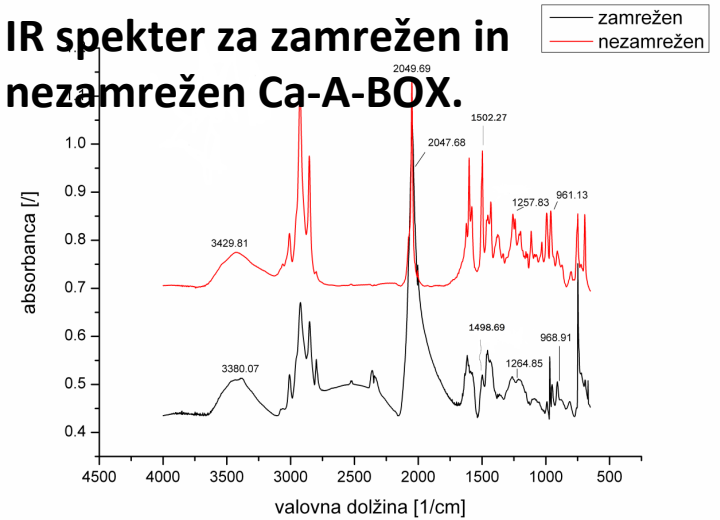
kloroform, refluks

2 H₂O

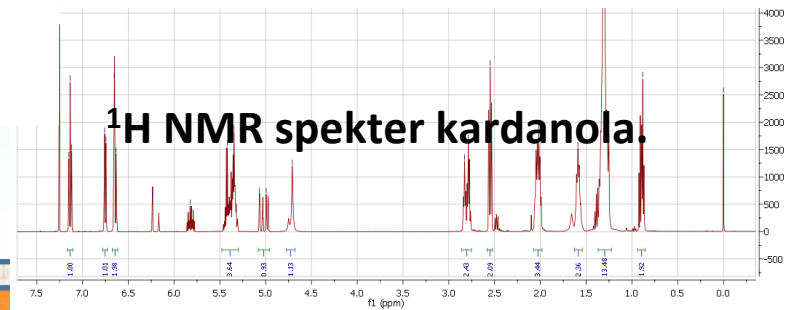


Mw= 419,38 g/mol

IR spekter za zamrežen in nezamrežen Ca-A-BOX.

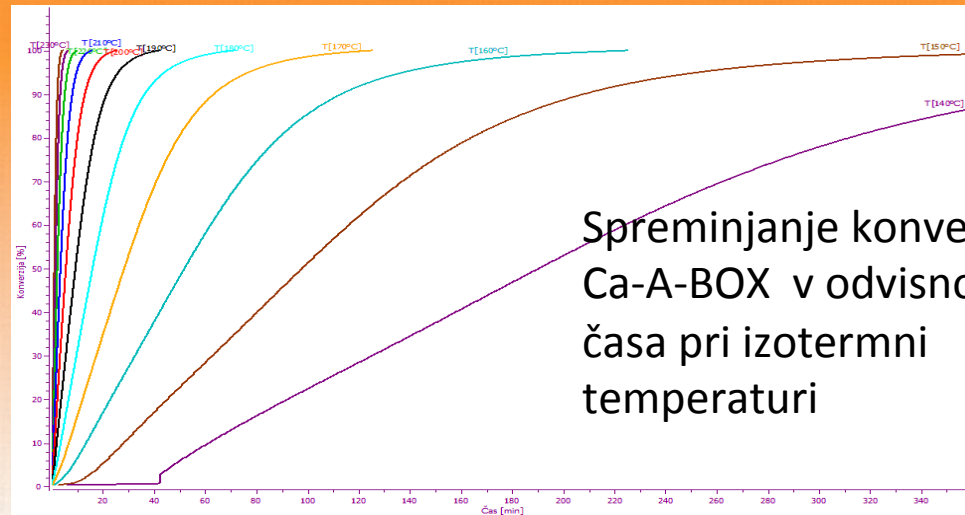
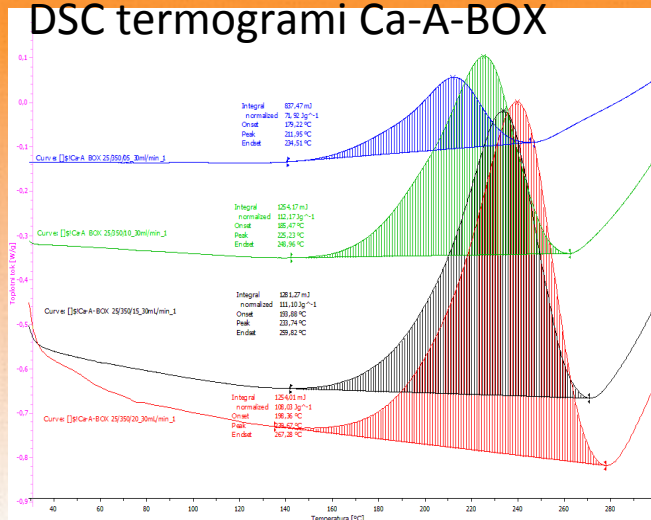


¹H NMR spekter kardanola.



Sinteza in strukturne formule kardanola, furfurilamina ter nastalega benzoksazina.

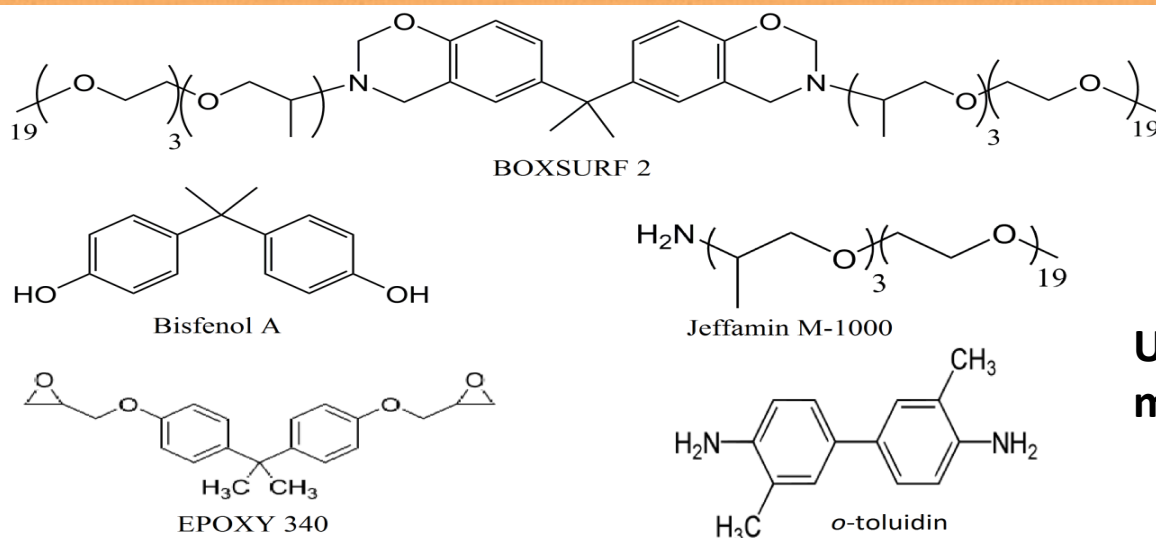
DSC termogrami Ca-A-BOX



Spreminjanje konverzije Ca-A-BOX v odvisnosti od časa pri izotermni temperaturi

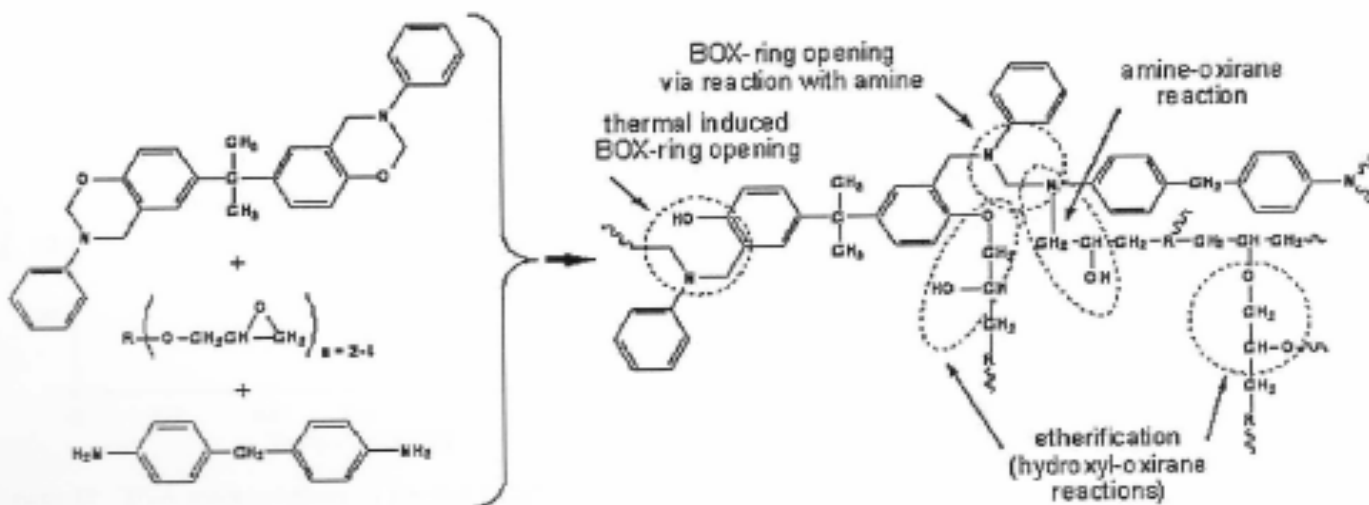
Alen Oblak, mentor: izr. prof. dr. Urška Šebenik

Vodne emulzije epoksidnih smol z benzoksazinskim emulgatorjem

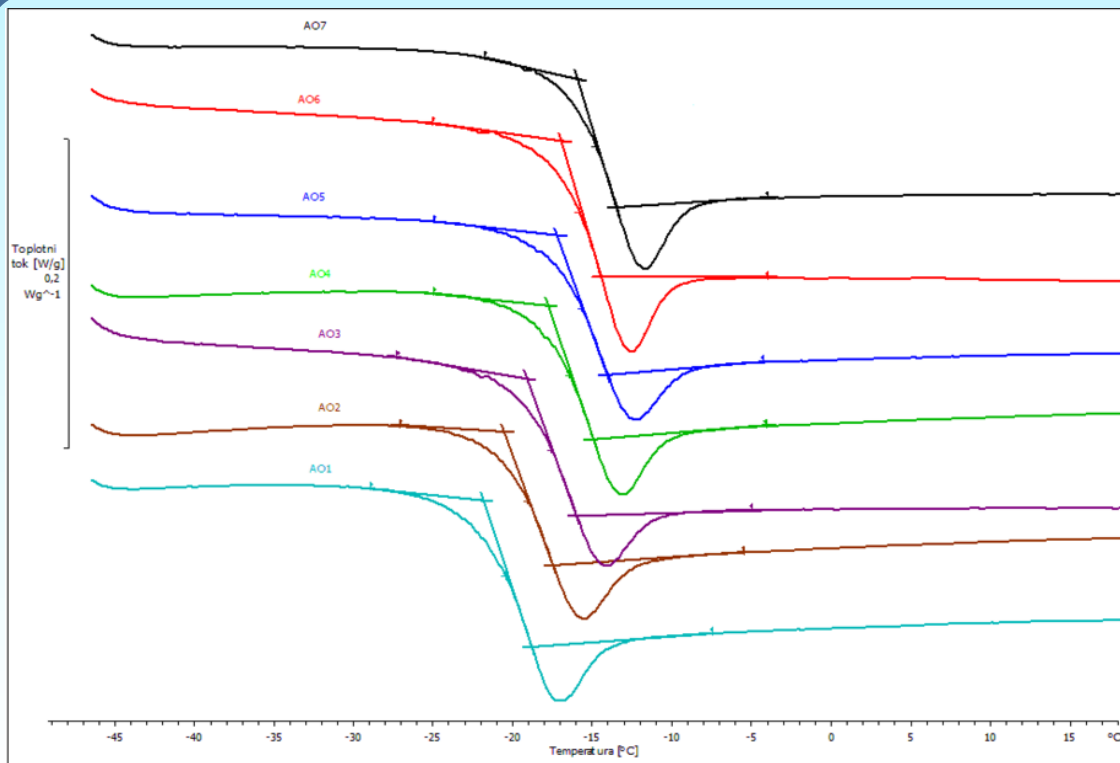


Uporabljeni materiali.

Namen dela je bil preučiti, kako benzoksazinski emulgator (BOXSURF 2), sintetiziran iz bisfenola A in Jeffamina M-1000, vpliva na stabilnost epoksidnih vodnih emulzij in na velikost emulgiranih delcev.



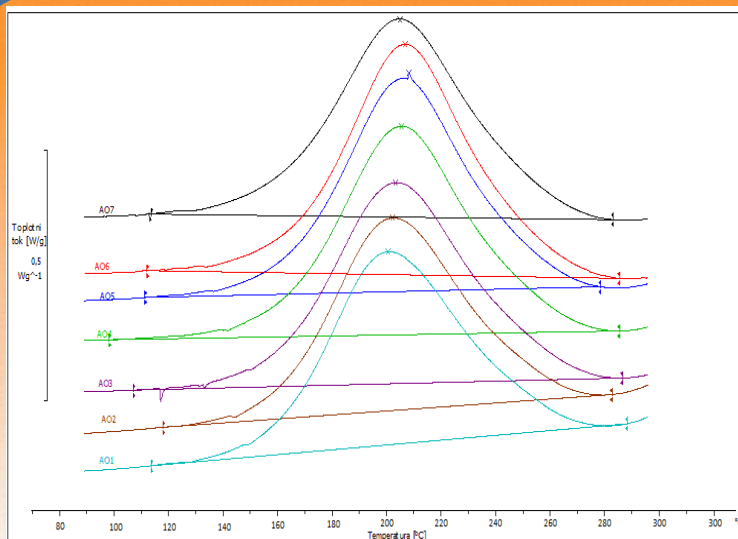
Reakcija zamreževanja med epoksidno smolo in benzoksazinom ob prisotnostiaminskega katalizatorja.



Termogram prvega intervala segrevanja s T_g v temperaturnem območju med -50 °C do 15 °C .

T_g emulzij se s padanjem deleža emulgatorja viša.

Vzorec	T_g [°C]
AO1	-20,5
AO2	-19,1
AO3	-17,6
AO4	-16,4
AO5	-15,7
AO6	-15,9
AO7	-14,8



Termogram zamreževanja kompleksa EPOXY340 in BOXSURF 2 v prisotnosti katalizatorja *o*-toluidin v temperaturnem območju od 80 °C do 300 °C .

Tabela 4: Sproščena energija in vrh zamreževanja emulzij.

Vzorec	Sproščena energija [J/g]	Temperatura eksotermnega vrha [°C]
AO1	140	200,4
AO2	137	202,3
AO3	149	203,2
AO4	149	205,4
AO5	147	208,1
AO6	161	206,9
AO7	146	204,9
EPOXY 340+katalizator	192	194,3

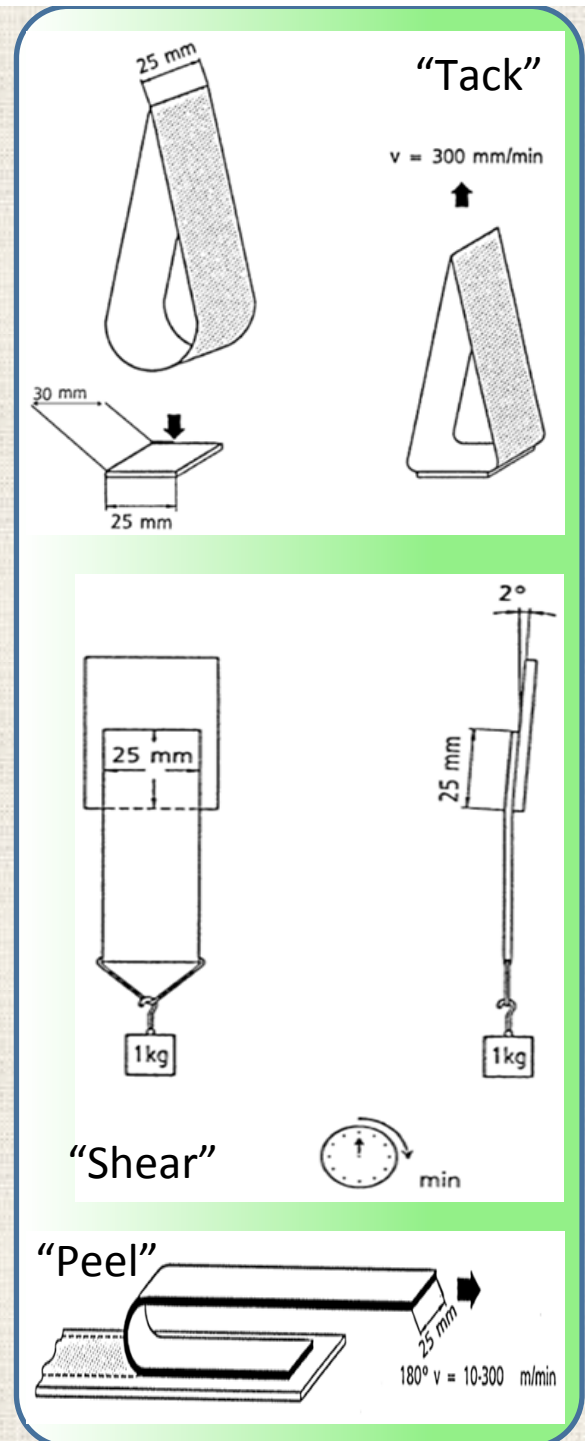
SINTEZA NANOKOMPOZITNEGA MIKROSFERNEGA LEPILA

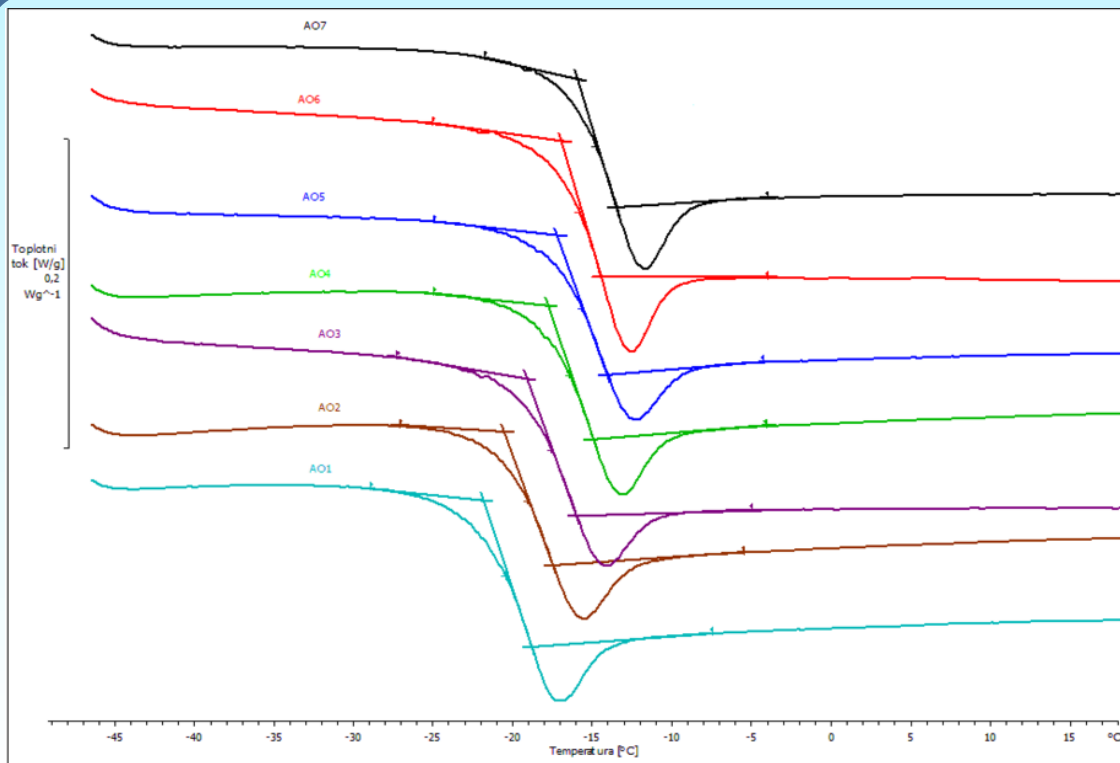
PSA lepilo – “Pressure Sensitive Adhesive”

Suspenzijska polimerizacija

Akrilni monomeri, voda, iniciator, emulgator (PVA) in nanopolnilo (organsko modificiran montmorilonit - OMMT)

- Sinteza mikrosfernih PSA akrilatnih lepil z različnimi dodatki OMMT gline in PVA
- Ovrednotenje adhezivnih lastnosti:
 - “Tack” - začetna adhezija,
 - “Peel” – sila odlepljanja,
 - “Shear”-odpornost na delovanje strižnih sil
- Določitev temperatur steklastega prehoda (metoda DSC)
- Določitev velikosti in porazdelitve delcev (metoda merjenja sipanja laserske svetlobe)

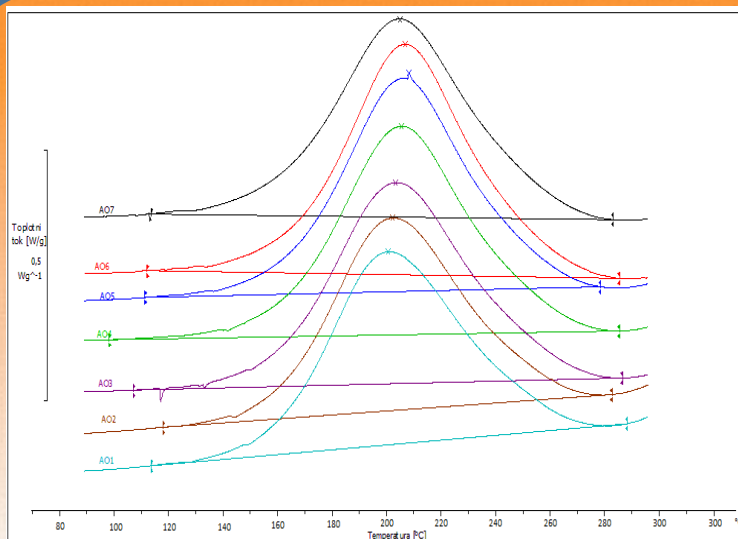




Termogram prvega intervala segrevanja s T_g v temperaturnem območju med -50 °C do 15 °C .

T_g emulzij se s padanjem deleža emulgatorja viša.

Vzorec	T_g [°C]
AO1	-20,5
AO2	-19,1
AO3	-17,6
AO4	-16,4
AO5	-15,7
AO6	-15,9
AO7	-14,8



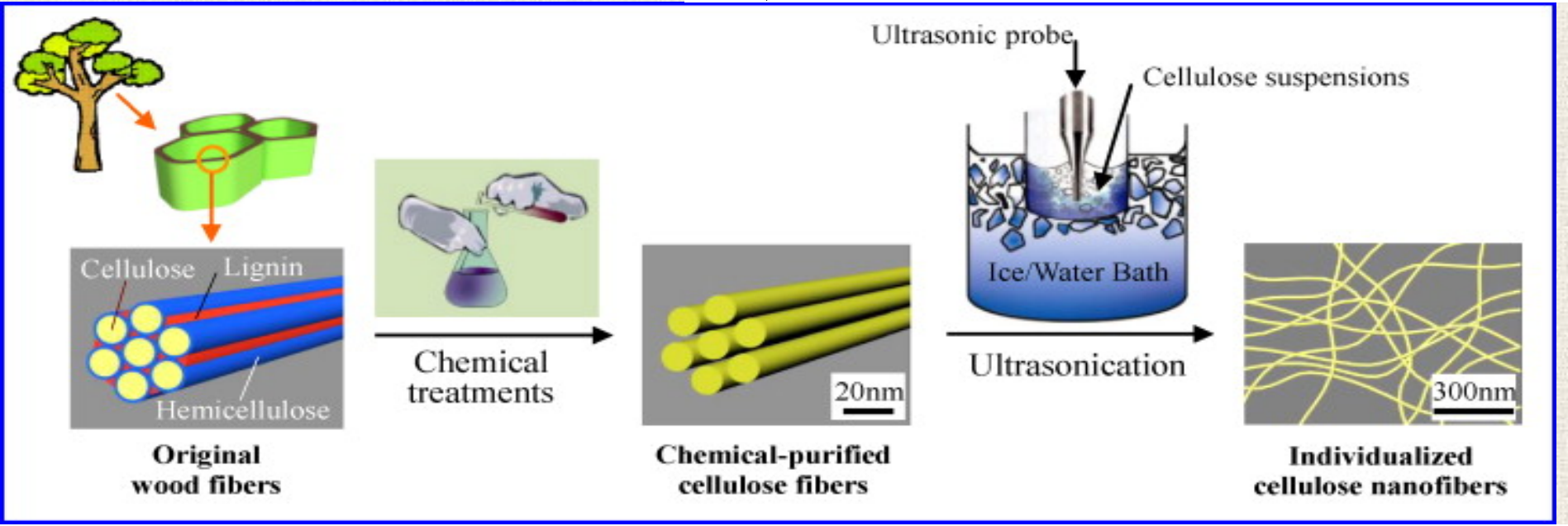
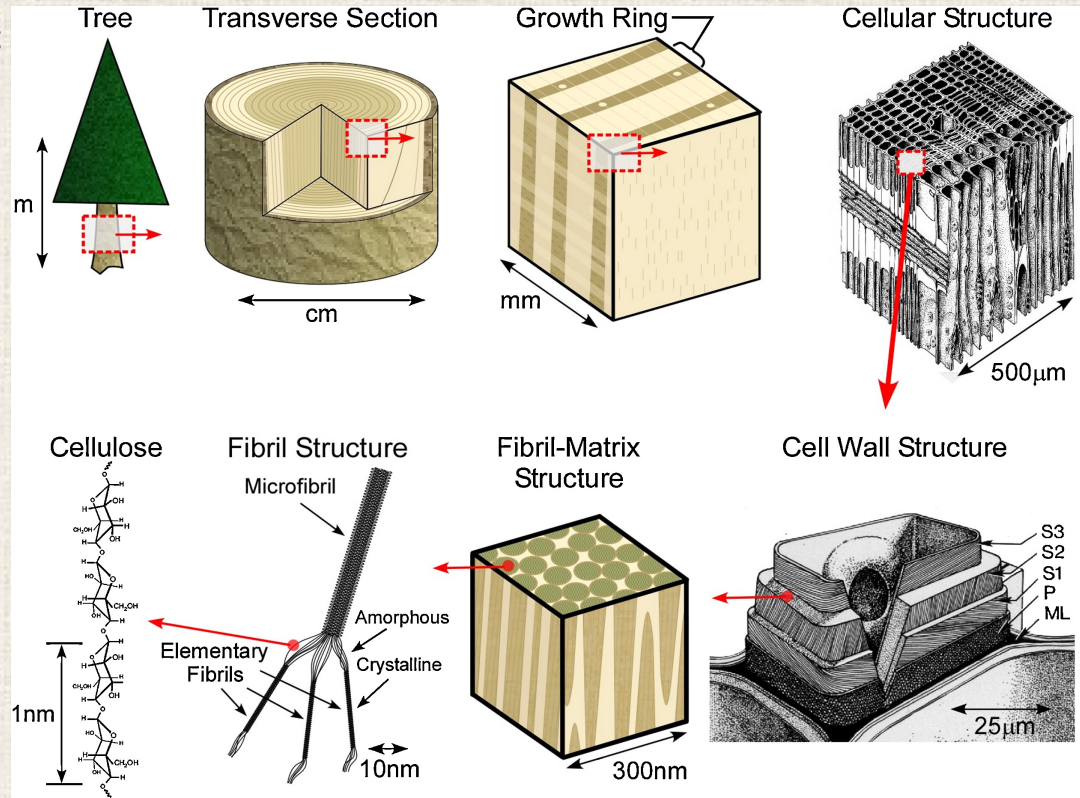
Termogram zamreževanja kompleksa EPOXY340 in BOXSURF 2 v prisotnosti katalizatorja *o*-toluidin v temperaturnem območju od 80 °C do 300 °C .

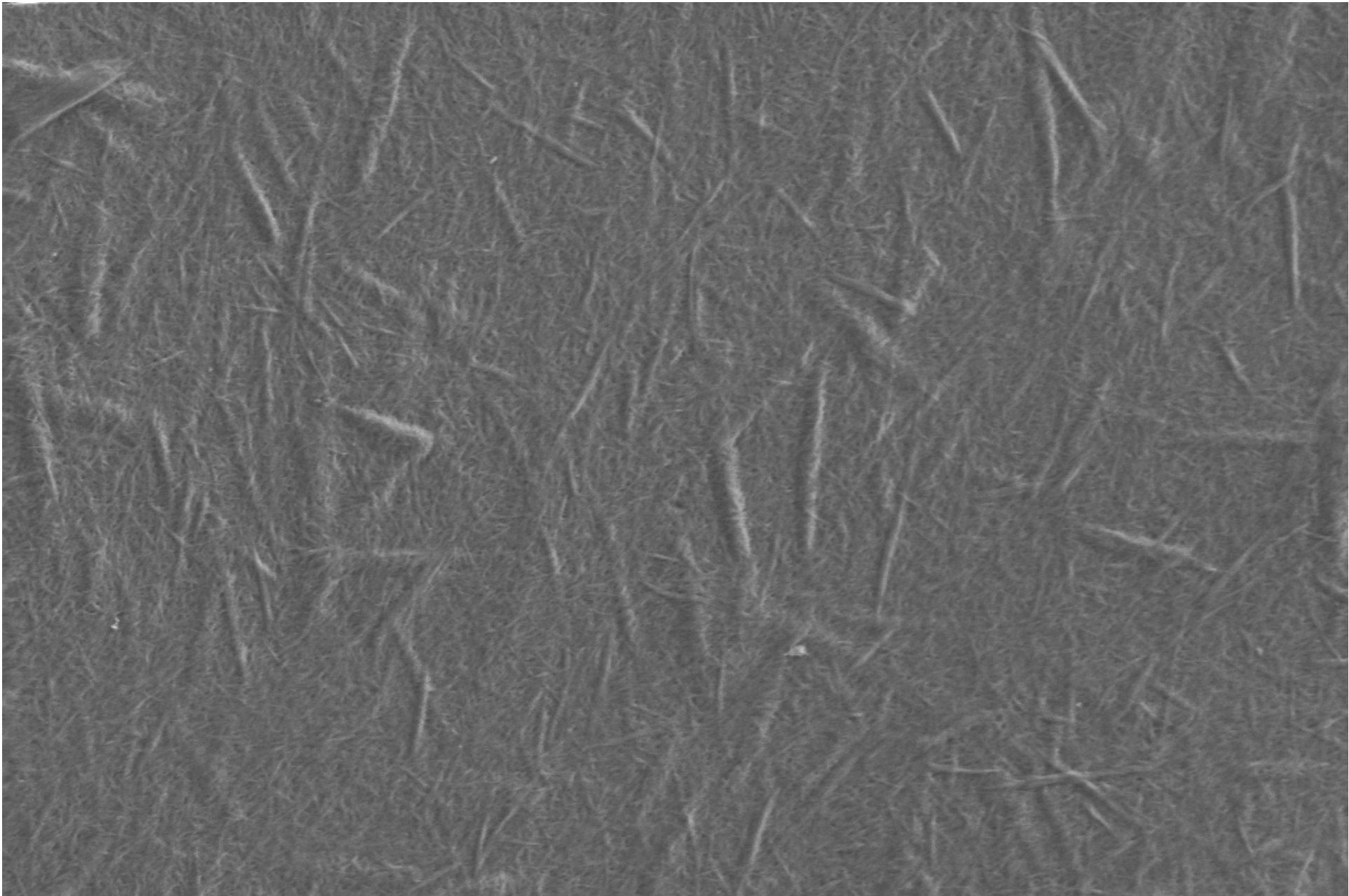
Tabela 4: Sproščena energija in vrh zamreževanja emulzij.

Vzorec	Sproščena energija [J/g]	Temperatura eksotermnega vrha [°C]
AO1	140	200,4
AO2	137	202,3
AO3	149	203,2
AO4	149	205,4
AO5	147	208,1
AO6	161	206,9
AO7	146	204,9
EPOXY 340+katalizator	192	194,3

Priprava nanoceluloze

Namen dela je bil pripraviti nanocelulozna vlakna, ki se uporabljajo kot polnila v nanokompozitnih materialih.





1 μm

20.00 K X

30.00 μm

5.0 mm

1.00 kV

SE2

AsB

0.0000

VAŠA VPRAŠANJA