

D-351

INSTITUT ZA FIZIKU  
PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET  
UNIVERZITET U NOVOM SADU

*Dragana Rakić*

KONSTRUKCIJA I KALIBRACIJA HIDROSTATIČKE  
GRADIJENTNE KOLONE ZA ODREĐIVANJE  
GUSTINE POLIMERNIH MATERIJALA

- *diplomski rad -*

Mentor: *Prof. Dr. Vladimir Divjaković*

Novi Sad, 1996.

D-351

Испр.	1	Парц.	1
Опр. јед.	Општ.	Специјал.	Уредништв.
0603	9/314		

Koristim ovu priliku da se zahvalim  
mentoru Prof. Dr. Vladimiru Divjakoviću  
na svesrdnoj pomoći tokom izrade i  
konačnog uobličavanja ovog rada.

# SADRŽAJ

UVOD .....	1
1. DEO	
1.1 Osnovni pojmovi o polimerima i polimernim materijalima .....	2
1.2 Molekulska masa polimera .....	6
1.3 Fizička stanja polimera .....	7
1.4 Stepen kristaličnosti .....	11
2. DEO	
2.1 Opis eksperimenta .....	14
2.2 Opis aparature i postupka merenja .....	15
2.3 Formiranje gradijentne kolone .....	16
2.4 Kalibracija gradijentne kolone .....	19
3. DEO	
3.1 Rezultati kalibracije gradijentne kolone pomoću standardnih (flotacionih) kuglica .....	22
3.2 Određivanje gustine novih staklenih kuglica i polimernih uzoraka .....	25
ZAKLJUČAK .....	27
LITERATURA .....	29

## UVOD

U radu je opisana konstrukcija denzitometarske kolone i postupak određivanja gustine polimernih materijala u opsegu koji odgovara gustinama poliolefina (PP i PE) kao materijala koji zauzimaju visoko mesto u prerađivačkoj industriji polimera kod nas i u svetu. Što tačnije poznavanje gustine ovih materijala, od interesa je za određivanje stepena kristaličnosti, kako pre, tako i nakon prerade, zatim radi identifikacije pojedinih tipova ovih materijala kao i radi utvrđivanja manjih količina primesa. Ovaj uređaj se javlja kao standardni uređaj u istraživačkim i naučnim laboratorijama, a može se nabaviti od nekoliko svetskih proizvođača laboratorijske opreme. Merenje gustine polimernih materijala ovom metodom zadovoljava ASTM i BS standarde. Uređaj koji je predmet ovog diplomskog rada realizovan je u Laboratoriji za Fiziku polimernih i kompozitnih materijala na Institutu za Fiziku PMF-a u Novom Sadu i pokazao je pouzdane radne karakteristike za ciljeve zbog kojih je konstruisan.

Diplomski rad se sastoji iz tri dela: teorijskog, eksperimentalnog i dela u kome su prikazani rezultati merenja. U radu je ukupno prikazano 15 slika i grafikona kao i 5 tabela. Prvi deo obuhvata opšte pojmove o polimerima i polimernim materijalima, u drugom delu je opisana konstrukcija i kalibracija gradijentne kolone, dok treći deo sadrži rezultate merenja na novim flotacionim telima koja mogu biti primenjena kod novoizrađenih uređaja ovog tipa. U trećem delu dati su i rezultati merenja gustine nekih polimernih materijala primenjenih u industriji.



# 1. DEO

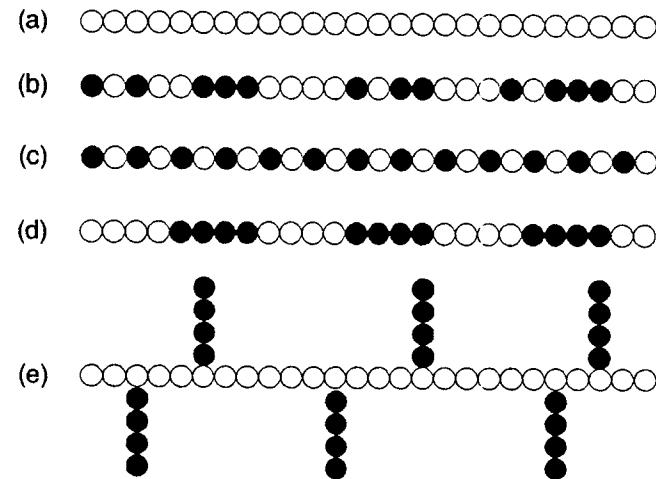
## 1.1 OSNOVNI POJMOVI O POLIMERIMA I POLIMERNIM MATERIJALIMA

Polimeri su makromolekuli izgrađeni ponavljanjem karakterističnih strukturnih jedinica - *monomernih jedinica* ili *mera*. Molekuli monomera se međusobno povezuju hemijskim vezama koje nastaju za vreme sinteze polimera - *polimerizacije*. Monomerna jedinica može biti jednostavan molekul koji se sastoji od nekoliko atoma pa do velikog kompleksnog molekula [1]. Pri polimerizaciji dolazi do sjedinjavanja n monomera ( $M$ ) u polimer ( $M_n$ ), pri čemu n iznosi od nekoliko stotina do preko milion:  $n \cdot M \rightarrow M_n$ , gde n označava stepen polimerizacije [2].

Polimerni materijali su izgrađeni od jednog ili više tipova polimera i predstavljaju kondenzovano stanje materije. Zbog svoje izuzetno velike molekulske mase polimeri se ne mogu nalaziti u gasnom agregatnom stanju, jer tom prelazu bi obavezno prethodio raspad makromolekula (degradacija). Zato polimerne materijale srećemo u čvrstom stanju, rastopu ili rastvoru. Relativno izolovani makromolekuli mogu egzistirati jedino u razblaženim rastvorima polimernih materijala.

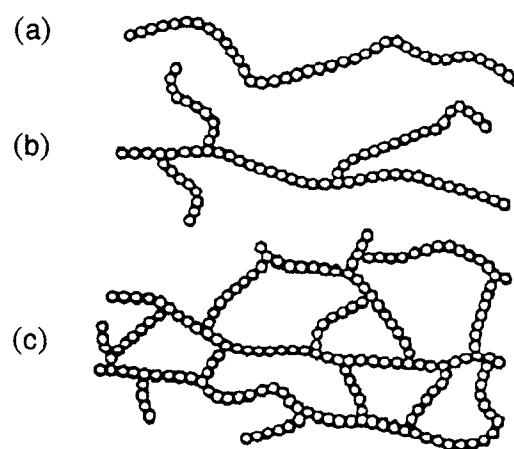
Hemijsku strukturu polimera određuju broj i vrsta monomera od kojih se polimer sastoji kao i način na koji su oni međusobno povezani [3]. Polimer može biti izgrađen od samo jedne vrste monomera - *homopolimer* (slika 1.1a ), ili od dve ili više vrsta monomera - *kopolimer*. Monomeri u kopolimeru mogu biti tako raspoređeni da grade *statistički (stohastički)* - slika 1.1b, *regularni (alternirajući)* - slika 1.1c, *blok-*

*kopolimer* - slika 1.1d ili *kalemlijeni (graftovani)* kopolimer - slika 1.1e. Kod statističkog kopolimera različiti monomeri se redaju bez reda dok kod alternirajućeg se oni smenjuju pravilno. U slučaju blok-kopolimera pravilno se smenjuju grupe (blokovi) monomera, a u kalemljenim (graftovanim) kratki lanci jednog tipa monomera kalemljeni su na glavni lanac drugog tipa monomera [1, 2].

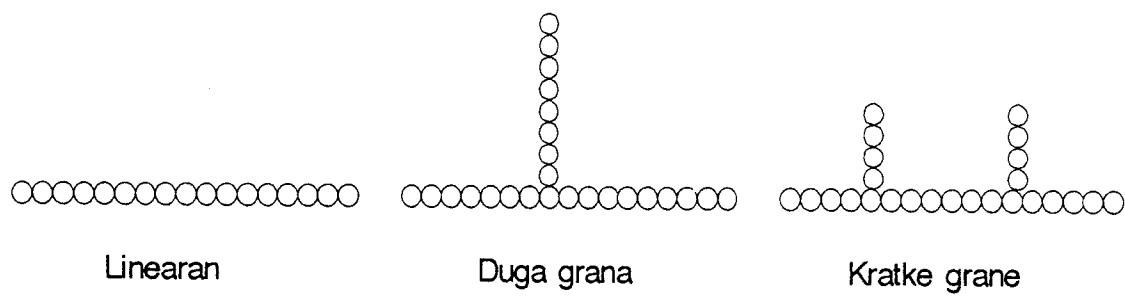


Slika 1.1 (a) Homopolimer, (b) - statistički (stohastički) kopolimer, (c) - regularni (alternirajući) kopolimer, (d) - blok-kopolimer, (e) - kalemljeni (graftovani) kopolimer.

Monomeri mogu biti poređani u jednom nizu (lancu) - to je *linearni* polimer, zatim mogu biti poređani tako da uz glavni niz postoje i bočni - *razgranati* polimer, a takođe mogu da budu i u trodimenzionalnoj mreži - *umreženi* polimer (slika 1.2). Linearni makromolekul ima samo dve krajne grupe, odnosno svaki monomer u lancu je vezan samo sa dva susedna monomera. U razgranatim makromolekulima na neke od monomera u glavnom lancu vezani su bočni lanci. Bočni lanci mogu biti kratki i dugi što dovodi do različitih fizičkih osobina takvih polimera [1, 2] (slika 1.3). Ako se bočni lanci međusobno vežu hemijskim vezama nestaje osnovni lanac - svi su monomeri spojeni u trodimenzionalnu mrežu. Umreženi polimeri imaju bitno drugačije osobine u odnosu na linearne polimere sačinjene od istih monomera.



Slika 1.2 *Opšti izgled makromolekula: (a) - linearni makromolekul, (b) - razgranati makromolekul, (c) - umreženi makromolekul.*



Slika 1.3 *Linearni polimer i polimeri sa bočnim lancima.*

Monomeri i bočne grupe mogu biti međusobno povezane jednostrukim, dvostrukim ili trostrukim kovalentnim vezama. Fragmenti makromolekula povezani jednostrukim vezama lako mogu da rotiraju oko ose koja sadrži tu vezu pri čemu se može obrazovati neplanarna spiralna konformacija lanca, dok u slučaju jačih dvostrukih i trostrukih veza ove rotacije su praktično neostvarive usled čega takvi polimerni lanci imaju uglavnom planarnu strukturu [4].

Primer planarne "cik-cak" strukture makromolekula sreće se kod polimera sa najjednostavnijom hemijskom formulom - *polietilena* (PE). Strukturalna formula ovog polimera može se napisati u obliku



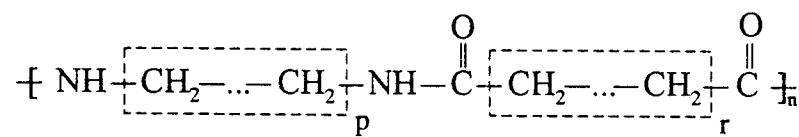
Monomerne jedinice čine CH<sub>2</sub> grupe međusobno povezane u savitljiv (gibak) lanac koji, ako se nalazi izolovan u rastvoru, ima grozdastu formu (klaster-forma).

U zavisnosti od stepena grananja i dužine bočnih grana, kao i molarne mase razlikuje se više tipova PE:

- PENG, polietilen niske gustine sa dugačkim bočnim granama. Gustina ovog materijala je oko 0.91 g/cm<sup>3</sup>, a bočne grane uslovjavaju otežano pakovanje (kristalizaciju) ovog polimera. U skladu sa tim fizička svojstva su mu specifična: niža tačka topljenja, žilavost, otporan na udar itd.
- PESG, polietilen srednje gustine sa većim brojem (kratkih) bočnih grana.
- PEVG, polietilen visoke gustine sa malim brojem kratkih bočnih grana. Ovaj materijal ima višu tačku topljenja, bolje kristališe, a gustina mu je oko 0.94 g/cm<sup>3</sup>.
- UHMWPE (Ultra High Molecular Weight Polyethilene)

Dok gore nabrojani tipovi PE imaju molarne mase od 400000 do 800000, UHMWPE ima molarnu masu od milion do nekoliko miliona. PE ultravisoke molarne mase ne može prelaziti u rastop i prerađuje se posebnim postupcima za razliku od klasičnih PE. Gustina ovog materijala je oko 0.96 g/cm<sup>3</sup>, ima izuzetno veliku otpornost na habanje i udar.

Hemijska struktura makromolekula odražava se i na *stepen gipkosti* kako linearnih, tako i umreženih polimera. Dobar primer koji ilustruje uticaj hemijskog sastava na opštu konformaciju polimernog lanca može se uočiti kod alifatičnih i aromatičnih poliamida. Alifatični poliamidi (*NYLON*) su veoma rasprostranjeni sintetski polimeri čiji se monomer može predstaviti sledećom strukturalnom formulom:



Ako se oba gipka alifatična niza ( $\text{CH}_2-\dots-\text{CH}_2$ ) u monomernoj jedinici NYLON-a zamene krutim aromatičnim prstenima, dobija se makromolekul sa umanjenom gipkošću koji ne preferira "klaster" (grozdasto) konformaciju, već je konformacija ovako krutog lanca pretežno ispružena. Ovakvi polimeri, poseduju sposobnost kristalizacije i grade kristalne oblasti sa ispravljenim lancima. Tako dobijeni aromatični *poliamidi (aramidi)* predstavljaju materijal izuzetne jačine i mehaničkog modula u pravcu duž kojeg se pružaju polimerni lanci (*KEVLAR vlakna*).

Sa fizičkog aspekta razlikuju se dve strukturne građe polimera: *molekularna* i *nadmolekularna*. Struktura makromolekula podrazumeva hemijski sastav, način povezivanja atoma i osnovnih motiva u makromolekulu, konfiguraciju (prostorni raspored atoma ili atomskih grupa) i konformaciju tj. geometrijski oblik molekula u prostoru. Nadmolekularna struktura podrazumeva međusobni raspored makromolekula i način njihovog organizovanja u više strukturne oblike: lamele, lente, sferulite, fibrile itd. [2]. Često se nadmolekularna struktura polimera označava kao morfologija polimera.

## 1.2 MOLEKULSKA MASA POLIMERA

Proces polimerizacije, u laboratoriji ili industriji (sintetski polimeri), dovodi uvek do pojave polimernih lanaca različitih dužina (masa) za razliku od biopolimera (npr. DNK) koji su uvek iste dužine. Uzroci formiranja lanaca nejednakih dužina su [1]:

1. Termodinamička granica rasta lanca kao posledica zakona o dejstvu masa, granica koja se retko dostiže.
2. Kinetičko ograničenje. Naime, sa povećanjem dužine lanaca njihov rast se usporava. Raspodela dužina lanaca je statistička i može biti predviđena matematički.

Iz ovih razloga molekularna masa polimera se može okarakterisati samo srednjim vrednostima koje se mogu eksperimentalno odrediti. U tom smislu definišu se:

$$Srednja brojna molekulska masa: \quad \overline{M}_n = \frac{\sum n_x M_x}{\sum n_x}$$

$$Srednja masena molekulska masa: \quad \overline{M}_m = \frac{\sum n_x M_x^2}{\sum n_x M_x}$$

gde je  $M_x$  molekularna masa molekula sa stepenom polimerizacije  $x$ , a  $n_x$  je broj takvih molekula [1, 2].

Širina raspodele molekulskih masa definiše se odnosom  $M_n/M_m$  koji je kod sintetskih polimera uvek veći od jedinice, dok kod bioloških makromolekula širina raspodele je uska i  $M_n/M_m$  teži jedinici.

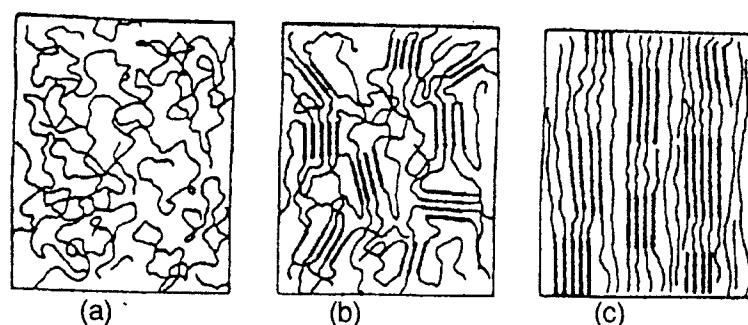
### 1.3 FIZIČKA STANJA POLIMERA

Polimeri se mogu klasifikovati prema njihovom fizičkom stanju u dve grupe: *amorfni* i *kristalični polimeri*. Međutim, ova klasifikacija ne sadrži oštru granicu zbog toga što kristalični polimeri sadrže i amorfnu komponentu, dok amorfni polimeri mogu ispoljavati neke oblike uređenosti makromolekula. Polimer je kristaličan ukoliko se pri difraciji rentgenskog zračenja na polimeru registruju Bragove refleksije, a u suprotnom je amorf. U tom slučaju rasejanje X-zraka je difuzno [1]. Amorfno stanje može biti: staklasto, tečno (ovo stanje se u slučaju polimera realizuje u rastopu i naziva visokofluidno) i gumasto (u kojem je polimerni materijal podložan izvanredno velikim elastičnim mehaničkim deformacijama) [2].

Posebnu klasu čine tečno-kristalni polimeri (*termotropni* i *liotropni*) kod kojih su ili u osnovnom lancu ili u bočnim grupama sadržani relativno dugački kruti segmenti. U tečno-kristalnom stanju polimerni materijal ispoljava svojstvo anizotropije.

Ako je polimer kristaličan onda on ima pored amorfnih i kristalno sređena područja. Kristalna područja u materijalu mogu dalje da se organizuju; primer za to je orientisani kristalični polimer, što predstavlja viši stepen uređenosti i gde za čitav uzorak postoji neki preferisani smer, tj. isti smer istaknut u svim uređenim područjima (slika 1.4). Dimenzije uređenih područja često su manje od dimenzija makromolekula,

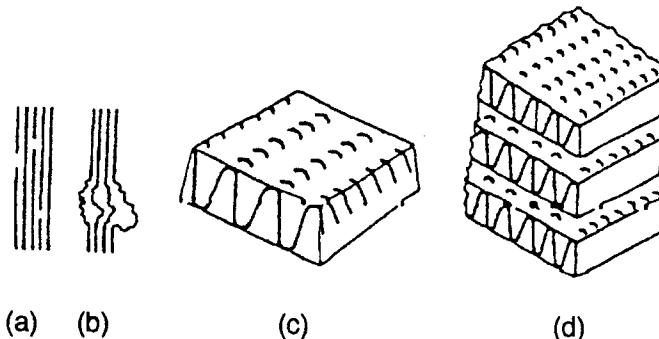
što znači da isti makromolekul može svojim pojedinim delovima da pripada područjima različite uređenosti [2].



Slika 1.4 Nadmolekulska organizacija makromolekula u: (a) - amorfnom, (b) - kristaličnom i (c) - orientisanom kristaličnom polimeru

Savitljivi polimerni lanci pri kristalizaciji iz rastvora ili rastopa mogu formirati lamele. Slaganjem lamele dobijaju se lamelarni kristali sa izvesnim stepenom amorfnosti [4]. Pri uslovima brze kristalizacije lamele se organizuju u sfelurite koji predstavljaju polikristalične morfološke forme. S obzirom da je dužina makromolekula mnogostruko veća od debljine lamele, sledi da makromolekul unutar lamele mora biti regularno savijen. Prepostavlja se da rast sferulita počinje tako što se najpre stvaraju snopovi linearnih makromolekula, kao jezgro što je najniži stepen uređenosti za takve makromolekule (slika 1.5 a). Makromolekuli tokom kristalizacije se organizuju kao svojevrsna kristalna rešetka. Ako se pojavi neka neregularnost, npr. neka primesa, prepreka u rastu i slično, u pojedinim područjima može doći do pojave nesređenih, amorfnih oblasti (slika 1.5 b). Molekul se ne pruža neograničeno u jednom smeru, pošto je sa stanovišta smanjenja površinske energije povoljnije da se molekul nakon određene dužine (koja npr. za polietilen iznosi 10-12 nm) zaokrene i naredni deo molekula kristališe paralelno prethodnom delu, ali u suprotnom smeru. Tako se formiraju tzv. *lente*, koje još uvek imaju višak površinske energije, pa se udružuju u lamele (slika 1.5 c). Dalje smanjenje površinske energije postiže se slaganjem jedne lamele na drugu, ali pošto ta promena nije velika, često se dešava

da je jedna lamela pomaknuta u odnosu na drugu. Ako su uslovi kristalizacije povoljni obrazuje se monokristali koji takođe ispoljavaju specifičnosti makromolekula kao strukturne jedinice (slika 1.5 d). Monokristali polimera imaju srazmerno nisku simetriju, obično rastu izduženi u jednom smeru ili pljosnato u dva smera i lako se raspadaju u lamele [2].



Slika 1.5 *Nastajanje dalekog poretna u linearom polimeru: (a) - snopovi makromolekula, (b) - neregularnost, (c) - lente udružene u lamele i (d) - monokristal polimera*

Postoje takozvani *fibrilarni kristali* obrazovani od mnoštva tanjih mikrofibrila (mikrovlakana). Orijentisani polimerni uzorak može kristalisati u neobičnoj formi *ražnjića* (shish-kebab model) - slika 1.6, gde su bočne lamele formirane od naboranih molekula prirasle na centralno jezgro koga čine dugi opruženi molekuli. U odsustvu orientacije nastaju sferuliti prikazani na slici 1.7, izgrađeni od lamelarnih ili fibrilarnih kristalita. Pakovanjem raznih oblika nadmolekularnih formi mogu se obrazovati materijali raznovrsne strukture, sa različitim stepenom amorfnosti [4].



Slika 1.6 *Forma ražnjića (shish-kebab)*



Slika 1.7 *Sferuliti*

Elementi uređenosti i neuređenosti mogu se pojaviti u obrnutim ulogama. Polimer sklupčan u globulu (slika 1.8) čini ogroman, asimetrični i neuređen strukturni motiv. Pravilnim redanjem ovakvih globula formiraju se globularni kristali [3].



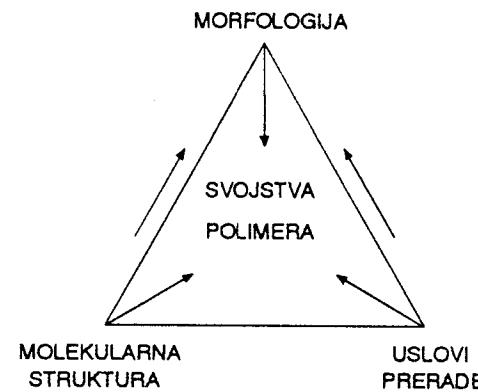
Slika 1.8 *Globula*

Konačna svojstva proizvoda dobijenih od polimernih materijala, koji mogu kristalisati, u velikoj meri zavise kako od strukture na molekularnom nivou, tako i od nadmolekulske strukture (morfologije) ostvarene u toku tehnološkog postupka prerade. Morfologija polimera izučava strukturu i formu polimera, polimernih smeša i kompozitnih sistema na nadmolekularnom nivou. Istraživanje morfologije predstavlja značajnu oblast u karakterizaciji polimera.

Struktura polimernih materijala koji mogu kristalisati može se uspešno ispitivati rasejanjem X-zraka ili rasejanjem svetlosti. Pri tome uređenosti koje se javljaju na molekularnom nivou (unutar kristalnih domena) uslovjavaju rasejanje X-zraka pod velikim Bragovim uglovima (WAXS) dok uređenosti morfoloških elemenata, tj. uređenost na nadmolekularnom nivou uslovjava rasejanje X-zraka pod malim ( $< 2^\circ$ ) uglovima (SAXS). Analogno tome, veoma krupne morfološke forme kao što su sferuliti odgovorni su za rasejanje svetlosti pod malim uglovima (SALS) dok makromolekuli u razblaženim rastvorima predstavljaju sistem koji rasejava svetlost pod velikim uglovima (WALS).

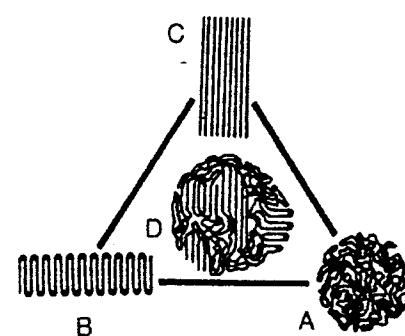
Pored morfoloških karakteristika, za potpuno opisivanje nadmolekularne strukture polimera značajne su još pokretljivost i vreme života (kinetička stabilnost) pojedinih strukturnih elemenata.

Iako mnoga svojstva polimera bitno zavise direktno od njihove molekularne građe, ne manju ulogu u odnosu na krajnja svojstva ima i nadmolekularna građa polimera. Ona, opet, zavisi, kako od strukture makromolekula, tako i od uslova prerade. Na dijagramu (slika 1.9) je prikazana šema međusobnih uticaja molekularne i nadmolekularne građe kao i uslova prerade na krajnja svojstava polimera.



Slika 1.9 Šema međusobnog uticaja molekularne strukture, morfologije polimera i uslova prerade na svojstva polimera.

Konformacija makromolekula unutar kristalnih domena, u zavisnosti od spoljašnjih uslova prilikom kristalizacije, može varirati između dva krajnja modela: *modela savijenih lanaca* i *micelarnog modela* u kome su lanci ispravljeni (slika 1.10). Zato, u zavisnosti od načina prerade, pri očvršćavanju polimera, mogu nastati različite nadmolekularne forme. U odsustvu spoljašnjeg polja sila polimer kristališe tako da kristalni domeni zauzimaju različite prostorne orientacije. Oni se organizuju u nadmolekularne forme kao što su lamele i sferuliti. Primenom deformacionih sila u pojedinim pravcima, dolazi do reorganizacije nadmolekularne građe polimera. Pri tome kristalni domeni poprimaju određenu orijentaciju u prostoru, a delovi lanaca iz amorfnih oblasti mogu se ispravljati. U tom slučaju nastaju fibrilno - lamelarne ili fibrilne morfološke forme [5].



Slika 1.10 Konformacija makromolekula unutar kristalnih domena: A-amorfni polimer; B-savijeni lanci; C-micelarni model; D-mešana konformacija [8].

## 1.4 STEPEN KRISTALIČNOSTI

Značajna globalna karakteristika kristaličnih polimera je *stepen kristaličnosti*. Ova veličina se može definisati preko raznih fizičkih karakteristika polimernih materijala koje zavise od međusobnog odnosa kristalne i amorfne faze polimera. Stepen kristaličnosti polimera se definiše kao maseni udeo kristalne faze uzorka. Za kvantitativno određivanje stepena kristaličnosti koriste se: termodinamičke, difrakcione i spektroskopske metode [1].

### Termodinamičke metode

#### a) *Metod gustine* $\rho$

Ako se stepen kristaličnosti obeleži sa  $\chi_c$  onda je:

$$\chi_c = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \quad (1.1)$$

gde je  $\rho$  gustina ispitivanog uzorka,  $\rho_c$  se odnosi na gustinu čisto kristalnog stanja, a  $\rho_a$  se odnosi na gustinu čisto amorfног stanja. Ako je kristalna struktura poznata (ili bar dimenzije elementarne ćelije i broj lanaca u ćeliji)  $\rho_c$  je poznata veličina. Međutim, određivanje  $\rho_a$  može predstavljati problem ako se polimer ne može dobiti u potpuno amorfnom stanju na temperaturi na kojoj se određuje stepen kristaličnosti.

#### b) *Kalorimetrijska metoda*

Ovom metodom se stepen kristaličnosti određuje kao:

$$\chi_c = \frac{\Delta H}{\Delta H_c}$$

gde je  $\Delta H$  toplota fuzije ispitivanog uzorka, a  $\Delta H_c$  odgovarajuća toplota potpuno kristalnog polimera.

### Difrakcione metode

Ove metode se u osnovi zasnivaju na oceni odnosa rasejanih intenziteta na amorfnoj i kristalnoj komponenti pri difrakciji X-zraka na uzorku polimera.

### Spektroskopske metode

Glavne spektroskopske metode su infracrvena spektroskopija i metod nuklearne magnetne rezonance [1]. Izvesne karakteristike u infracrvenom spektru su osetljive na konfiguraciju i/ili pakovanje lanaca u kristalu i zbog toga se mogu koristiti za procenu stepena kristaličnosti. Metod nuklearne magnetne rezonance se zasniva na merenju odnosa oštrih i razmazanih rezonantrnih maksimuma koji potiču od amorfног i kristalног dela, a zatim se iz tog odnosa određuje stepen kristaličnosti.

Imajući u vidu značaj određivanja stepena kristaličnosti polimernih materijala, u ovom radu dat je opis konstrukcije i postupka za rad novog laboratorijskog uređaja za tačno i brzo merenje gustine polimernih materijala, prema tome i mogućnost određivanja stepena kristaličnosti ovom metodom.

## 2. DEO

### 2.1 OPIS EKSPERIMENTA

Merenje gustine tela metodom gradijentne hidrostatičke kolone zasniva se na principu jednakosti sile potiska i težine tela uronjenog u fluid u gravitacionom polju. Principe ove metode dao je prvi Galileo Galilej 1638. godine, a ponovo je razmatran od strane Linderstrom-Langa 1937. godine [6]. Metod gradijentne hidrostatičke kolone je prihvaćen kao najbolji način merenja gustine raznih plastičnih i drugih čvrstih materijala. Ova metoda je primenjiva za merenje gustine uzoraka u obliku filma, vlakana, malih uzoraka plastičnih i drugih materijala i za određivanje raspodele gustine kod praškastih uzoraka. Moguće je merenje gustine od  $0.80 - 2.70 \text{ g/cm}^3$  u zavisnosti od gustine tečnosti koje se koriste za formiranje kolone. Posebna prednost ove metode je mogućnost dobijanja brzih i veoma tačnih rezultata kao i istovremeno merenje gustine više uzoraka. Ova metoda zadovoljava zahteve ASTM D 1505-60T i BS 3715 standarda [6].

U providnu staklenu cev, napunjenu tečnošću konstantnog gradijenta gustine duž cevi, unosi se uzorak koji prestaje da tone na mestu gde je gustina tečnosti jednaka gustini uzorka. Na taj način se izbegava merenje mase i zapremine što zнатно olakšava određivanje gustine. Postoji široka oblast primene ove metode, a najčešća je za precizno određivanje gustine polimernih materijala kao što su: najlon, PUR-elastomeri, polietilen, polipropilen i drugi plastični materijali. Tačno određivanje

gustine polimera koji mogu kristalizati je bitno za određivanje njihovog stepena kristaličnosti. Takođe se može koristiti i za staklene uzorke, minerale kao i druga čvrsta tela kada je primena piknometrijske metode nepogodna ili nedovoljno tačna. S obzirom da je ova metoda vrlo osjetljiva, moguće je, tokom vremena, posmatrati i hemijske reakcije koje se eventualno odvijaju u uzorku u toku merenja. Na osnovu merenja gustine ovom metodom, može se sa velikom preciznošću odrediti i prisustvo raznih nečistoća u uzorku [6]. Takođe se može izvršiti i njihova identifikacija, što može koristiti prilikom sudskih veštačenja i u kriminalistici.

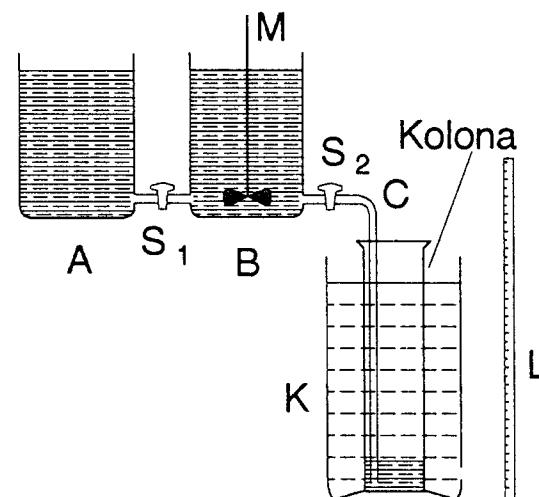
## 2.2 OPIS APARATURE I POSTUPKA MERENJA

U ovom radu korišćena je staklena cev - kolona prečnika 5 cm i visine 110 cm. Da bi se uspostavio konstantan gradijent gustine tečnosti u cevi, koriste se dve tečnosti različitih gustina. Obe tečnosti moraju biti iste polarnosti da bi njihovo mešanje bilo moguće. Gustine upotrebljenih tečnosti određuju radni opseg mernog uređaja.

Na slici 2.1 [7] prikazana je skica aparature za punjenje gradijentne kolone i postizanje konstantnog gradijenta gustine tečnosti u koloni. Aparatura za punjenje se sastoji od dva suda A i B. U sudu A se nalazi tečnost veće gustine, a u sudu B tečnost manje gustine. Slavinama  $S_1$  i  $S_2$  se reguliše protok tečnosti kojom se kroz tanku staklenu cev C puni kolona. Završetak ove cevi nalazi se nešto malo iznad dna kolone ( $\approx 5$  mm).

Pre početka punjenja kolone sudovi A i B napune se odgovarajućim tečnostima do jednakih nivoa, sa ukupnom količinom obe tečnosti koja približno odgovara zapremini kolone. Na početku punjenja kolone najpre se pušta tečnost manje gustine (iz suda B) preko slavine  $S_2$ , a odmah zatim se otvara i slavina  $S_1$  da bi došlo do mešanja dve tečnosti u sudu B. Mešalica M u sudu B obezbeđuje homogenost mešavine. S obzirom da u sud B konstantno pritiče tečnost veće

gustine, gustina mešavine u sudu B se postepeno povećava, a time i gustina tečnosti koja dospeva na dno kolone. Na taj način na dno kolone stalno dotiče sve



Slika 2.1 Šema aparature za merenje gustine

gušća tečnost, koja potiskuje lakše slojeve na gore u toku punjenja kolone. Važno je da tokom ovog postupka protoci (kroz  $S_1$  i  $S_2$ ) budu konstantni čime se obezbeđuje konstantan gradijent gustine u koloni. Postupak punjenja kolone traje oko 45 min. Protoci ne smeju da budu suviše veliki da bi se omogućilo homogeno mešanje tečnosti u sudu B.

Standardna merenja gustine polimernih materijala ovom metodom vrše se pri temperaturi tečnosti u koloni od  $23 \pm 0.1^\circ\text{C}$  [7]. U tu svrhu se kolona smešta u termostatirano vodeno kupatilo K koje okružuje kolonu. Radi sprečavanja isparavanja tečnosti iz kolone i radi zaštite od prašine, neophodno je kolonu zatvoriti nakon punjenja pogodnim zaptivačem [6].

### 2.3 FORMIRANJE GRADIJENTNE KOLONE

U tabeli 2.1 date su tečnosti koje se mogu koristiti za punjenje kolone. Takođe se mora voditi računa o tome da korišćene tečnosti ne rastvaraju uzorak. Osim kombinacija tečnosti navedenih u tabeli 2.1 mogu se koristiti i druge

kombinacije kao i druge pogodne tečnosti u zavisnosti od opsega gustine u kom se želi vršiti merenje. To je u ovom radu i učinjeno korišćenjem kombinacija *etanol - voda* ( $0.80 - 1.00 \text{ g/cm}^3$ ) i *etanol - dietilenglikol* ( $0.80 - 1.11 \text{ g/cm}^3$ ). Navedene tečnosti su pristupačne na našem tržištu i nisu toksične. Kombinacija ovih tečnosti omogućava formiranje gradijentne kolone koja je pogodna za merenje gustine poliolefina.

U početku je korišćena kombinacija tečnosti *etanol - voda*. Međutim, pojavio se problem stvaranja mehurića vazduha prilikom punjenja kolone, što je dovelo do zastoja u punjenju i do neravnomernog gradijenta gustine tečnosti. Mehurići vazduha

Tabela 2.1 *Pregled tečnosti koje se mogu koristiti za punjenje kolone i njihove gustine*

Tečnosti	Gustina [ $\text{g/cm}^3$ ]
Metanol - Benzil alkohol	0.80 - 0.92
Izopropanol - Voda	0.79 - 1.00
Izopropanol - Dietilenglikol	0.79 - 1.12
Etanol - Ugljentetrahlorid	0.79 - 1.59
Etanol - Voda	0.79 - 1.00
Toluen - Ugljentetrahlorid	0.87 - 1.54
Voda - Natrijum-bromid	1.00 - 1.41
Voda - Kalcijum-nitrat	1.00 - 1.60
Ugljentetrahlorid - 1.3 Dibrompropan	1.60 - 1.99
1.3 Dibrompropan - Etilen bromid	1.99 - 2.18
Etilen-bromid - Bromoform	2.18 - 2.89
Ugljentetrahlorid - Bromoform	1.69 - 2.89
Tetrahloretilen - Bromoform	1.55 - 2.70

su se takođe skupljali na uzorcima i kalibracionim kuglicama koje su se nalazile u koloni što je prouzrokovalo njihovo lagano periodično podizanje i spuštanje zbog odvajanja i formiranja novih mehurića vazduha tokom vremena. Ovaj problem se mogao rešavati na tri načina:

- zagrevanjem vode do tačke ključanja,
- primenom vakuma na površinu kolone i
- dodavanjem 0.5 procentnog vodenog rastvora natrijum-acetata.

U ovom radu su korišćeni prvi i treći postupak, ali nisu dobijeni očekivani rezultati u potpunom eliminisanju mehurića vazduha. Zbog toga se prešlo na kombinaciju tečnosti *etanol - dietilenglikol* i pri tome se mehurići vazduha nisu pojavljivali.

Da bi se u koloni postigao potreban opseg gustina od približno 0.85 - 1.00 g/cm<sup>3</sup> načinjene su polazne smeše ovih tečnosti, za sudove A i B tako da je u konkretnom slučaju dobijen opseg gustina od 0.862 - 0.986 g/cm<sup>3</sup>. Ove granične gustine polaznih smeša tečnosti mogu se podešavati kombinovanjem raspoloživih tečnosti na sledeći način: ako sa  $m$  označimo ukupnu masu smeše dve tečnosti u jednom od sudova A (ili B), koja se dobija od tečnosti gustine  $\rho_1$  (mase  $m_1$  i zapremine  $V_1$ ) i tečnosti gustine  $\rho_2$  (mase  $m_2$  i zapremine  $V_2$ ), tada važi:

$$m = m_1 + m_2 \quad (2.1)$$

i

$$V = V_1 + V_2 \quad (2.2)$$

gde su  $m$  i  $V$  masa i zapremina polazne smeše u sudu A (odnosno B). Pri tome zapremina polazne smeše u svakom od sudova treba da iznosi polovinu zapremine gradijentne kolone.

Ako se (2.1) podeli sa  $V$  dobija se:

$$\bar{\rho} = \frac{m_1}{V_1} \cdot \frac{V_1}{V} + \frac{m_2}{V_2} \cdot \frac{V_2}{V} \quad (2.3)$$

gde je  $\bar{\rho}$  gustina polazne smeše koja se želi postići u datom sudu. Iz (2.3) sledi da je:

$$\bar{\rho} = \rho_1 \cdot V_1 / V + \rho_2 \cdot V_2 / V. \quad (2.4)$$

Na osnovu izraza (2.2) i (2.4) mogu se izračunati zapremine tečnosti  $V_1$  i  $V_2$  čije su gustine  $\rho_1$  i  $\rho_2$  i koje je potrebno pomešati da bi se u svakom od sudova za punjenje kolone postigla odgovarajuća gustina  $\bar{\rho}$  polazne smeše (uz uslov  $\rho_1 > \rho_2$ ):

$$V_1 = V \cdot \frac{\bar{\rho} - \rho_2}{\rho_1 - \rho_2}, \quad (2.5)$$

$$V_2 = V - V_1. \quad (2.6)$$

Koristeći gornje izraze podešena je gustina smeše dietilenglikol-ethanol u sudu A:  $\bar{\rho}_1 = 0.986 \text{ g/cm}^3$  ( $V_1 = 0.75 \text{ l}$  i  $V_2 = 0.50 \text{ l}$  pri ukupnoj zapremini smeše u sudu A od  $V = 1.25 \text{ l}$ ), a u sudu B,  $\bar{\rho}_2 = 0.862 \text{ g/cm}^3$  ( $V_1 = 0.25 \text{ l}$  i  $V_2 = 1.00 \text{ l}$  pri istoj ukupnoj zapremini smeše kao i za sud A).

## 2.4 KALIBRACIJA GRADIJENTNE KOLONE

Kalibracija kolone se vrši pomoću standardnih staklenih kuglica poznate gustine. Kalibracione kuglice treba da budu takvih gustina da rastojanje između njih, kada se unesu u kolonu, bude najviše oko 25 cm (minimalno četiri interpolacione tačke [7]). Položaj uzorka ili standardne kuglice u koloni se određuje pomoću lenjira L sa milimetarskom podelom (slika 2.1). U radu je korišćeno šest staklenih kuglica firme TECHNE INCORPORATED, koje su dobijene na korišćenje od laboratorije "Gama" u Vinči i čije su gustine poznate do na četvrtu decimalu u jedinicama  $\text{g/cm}^3$ . Gustine ovih kalibracionih kuglica su iznosile 0.8846, 0.9046, 0.9250, 0.9449, 0.9650 i 0.9846  $\text{g/cm}^3$ .

Na osnovu određivanja položaja kalibracionih kuglica u koloni, vrši se linearna interpolacija gustine tečnosti duž kolone. Dobijena interpolaciona linija predstavlja pravu ako je postignut linearan gradijent smeše:

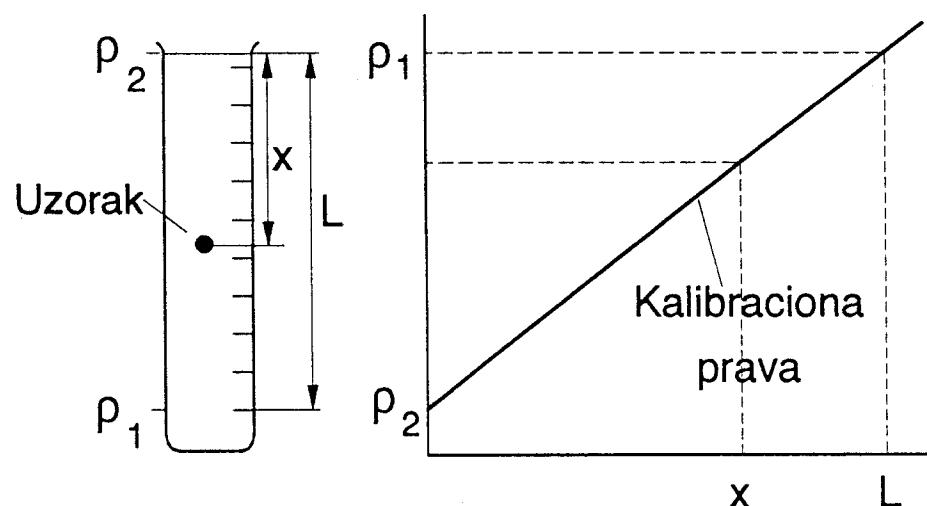
$$\rho = A + B \cdot x. \quad (2.7)$$

Kalibraciona linija (slika 2.2) služi za određivanje gustine nepoznatog uzorka. Merenje gustine uzorka se vrši na osnovu određivanja njegovog položaja u koloni na kojem on lebdi. Pod tim se podrazumeva položaj centra zapremine uzorka. Umesto određivanja položaja uzorka od gornje granice tečnosti (dubina), često se taj položaj određuje od dna (visina), kao što je to urađeno u ovom radu, tako da kalibraciona prava ima negativan koeficijent pravca.

Ovom metodom se postiže tačnost merenja gustine na četvrtu decimalu [7]. Osetljivost merenja gustine ovom metodom definiše se kao odnos opsega gustine u mernoj koloni i visine kolone, a izražava se u jedinicama gustine po mm.

Pri rezoluciji merenja položaja od 1 mm i visini tečnosti u koloni od  $L=1000$  mm, osetljivost merenja ( $S$ ), za interval gustine od  $\Delta\rho\approx0.1$  g/cm<sup>3</sup>, iznosi:

$$S = \frac{\Delta\rho}{L} \approx 1 \cdot 10^{-4} (\text{g/cm}^3) / \text{mm}. \quad (2.8)$$



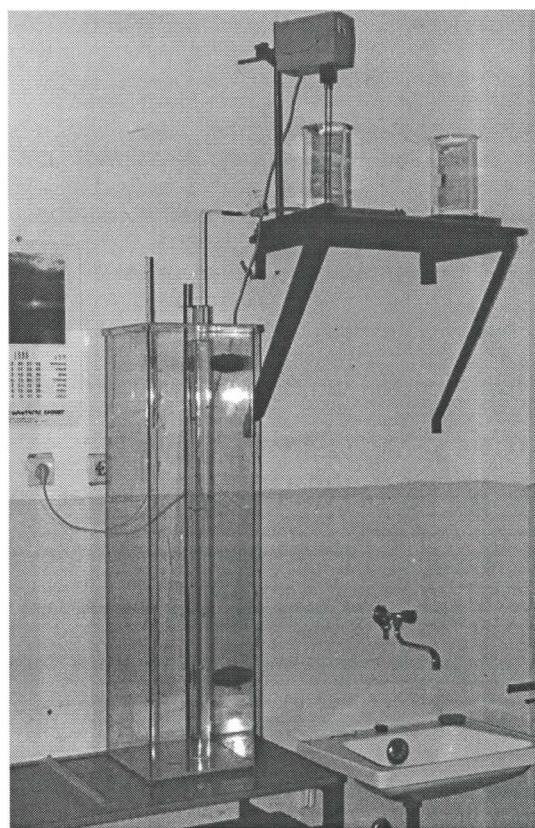
Slika 2.2 Kalibracija aparature

Uzorci čija se gustina meri ne moraju biti pravilnog oblika, ali ne smeju biti ni tanki filmovi zbog pojave površinskog napona na njihovoj površini. Takođe se mora voditi računa o tome da se površina uzorka u pripremi ne ošteti, jer se na tim

mestima mogu zadržati mehurići vazduha, usled čega bi se uzorak u koloni našao na mestu koje ne odgovara njegovoj stvarnoj gustini. Dimenzije uzorka ne bi trebalo da su veće od četvrtine dijametra cevi-kolone, da se ne bi remetio gradijent gustine [7].

Uzorci se pažljivo spuštaju u kolonu kako bi se gradijent gustine što manje narušavao. Uzorci se ne vade posle svakog merenja, već se ostavljaju u koloni da bi se što duže održao konstantan gradijent gustine. Međutim, prilikom vađenja uzorka iz istog razloga se to vrši polako, specijalno napravljenom košaricom, pri čemu se uzorak lagano izvlači iz kolone. Ukoliko su ti zahtevi ispunjeni trajnost kolone može biti i do nekoliko meseci [6]. Stabilnost kolone se dugotrajno održava takođe i usled vrlo spore difuzije primenjenih tečnosti.

Na slici 2.3 je prikazana fotografija realizovane gradijentne kolone.



Slika 2.3 Fotografija realizovane gradijentne kolone.

### 3. DEO

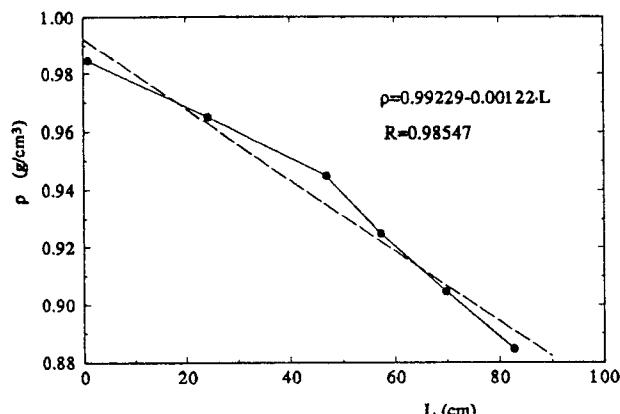
#### 3.1 REZULTATI KALIBRACIJE GRADIJENTNE KOLONE POMOĆU STANDARDNIH (FLOTACIONIH) KUGLICA

U prvom pokušaju formiranja gradijentne kolone korišćena je kombinacija tečnosti etanol - voda. Međutim, prilikom punjenja, usled pojave mehurića vazduha u slavinama i cevi za punjenje dolazilo je do neravnomernog punjenja što je narušavalo linearnost gradijenta gustine tečnosti u koloni. Mehurići su se, takođe, pojavili i oko kalibracionih kuglica i drugih uzoraka unetih u kolonu, tako da su uzorci tokom vremena oscilovali prilikom otpuštanja i stvaranja novih mehurića. Voda u sudu za punjenje kolone (sud A) je prokuvavana međutim to nije rezultovalo u nestanku mehurića vazduha. Dodavanje natrijum-acetata u kolnu dovelo je samo do delimičnog uklanjanja mehurića, ali ne i do njihove potpune eliminacije.

U tabeli 3.1 dati su rezultati kalibracije kolone u prisustvu nepoželjnih mehurića vazduha. Grafički su ti rezultati prikazani na slici 3.1. Sa slike se vidi da rezultati merenja vidno odstupaju od linearne zavisnosti gradijenta gustine što se može zaključiti na osnovu velikog rasturanja tačaka oko prave linije koja predstavlja linearni fit kroz merene tačke (isprekidana linija). Takođe se vidi da postoji i prelom u merenim rezultatima (puna linija), što ukazuje na diskontinuitet gradijenta gustine u koloni.

**Tabela 3.1 Rezultati kalibracije sa kombinacijom tečnosti etanol-voda.**

Broj kuglice	L (cm)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )
1	0.9	0.9846
2	24.2	0.9650
3	46.9	0.9449
4	57.3	0.9250
5	69.8	0.9046
6	82.8	0.8846



**Slika 3.1 Grafički prikaz rezultata iz tabele 3.1 sa jednačinom prave linearog fita i kvalitetom fita ( $R$ ).**

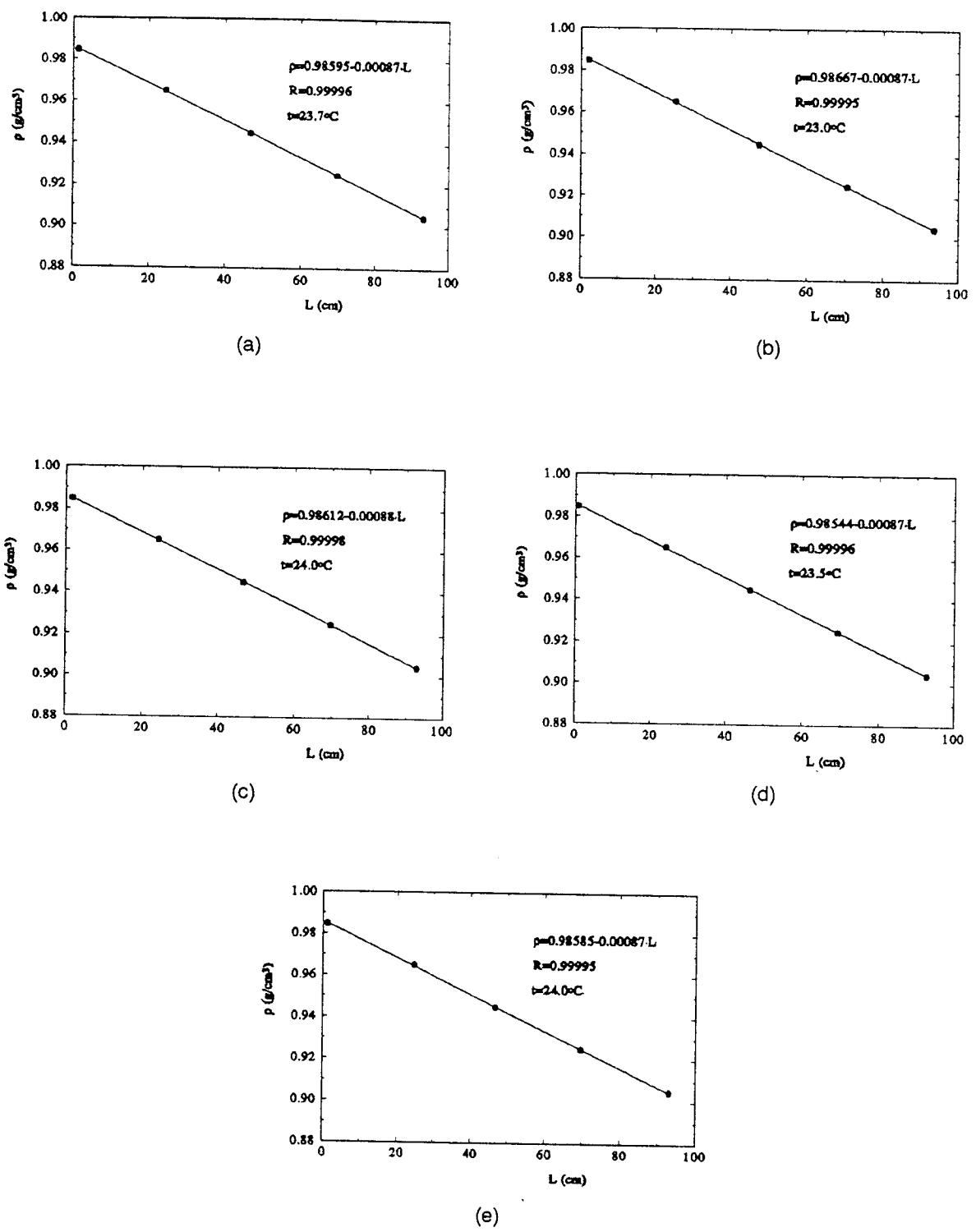
Ovaj diskontinuitet gradijenta gustine je posledica kratkotrajnog zastoja prilikom punjenja kolone do koga je došlo zbog pojave mehurića u slavinama  $S_1$  i  $S_2$ , što je dovelo do različitih nivoa tečnosti u sudovima A i B. Vremensko održanje tog diskontinuiteta ukazuje na sporu difuziju između slojeva različitih gustina. Odavde se zaključuje da pri punjenju kolone ne sme doći do zastoja, jer to dovodi do narušavanja linearnosti kalibracione krive.

Usled ovih problema prešlo se na korišćenje kombinacije tečnosti dietilenglikol- etanol. Prilikom punjenja kolone ovim tečnostima nije dolazilo do pojave nepoželjnih mehurića vazduha usled čega je ostvarena linearna zavisnost između gustine i visine svih standardnih kuglica u koloni. Višednevim posmatranjem kolone uočeno je da se linearost održavala, iako je temperatura oscilovala između 23°C i 24°C.

Neki od rezultata merenja koji su dobijeni na ovaj način dati su u tabeli 3.2 i slici 3.2 a-e, pri čemu se indeksi a-e u tabeli 3.2 odnose na slike 3.2 a-e respektivno.

**Tabela 3.2 Rezultati kalibracije sa kombinacijom tečnosti dietilenglikol - etanol koji su dobijeni tokom nekoliko dana pri temperaturama od 23°C do 24°C sa standardnim kuglicama.**

Broj kuglice	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$L_a$ (cm)	$L_b$ (cm)	$L_c$ (cm)	$L_d$ (cm)	$L_e$ (cm)
1	0.9846	1.3	2.1	1.7	0.7	1.1
2	0.9650	24.5	25.3	24.3	24.0	24.5
3	0.9449	46.8	47.4	46.6	46.3	46.7
4	0.9250	69.8	70.5	69.6	69.3	69.6
5	0.9046	93.2	93.7	92.9	92.8	93.1



Slika 3.2 a-e Grafički prikaz rezultata datih u tabeli 3.2. Pune linije predstavljaju rezultat linearnog fita. Kalibraciona prava i kvalitet fita ( $R$ ) za odgovarajuće temperature su dati na svakom grafiku.

Kvalitet fita R, čija se vrednost za ovih pet merenja kreće od 0.99995 do 0.99998 ukazuje na vrlo jaku linearnu korelaciju dobijenih rezultata.

### 3.2 ODREĐIVANJE GUSTINE NOVIH STAKLENIH KUGLICA I INDUSTRIJSKOG UZORKA POLIETILENA

S obzirom da je kombinacija tečnosti dietilenglikol - etanol dala zadovoljavajuću linearnu zavisnost gustine od visine kalibracionih kuglica, kalibracioni grafik je iskorišćen za određivanje gustine staklenih kuglica izrađenih u Laboratoriji za fiziku polimernih i kompozitnih materijala, da bi se one kasnije mogle koristiti kao etalonske kod formiranja novih kolona. Od većeg broja izrađenih flotacionih kuglica samo četiri su nađene sa srednjom gustinom koja se nalazila u intervalu od 0.90-0.98 g/cm<sup>3</sup>. Iz devet merenja tokom više dana određene su gustine staklenih kuglica, čijim usrednjavanjem su dobijene konačne vrednosti gustina sa odgovarajućom standardnom devijacijom. Ove vrednosti za različite kuglice su date u tabeli 3.3, pri čemu vrednosti u zagradama predstavljaju standardnu devijaciju sa dve značajne cifre.

Tabela 3.3 *Vrednosti gustina novih staklenih kuglica sa standardnom devijacijom u zagradama.*

Broj kuglice	1	2	3	4
$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	0.9794(49)	0.9640(09)	0.9520(14)	0.9070(28)

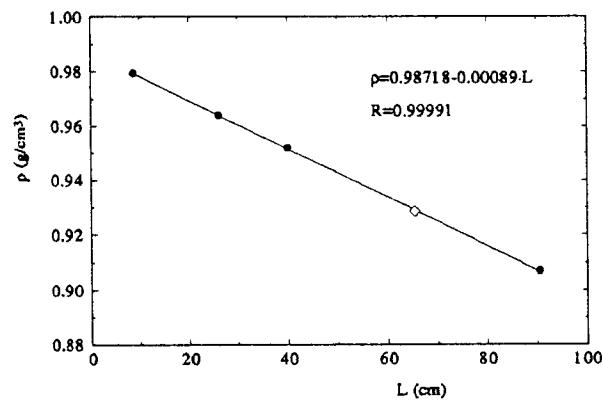
Pored toga, izmerena je i gustina jednog uzorka PENG, sa oko 2.5 % dodatka čadi, koji se koristi za plastiiranje PTT kablova u fabrići NOVKABEL. Dobijena vrednost gustine za ovaj uzorak iznosila je 0.9284 g/cm<sup>3</sup>.

Nakon izvlačenja originalnih etalonskih kuglica iz kolone, u koloni su preostale nove kalibrisane etalonske kuglice i uzorak PENG-a.

U tabeli 3.4 date su vrednosti visina i odgovarajućih gustina novih etalonskih kuglica i PENG uzorka posle odstranjuvanja originalnih standardnih kuglica. Sa grafika (slika 3.3) se uočava dobra linearna zavisnost tih veličina, što ukazuje na to da nije došlo do poremećaja gradijenta gustine tečnosti u koloni prilikom vađenja originalnih standardnih kuglica. Sa slike 3.3 se takođe uočava da vrednost gustine polietilenskog uzorka nije odstupala od linearne zavisnosti dobijene za staklene uzorke.

*Tabela 3.4 Rezultati merenja gustine novih staklenih uzoraka i uzorka polietilena.*

Broj uzorka	L (cm)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )
1 (staklo)	8.7	0.9794
2 (staklo)	26.0	0.9640
3 (staklo)	40.0	0.9520
4 (PE)	65.4	0.9284
5 (staklo)	90.5	0.9070



*Slika 3.3 Grafički prikaz rezultata iz tabele 3.4. Simbol ◇ se odnosi na polietilen.*

Prema kvalitetu linearnog fita datog na slici 3.3 uočava se da, kao i u slučaju sa originalnim standardnim kuglicama, postoji zadovoljavajuća linearna korelacija gradijenta gustine i položaja merenih uzoraka u koloni.

Na osnovu prikazanih rezultata može se zaključiti da je pomoću komercijalnih etalonskih flotacionih tela kalibriran set novih flotacionih tela koja se mogu koristiti kod izrađene sopstvene aparature sa gradijentnom kolonom za određivanje gustine, što je i bio cilj ovog rada. Korišćenjem novih staklenih kuglica čije su gustine date u tabeli 3.4 dobija se opseg merenja gustine od 0.90 - 0.98 g/cm<sup>3</sup> koji pokriva područje poliolefina.

## ZAKLJUČAK

U ovom radu je opisana konstrukcija i kalibracija hidrostatičke gradijentne kolone za određivanje gustine polimernih materijala. Ova metoda omogućava određivanje gustine uzoraka sa tačnošću od  $\approx 10^{-4}$  g/cm<sup>3</sup>, što zadovoljava zahteve ASTM D 1505-60T i BS 3715 standarda. Kao gradijentna kolona korišćena je staklena cev prečnika 5 cm i visine 110 cm, napunjena smešom dve tečnosti različitih gustina tako da je oformljen gradijent gustine uzduž kolone u ukupnom intervalu od oko 0.1 g/cm<sup>3</sup>. Kolona je smeštena u termostatsko vodeno kupatilo radi mogućnosti održavanja konstantne temperature. Sistem za punjenje kolone, sastoji se od dva međusobno spojena suda sa dovodnom cevi do dna kolone, koji je obezbeđivao protok od oko 10 ml/min.

Kolona je najpre punjena kombinacijom tečnosti etanol - voda, što nije dalo željene rezultate zbog pojave mehurića vazduha u sistemu za punjenje kolone kao i oko uzoraka u koloni. Mehurići vazduha su narušavali linearnost gradijenta kolone. Eliminacija gasnih mehurića zagrevanjem vode i dodavanjem natrijum - acetata je bila samo delimična. Zbog toga je kasnije korišćena kombinacija smeša tečnosti dietilenglikol - etanol i u tom slučaju gasni mehurići se nisu pojavljivali. Kolona je kalibrirana pomoću šest staklenih kalibracionih kuglica firme TECHNE INCORPORATED gustina između 0.8846 g/cm<sup>3</sup> do 0.9846 g/cm<sup>3</sup>.

Položaj kalibracionih kuglica u koloni je očitavan tokom nekoliko dana i uočeno je da se linearna zavisnost između položaja kuglica u koloni i njihove gustine

dobro održava, iako se temperatura menjala u intervalu od  $23^{\circ}\text{C}$  do  $24^{\circ}\text{C}$ . Ova kombinacija tečnosti omogućila je određivanje gustine uzorka u intervalu od  $0.862 \text{ g/cm}^3$  do  $0.986 \text{ g/cm}^3$ .

Primenom ove metode je određena gustina novih staklenih kuglica, koje će se koristiti kao etalon za formiranje budućih gradijentnih kolona.

Kao primer određivanja gustine polimernog uzorka uzet je polietilen niske gustine sa primesama čadi koji se koristi u elektro-industriji za plaštiranje kablova. Vrednost gustine ovog uzorka koja je dobijena ovom metodom iznosi  $0.9284 \text{ g/cm}^3$ .

Na osnovu ovoga može se zaključiti da se konstruisana gradijentna kolona može koristiti za brzo i precizno određivanje gustine polimernih uzorka, a na osnovu toga i za određivanje stepena kristaličnosti kao i kontrolu materijala.

## LITERATURA

1. A. Keller, in *Polymers, Liquid Crystals and Low-Dimensional Solids*, ed. N. March and M. Tosi, (Plenum, New York, 1984).
2. V. Jovović, *Termodinamičke i transparentne osobine polimera*, (Doktorska disertacija, Novi Sad, 1996).
3. I. Božović, u *Savremena istraživanja u fizici II*, ed. B. Dragović, (Naučna knjiga, Beograd, 1982).
4. D. Raković, *Fizičke osnove i karakteristike elektrotehničkih materijala*, (ETF, Beograd, 1995).
5. V. Divjaković, sekcijsko predavanje "Morfološke karakteristike kristalnih polimera", *XI Jugoslovenski simpozijum o hemiji i tehnologiji makromolekula - izvodi radova*, (Hemijsko društvo Vojvodine, Novi Sad, 1991).
6. TECHNE INCORPORATED, Catalogue, 7052021, Princeton, USA.
7. Annual Book of ASTM Standards, part 35, p. 533-539, (American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1979).
8. Б. Вундерлих, *Физика макромолекул*, (Мир, Москва, 1976).

UNIVERZITET U NOVOM SADU  
PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET  
KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

- Redni broj:  
**RBR**
- Identifikacioni broj:  
**IBR**
- Tip dokumentacije: *Monografska dokumentacija*  
**TD**
- Tip zapisa: *Tekstualni štampani materijal*  
**TZ**
- Vrsta rada: *Diplomski rad*  
**VR**
- Autor: *Rakić Dragana, br. dos. 107/92*  
**AU**
- Mentor: *Dr. Vladimir Divjaković, redovni profesor PMF Novi Sad*  
**MN**
- Naslov rada: *Konstrukcija i kalibracija hidrostatičke gradijentne kolone za određivanje gustine polimernih materijala*  
**NR**
- Jezik publikacije: *Srpski (latinica)*  
**JP**
- Jezik izvoda: *Srpski*  
**JI**
- Zemlja publikovanja: *Jugoslavija*  
**ZP**
- Uže geografsko područje: *Vojvodina*  
**UGP**
- Godina: *1996.*  
**GO**
- Izdavač: *Autorski reprint*  
**IZ**
- Mesto i adresa: *Prirodno-matematički fakultet, Trg Dositeja Obradovića 4, 21000 Novi Sad*  
**MA**
- Fizički opis rada: *(5/30/8/5/12/7/0)*  
**FO**
- Naučna oblast: *Fizika*  
**NO**
- Naučna disciplina: *Fizika polimera*  
**ND**
- Predmetna odrednica/ključne reči: *Polimeri, Gustina, Gradijentna kolona*  
**PO**
- Čuva se: *Biblioteka Instituta za fiziku, PMF Novi Sad*  
**ČU**
- Važna napomena: *Nema*  
**VN**
- Izvod: *U radu je opisana konstrukcija gradijentne kolone za određivanje gustine polimernih uzoraka. Kolona je kalibrirana pomoću standardnih flotacionih tela firme TECHNE INCORPORATED. Pomoću gradijentne kolone određena je i gustina staklenih kuglica izrađena u Laboratoriji za fiziku polimernih i kompozitnih materijala, koje se potom koriste za kalibriranje novih kolona. Takođe je izmerena i gustina PE uzorka.*  
**IZ**
- Datum prihvatanja teme od strane Veća: *18.11.1996.*  
**DP**
- Datum odbrane: *18.12.1996.*  
**DO**
- Članovi komisije:  
*Predsednik:*  
*Dr. Ljiljana Mašković, vanredni profesor, PMF, Novi Sad*  
*Članovi:*  
*Dr. Dragan Stoiljković, vanredni profesor, Tehnološki fakultet, Novi Sad*  
*Dr. Vladimir Divjaković, redovni profesor, PMF, Novi Sad*  
**KO**