

МЕТОДИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ ПОЛІМЕРІВ

Згадаємо ще раз, що ідентифікація полімерів(чи олигомерів) - це встановлення тотожності розпізнаваного полімеру(чи олигомеру) з відомим з'єднанням по достатньому числу признаков.

Ідентифікацію полімерів і олигомерів проводять в 2 етапи.

I етап - первинне попереднє встановлення природи речовини;

II етап - остаточне встановлення структури полімерів або олигомерів методами якісного і кількісного аналізу.

Етап 1.

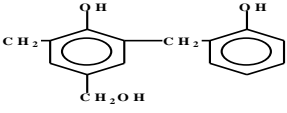
Первинну оцінку природи полімерного матеріалу (чи олигомеру) проводять за наступною схемою:

1. Виконують зовнішній огляд матеріалу, визначають простейші фізико-хімічні властивості і реєструють показники(величину) цих властивостей.

Оцінку зовнішнього вигляду здійснюють за кольором, виду, агрегатному стану, запаху, прозорості, твердості, еластичності, крихкості. Серед фізико-хімічних показників визначають щільність, коефіцієнт рефракції(заломлення світла), і т. д... Результати зовнішнього огляду зіставляють з наявними літературними даними для відомих полімерів і олигомерів") і роблять попередні висновки про природу полімеру

Основні зовнішні ознаки великотоннажних полімерів

Полімер або олигомер	Складена ланка, що повторюється	Ознаки
Поліетилен і поліпропілен	$(-CH_2-CH_2-)_n$ $[-CH_2-CH(CH_3)-]_n$	Легше за воду. Не мають запаху, смаку, не змочуються водою. Нешкідливі. Прозорі, гнучкі і безбарвні в тонкому шарі. Напівпрозорі(матові) або білі і жорсткі в товстому шарі. Плівки з ПЕ еластичніші. Плівки з ПП і ПЕВП шарудять при м'ятті. При горінні плавляться, крапають як віск свічки і мають запах парафіну, що горить.
Полістирол	$(-CH_2-\underset{\text{C}_6\text{H}_5}{\text{CH}}-)_n$	Важче за воду. Прозорий або слабоокрашений полімер. Твердий, але крихкий. Видає характерний тріск при ударі або клацанні. Не змочується водою. Горить полум'ям, що сильно коптить. Сополімери стиролу забарвлені і

		більше за стойку до удару.
Полівінілхлорид	$[-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{Cl})-]_n$	Важче за воду. Білий або забарвлений в інші кольори полімер. Не смачивається водою. Нешкідливий. Не має запаху і смаку. У полум'я пальника має зеленувату облямівку; затухає після винесення з полум'я пальника.
Поліаміди	Капрон $[-\text{NH}-(\text{CH}_2)_5-\text{CO}-]_n$ поліамід ПА-66 $[-\text{NH}-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-\text{C}(\text{O})-(\text{CH}_2)_4-\text{C}(\text{O})-]_n$	Безбарвні або такі, що мають слабо жовте забарвлення. Мають блискучу поверхню. Мають високу поверхностну твердість. Стійкі до дряпання і стирання. Не змочуються водою. Продукти горіння поліамідів мають запах паленої шкіри, рогу, що горить, волосся, прілої трави.
Поліакрилати	Поліметилакрилат $[-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{COOCH}_3)-]_n$	Усі поліакрилати за винятком ПММА клейкі каучукоподібні речовини. Прозорі або світлофарбовані полімери. Поліметилметакрилат ПММА - прозорий скловидний полімер. Видає глухий звук при ударі або клацанні. При нагріванні до 150-350°C деполімеризується до початкового рідкого мономера.
Фенолоформальдегідні смоли		Рідини, забарвлені від світложелтого до червоного чи темнокоричневого кольору, липкі на дотик. Мають слабкий запах фенолу. У отверженому стані стійкі до дії води.
Амінопласти	Це пластмаси на основі аміноальдегідних смол (в основному карбамідо- і меламіноформальдегідних)	Важче за воду. Зазвичай мають білу або інше світле забарвлення. Важко-горючі матеріали. Амінопласти на базі КФО дають усадку при изготовленні виробів, велику чим амінопласти на основі МелФО.

2. Визначають розчинність полімеру в серії різних розчинників. Для визначення розчинності по 0,5 г речовини подрібнюють, поміщають в пробірки. У пробірки підливають по 5-10 см³ різних речовин; зміст пробірок струшують і залишають на декілька годинників (зазвичай на 2 ч), після чого відзначають міру розчинення речовини в кожному з

розчинників. Якщо зразок рас-творяється не повністю, то визначають розчинність при нагріванні в колбі із зворотним холодильником на киплячій водянній лазні протягом 30 мин. Потім фіксують міру розчинності зразків в різних розчинниках. Повна розчинність позначається як (Р), часткова – (ЧР), набухання зразка – (Нб), нерозчинність – (Нр), розчинення при нагріванні - (Рг), руйнування в процесі випробування – (Рз). Отримані результати спостережень зіставляють з даними таб-лиці розчинності відомих полімерів і олігомерів і роблять висновки про приналежність досліджуваного полімеру або олігомеру до певного класу з'єднань. При цьому слід мати на увазі, що лише при нагріванні розчиняються поліетилен і поліформальдегід (ПФ-д). При нагріванні до високих температур, близьких до температури плавлення Тпл., розчиняються кристалічні полімери. У сильно полярних розчинниках розчиняються полярні полімери

Розчинність полімерів та олігомерів:

Характер розчинності полімерів та олігомерів																	
Смоли	бензин	бензол	диетиловий ефір	етилацетат	ацетон	етиловий спирт	вода	диоксан	циклогексанон	дихлоретан	чотирихлористий вуглевод	хлороформ	піридин	фенол (80%-вий)	мурашина кислота	Оцтова кислота	соляна(конц.) кислота
Кремний органічний	Нр	Р	Р	Р	Р	Р	Нр	*	Р	Р	Р	Р	Р	Нр	Нр	Нр	Нр
Фенолформальдегідні	Нр	Нр	Нр	Нр	Р	Р	Нр	Нр	Р	Нр	Р	Р	*	*	*	Нр	*
Фенолфурфурольні	Нр	Нр	Нр	*	Нр	Нр	Нр	*	*	*	Нр	Нр	Рг	Нр	Нр	Нр	Рз
Мочевинформальдегідні	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Р	Р	Нр	*	*	Нр	Нр	Рг	Нр	Нр	Р	Рз
Меламіноформальдегідні	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Р	Нр	Нр	*	Нр	Нр	Нр	*	*	Р	Нр
Поліаміди	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	*	Нр	Нр	Нр	Р	Р	Р	Нр
Полііміди	*	Нр	Нр	*	Нр	Нр	Нр	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
Поліуретани	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	*	Нр	Нр	Р	Р	Р	Р	*
Епоксидні	Нр	Р	Р	Р	Р	Р	Нр	Р	Р	*	Р	Р	Р	*	*	*	*
Полівінілхлорид	Нр	Нб	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Р	Р	Р	Р	Р	Рг	Нр	Нр	Нр	Нр
Полівініліденхлорид	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Р	Нр	Нр	Нр	Р	Р	*	*	*	*
Полівінілацетат	Нр	Р	Нб	Р	Р	Р	Нр	Р	Р	Р	Р	*	Р	*	*	*	*
Поливинилбутираль	Нр	Р	Нр	Р	Нр	Р	Нр	Р	*	Р	*	Р	Р	Нр	Нр	Нр	Нр
Полівінілформаль	Нр	*	Нр	*	Чр	Нр	Нр	Р	Р	Р	Нр	Р	Р	*	Р	Р	*
Полівініловий спирт	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Р	Нр	*	Нр	*	*	*	*	*	Нр	*
Поліакрилат	Нр	Р	Нр	Р	Р	Р	Нр	*	Р	*	Нр	*	Чр	*	*	Чр	*

Поліметилме-такрилати	Нр	Р	Нр	Р	Р	Нр	Нр	Р	Чр	Р	Нр	*	Р	Нр	*	Р	*
Поліметакрилати	Нр	Р	Нр	Р	Р	Нр	Нр	Р	Р	*	Нр	Р	Рг	Нр	*	Нр	Нр
Полістирол	Нр	Р	Нб	Нб	Нб	Нр	Нр	Р	Нр	Р	Р	Рг	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр
Поліетилен	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	*	*	Нр	*
Политетрафторетилен	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	Нр	*	*	Нр	Нр	*
Полікарбонат	Нр	Чр	*	*	Чр	Нр	Нр	*	*	Р	Р	Нр	Р	*	*	*	*
Нітрат целлюлози	Нр	Нр	Нб	Р	Р	Нр	Нр	Р	Р	*	Нр	Нр	Р	*	Р	Р	*
Ацетат целлюлози	Нр	Нр	Нр	Р	Р	Нр	Нр	Р	Нр	*	Р	*	Р	*	*	Р	*
етилцеллюлоза	Нр	Р	Нб	Р	Р	Р	Нр	Р	Р	*	Нб	*	Р	*	*	Р	*
Бензилцеллюлоза	Нр	Р	Нр	*	Р	Нр	Нр	Р	Р	Р	Нб	Р	Р	*	*	Нр	*
Поліефірні	Нр	Р	*	Р	Р	Р	Нр	Р	Р	*	*	*	Р	Нр	Нр	Нр	Нр

3. Далі вивчають поведінку зразка полімеру в полум'ї пальника. На кінчик шпателя (термостійкої лопатки) поміщають невелику кількість речовини і вносять до синього конуса полум'я газового пальника або спиртівки. Уважно стежать за процесом і відзначають характерні особливості горіння: займистість, обуглювання, плавлення, запах, колір полум'я, наявність кіптяви, диму, самогашеніє, наявність золи, забарвлення золи і ін. Жовте полум'я, що сильно коптить, характерне для ароматичних полімерів і олігомерів (полістирол ПС, поліетилентерефталат ПЕТФ, епоксидні смоли ЕС). Полум'я з блакитною облямівкою довкола зразка характерний для кисневмісних полімерів і олігомерів (полівініловий спирт ПВС, поліакрилати, наприклад поліметилметакрилат ПММА). Полум'я із зеленуватою облямівкою довкола зразка спостерігається при горінні хлорсодержащих полімерів (полівінілхлорид ПВХ, полівініліденхлорид ПВДХ). Біла зола або білий дим характерні для кремнійорганічних полімерів. Отримані результати спостережень за горінням зіставляють з характеристиками горіння відомих полімерів і олігомерів.

Характеристики горіння і продуктів піролізу полімерів:

Полімери	Поведінка матеріалу при внесенні полум'я і горбчість	Характер полум'я	Запах	Реакція продуктів піролізу
Поліетилен	Плавиться, добре горить, продовжує горіти	Світиться, у середині пофарбовано в синій колір	палаючого парафіну	***

	при видаленні з полум'я.			
Поліпропілен		Те ж	Те ж	***
Поліізобутилен		Світиться	Слабкий, нагадує запах резини	***
Поліформальдегід		Синювате, прозоре	Різкий, формальдегіду	***
Полікарбонати		Коптящее	***	***
Поліаміди		Синювате, знизу з жовтими краями	Паленого рога або горілих рослин	основна
Поліуретани		жовте, синювате знизу, сірий дим	Різкий	основна
Полістирол		Ярко-жовте, коптящее	Солодкий квітковий запах стиролу	***
Полівінілацетат		Що світиться, оточено пурпурною облямівкою, іскри	оцтової кислоти	Кисле
Поліакрилати		Синювате, з невеликою білою верхівкою	гострий	Кисле
Поліметакрилати	Плавиться, добре горить, продовжує горіти при видаленні з полум'я.	Що світиться, блакитне знизу, злегка коптить.	Солодкий квітковоягідний	Кисле
Поліетилентерефталат		Жовто-помаранчеве, таке, що коптить	солодкий, духмяний	Кисле
Полівінілбутираль		Голубе, з білою верхівкою	Масляної кислоти, прогорклого масла	Кисле
Полівінілацеталь		Фіолетовий ореол, іскри	оцтової кислоти	Кисле

Полівініловий спирт	Розбухає, розмякшується, добре горить.	Синювате, світиться	Специфічний ,жира и рыбы	***
Епоксидні смоли	Горить добре, продовжує горіти при видаленні з полум'я	Жовте, таке, що коптить	Специфічний, свіжий(на самому початку горіння)	***
Поліефірні смоли		Жовте, таке, що коптить	солодкуватий	Кисле
Феноло-фурфурольні и фурилові смоли		Жовте, таке, що коптить	Деревного вугілля	Кисле
Целюлоза		Яскраве, жовто-біле	Паленого паперу	***
Нітрат целюлози	Миттєво загоряється та згоряє	Яскраве, біле	Окислів азоту	Кисле
Етилцелюлоза	Плавиться, обуглюється, добре горить	Оточено жовто-зеленою облямівкою	солодкуватий, паленого паперу	***
Кремнійорганічні з'єднання	Горить нерівномірно, гасне, утворюється біла зола.	Жовте, білий дим	Формальдегіду	***
Полівінілхлорид	Горить при видаленні з полум'я гасне, розм'якшується.	Яскраво-зелене	Різкий, хлористого водню	Кисле
Полівініліденхлорид	Те ж і багато чорної золи	Те ж	Солодкуватий, потім різкий хлористого водню	Кисле
Феноло-формальдегідні смоли	Тяжко розгоряється, погано го-	жовте	Фенола, формальдегіда	***

	рять, зберу- гає форму.			
Меламіно- формальдегідні смоли	Те ж	біле	Різкий, риби і формальдегі ду	основ- не
Мочевино- формальдегідні смоли	Погано го- рять, сильно обуглюєть- ся, по краях білий наліт	жовте	Аміаку, формальдегі ду	основ- не
Політетрафторет илен	Не плавить- ся, не го- рять, разла- гається.	***	Різкий	Кисле
Полііміди	Не плавить- ся, майже не горить, обу- глюється.	***	***	***

4. Протягом аналізу проводять піроліз досліджуваної речовини Піроліз – це розкладання речовини з відгоном газоподібних продуктів через шар води, що дистилує. У пробірку з термостійкого скла з відвідною трубкою вносять 1-2 г досліджуваного матеріалу і швидко нагрівають на газовому пальнику. Газоподібні продукти розкладання по відвідній трубці пропускають через шар води, що дистилує, в спеціальній склянці. Отриманий дистилат аналізують за допомогою кислотно-основного індикатора. Відзначають реакцію індикатора по забарвленню: кисла або лужна. Результати спостережень порівнюють з табличними даними про продукти піролізу відомих полімерів і олігомерів. При цьому враховують, що лужну реакцію дають поліаміди, поліуретани, карбамідоформальдегідні смоли КФС. Нейтральне забарвлення індикатора властиве поліетилену ПЕ, поліпропілену ПП, поліформальдегіду, полістиролу ПС. Кислу реакцію мають полівінілацетат ПВА, поліакрілати, поліетилентерефталат ПЕТФ, полівінілхлорид ПВХ, нітроцелюлоза НЦ, поліефірніє смоли, ПТФЕ. (Дивися колонку 5 таблиць 11). Водні розчини продуктів піролізу додатково досліджують на наявність низькомолекулярних продуктів, що утворилися при піролізі: на наявність фенолу, формальдегіду, оцетової кислоти і так далі за допомогою кольорових якісних реакцій. Слід пам'ятати, що при піролізі таких полімерів як поліме-тілметакрілат ПММА, ПС отгоняються мономери, які можна іден-тіфіцировать по коефіцієнту заломлення (рефракції), по щільності, методом елементного аналізу.

5. Надалі здійснюють кольорові якісні реакції і аналізують результати цих кольорових реакцій:

- a) по методу Лібермана - Шторха- Моравського
- b) реакції з п-фуксином.

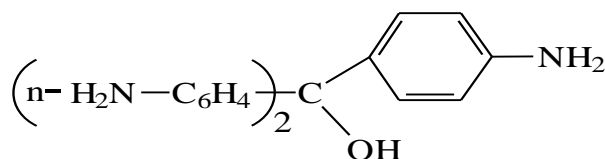
a) Ліберманом - Шторхом- Моравським встановлено, що полімери при додаванні оцетового ангідриду і сірчаної кислоти утворюють з'єднання, забарвлені в різний колір. Для аналізу на фарфорову пластинку поміщають шматочок досліджуваного полімеру. На нього наносять декілька крапель оцетового ангідриду і краплю концентрованої сірчаної кислоти щільністю 1,84г/см³ так, щоб вона попала в рідину. Протягом 30 мін спостерігають за забарвленням жідко-сті і поверхні полімеру, відзначаючи при цьому кольори і послідовність їх зміни. Власні спостереження зіставляють з даними по забарвленню відомих полімерів і олігомерів

Окраска полимеров по реакции Либермана - Шторха - Моравского

Забарвлення	Полімери
Слабо-рожева	Фенолоформальдегідні Феноло-фурфурольні Резорциноформальдегідні
Рожева, переходяча в червону	епоксидні смоли
Повільно стає світло-коричневою	Поліметилакрилат
Померанчева, переходяча в червону, потім в коричневу	Полівінілбутирالی, полівінілацеталі
Світло-зелена, переходяча в бурю	Полівінілформалі
Повільно зеленіє	Полівінілацетат
Зелена	Полівініловий спирт
Повільно синіє, потім зеленіє	Полівінілхлорид
Повільно жовтіє	Полівініліденхлорид
Повільно зеленіє, синіє і буріє	Сополімер вінілхлорида і вінілацетата
Відсутнє, інколи коричнева	Полефірні смоли
Жовта, оливково-зелена	Метилцелюлоза з різним складом метоксильних груп
Померанчева, коричнева, чорна	етилцелюлоза
Померанчева, слабо-коричнева	Бензилцелюлоза

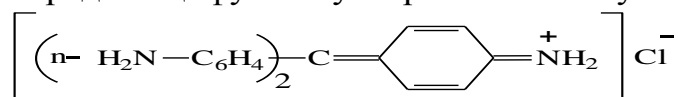
Багряно-червоне, червоно-коричнєве, коричневе	Феноло-кумароно-інденові смоли, кумароно-інденові смоли з високою температурою плавлення
Від померанчевого до цегляно-червоного	кумароно-інденові смоли з середньою температурою плавлення
Червоне, потім пурпурове і зелене та коричневе	кумароно-інденовые смоли м які
Від блідо-голубого до сіро-зеленого	Бутадієн-стирольний каучук
Червоно-коричнєве	Хлоропрен
Відсутнє, інколи коричневе	Поліетилен, поліпропілен, поліізобутилен, поліаміди, полікарбонати, полістирол, полуметилметакрилат, політетрафторетилен, Мочевиноформальдегідні, Меламіноформальдегідні, бутадієннітрильний сополімер, ацетилцелюлоза, хлористий каучук.

б) У другому випадку використовують реактив – п-фуксин. У основному середовищі цей реактив існує у формі псевдооснови виду:



Таку псевдооснову називають п-розанілін.

В кислому середовищі фуксин утворює сіль наступної структури:



Фуксин в кислій сольовій формі має червоно-фіолетовий колір. Завдяки цій особливості полімери, які в умовах досвіду виділяють кислоти, забарвлюються фуксином в рожевий колір. Для виконання аналізу невелику пробу досліджуваної речовини поміщають в пробірку з насиченим розчином п – розаніліну і кип'ятять 5 мін, після чого спостерігають забарвлення і порівнюють його з відомими даними.

Виявлення полімерів за реакцією з п-фуксином:

Полімери	Поведінка у реактиві
Фенолформальдегідні	Розчиняються, зафарбовуючи розчин у червоно-фіолетовий чи померанчевий колір
Аміноальдегідні	

карбамідноформальдегідні меламіноформальдегідні аніліноформальдегідні	Розчиняються не зафарбовуючи розчин Те ж Не розчиняються і не зафарбовуються
Поліуретани поліуретани на основі складного ефіру поліуретани на основі простого ефіру	Не розчиняються, зафарбовуються Не розчиняються і не зафарбовуються
Поліаміди капрон поліаміди на основі діаміна з дикарбоновими кислотами поліаміди на основі дифеніламіна і піромеллітової кислоти	Не розчиняються, зафарбовуються Те ж Не розчиняються і не зафарбовуються
епоксидні епоксидні на основі дифенілпропана і епіхлоргідрина епоксидні на основі гліколя і епіхлоргідрина епоксидні на основі низькомолекулярних продуктів конденсації епіхлоргідрина	Не розчиняються, слабо зафарбовуються Не розчиняються і не зафарбовуються Не розчиняються, спочатку слабо зафарбовуються, потім колір зникає
Полікарбонати	Не розчиняються і не зафарбовуються
Полісульфони	Те ж
Полімери на основі олефінів поліетилен поліпропілен поліізобутилен	>> >> >>
Поліакрилати полімери акрилової кислоти полімери метакрилової кислоти	Не розчиняються, зафарбовуються Не розчиняються і не зафарбовуються

6. Проводять якісні реакції на наявність окремих елементів. Ці реакції є найважливішими для точного визначення приполюги полімеру або олігомеру. У сухій пробірці з термостійкого скла обережно сплавають невелику кількість досліджуваної речовини з шматочком металевого натрію (розміром з горошину). Повільно нагрівають вміст пробірки до утворення темно-червоного розплаву. Потім гарячу пробірку опускають в чашку з 10-15 см³ води, що дистилує. Пробірка розтріскується і її вміст

розчиняється у воді. (Металевий натрій, що не прореагував, бурхливо взаємодіє з водою, тому роботу необхідно проводити в тязі і в захисних окулярах). Залишки пробірки розбивають; розчин перемішують і фільтрують. Фільтрат аналізують за допомогою якісних реакцій на наявність окремих елементів. Для відкриття азоту до 3-5 см³ фільтрату додають насичений розчин закису заліза FeO або солі Мору. Суміш кип'ятять 30 з, охолоджують, підкисляють соляною кислотою до розчинення осаду гідроксиду заліза. Якщо розчин набуває синього забарвлення, а потім випадає синій осад берлінської блакиті, то в досліджуваному полімері міститься азот. Для відкриття галоїдів (хлору, бром, йоду і ін.) до 5 см³ фільтрату додають 10 %-ную азотну кислоту, обережно кип'ятять пробірку і додають 5%-ний розчин нітрату срібла AgNO₃. Якщо випадає білий осад або з'являється біла муть, то у вихідному полімері присутній хлор. Якщо осад або муть слабо-жовтого кольору, то у вихідному полімері міститься бром; а якщо колір осаду або муті жовтий, то в полімері є йод. Для відкриття фтору порцію фільтрату підкисляють оцетовою кислотою, обережно кип'ятять, охолоджують і додають насичений розчин хлориду кальцію CaCl₂. У присутності фтору з'являється драглистий білий осад. Для виявлення вуглеводів (целюлоза, крохмаль, геміцелюлози) в зразках використовують пробу Моліша або реакцію перетворення вуглеводів у фурфурол. При виконанні проби Моліша до 5 г зразка в пробірці додають 10 крапель етанолу, 2 краплі розчину ?- нафтолу і 1 мл сірчаної кислоти H₂SO₄ щільністю 1.94 г/см³. Кислоту підливають так, щоб вона повільно стікала по стінці нахиленої пробірки і утворила нижній шар, що не змішується з водним шаром. У присутності вуглеводів на кордоні розділу через декілька секунд з'являється червоне кільце. Після струшування розчин стає темно-пурпурним. Після 1 – 2 хвилин витримки в пробірку додають 5 мл холодної води. У присутності вуглеводів негайно випадає темно-фіолетовий осад. Якщо до нього підлити надлишок аміаку, то суміші набуває жовтувато-коричневий колір. Вказана кольорова реакція характерна для целлюлозосодержащих полімерів, крохмалю і камеді. Нітроцелюлоза в аналогічних умовах аналізу дає зелене забарвлення.

7. Доводиться приналежність досліджуваної речовини до високомолекулярних з'єднань. Для виконання вказаного аналізу готують 1%-ний розчин речовини у відповідному розчиннику (кращому для даної речовини). Визначають в'язкість приготованого розчину зазвичай методом віскозиметрії за часом виділення фіксованого об'єму розчину з капіляра віскозиметрів Оствальда або Убеллоде. Паралельно вимірюють в'язкість чистого розчинника. Якщо в'язкість розчину в 15-20 разів вище за в'язкість чистого розчинника, то робиться вивід, що досліджувана речовина є високомолекулярним з'єднанням з великою молекулярною масою.

8. Проводиться первинне розпізнавання і розділення складних композицій. Якщо досліджуваний матеріал погано і неоднозначно розпізнається вище розглянутими методами 1-7, то цілком можливо, що він є не чистою однокомпонентною речовиною, а є складною композицією. Більшістю полімерних матеріалів насправді є композиції і містять в своєму складі основу-полімер (або олігомер), пластифікатори, наповнювачів, пігменти і ін. добавки. Такі складні по складу матеріали необхідно заздалегідь розділити на складові частини і тільки тоді приступати до аналізу. Для розділення компонентів найчастіше використовують різну розчинність компонентів в різних розчинниках.

А) Розділення полімерної композиції починають з виділення з неї пластифікаторів. Пластифікатори видаляють методом екстракції (розчинення) легко киплячими розчинниками: діетиловим ефіром, спиртом, чотирихлористим вуглецем і ін. Виділені пластифікатори згодом багато разів переосаджують, промивають, очищають і визначають їх хімічну природу по температурах кипіння $T_{\text{кип}}$, коефіцієнту рефракції, по щільності, молекулярній масі і ін. показникам.

Б) З композиції, що залишилася після екстракції пластифікатора, виділяють сам полімер (або олігомер) шляхом розчинення його у відповідному розчиннику (передбачуваний ПВХ – в дихлоретані, тетрагідрофурані; передбачуваний поліметилметакрилат ПММА – в ацетоні; полістирол ПС – в толуолі, бензолі). Надалі полімер з розчину висаджують осаджувачами: передбачуваний ПВХ – етиловим спиртом; ПММА – петролейним ефіром; передбачуваний ПС – ізопропіловим спиртом. Осідання багато разів переосаджують, промивають, і в очищених полімерів визначають комплекс фізико-хімічних властивостей (температуру плавлення $T_{\text{пл}}$, щільність, характеристики горіння і ін. по пп.1-7), елементний склад, знімають гик-спектри і так далі

В) У залишку, отриманому після витягання пластифікаторів і полімера, можуть знаходитися частки наповнювача, пігменту і ін. нерозчинні добавки. Структуру цих часток вивчають за допомогою мікроскопії, спектральними методами і ін. Після попереднього встановлення природи речовини проводять другий етап ідентифікації.

Етап 2

Остаточне встановлення структури полімерів або олігомерів. Після попереднього встановлення природи полімеру або олігомеру простими якісними методами проводять специфічні для кожного типу полімеру кількісний, якісний і спектральний аналізи.

II етап рекомендується здійснювати за наступною схемою:

1. Провести специфічні для кожного типу полімеру або олігомеру якісні реакції (для фенолоформальдегідних смол ФФО – на фенол, на

формальдегід; для карбамідоформальдегідних смол КФО – на формальдегід, на азот і др).

2. Виконати елементний аналіз досліджуваної речовини. Елементний аналіз полягає в точному визначенні кількості атомів вуглецю, азоту, кисню, сірки, галогенів, і ін. в матеріалі зразка. Основний принцип елементного аналізу – глибоке окислювальне розкладання речовини до простих низькомолекулярних з'єднань (CO_2 , H_2O азоту N_2 і ін.) і подальше точне визначення кількості цих з'єднань. Останнім часом такий аналіз здійснюють за допомогою автоматичних газоаналізаторів, що випускаються фірмами "Перкін Елмер", "Карло Ерба", "Кобо", "Янако", "Хьюлет-паккард" і ін. Методики елементного аналізу детально викладені в наступній книзі:

3. Визначити структуру полімерів або олігомерів сучасними фізико-хімічними методами: ГИК (інфрачервоною) - спектроскопії, мас-спектрометрії, ЯМР-спектроскопії електронної мікроскопії,