

# Ekstrakcija polisiloksanskih gelova - utjecaj vrste otapala

---

Fucak, Marija

Undergraduate thesis / Završni rad

2018

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:149:263334>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2025-01-28**



*Repository / Repozitorij:*

[Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Marija Fucak

ZAVRŠNI RAD

Zagreb, rujan 2018.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Marija Fucak

**EKSTRAKCIJA POLISILOKSANSKIH GELOVA – UTJECAJ  
VRSTE OTAPALA**

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:       Izv. prof. dr. sc. Danijela Ašperger

Članovi ispitnog povjerenstva:   Izv. prof. dr. sc. Danijela Ašperger  
  Dr. sc. Irina Pucić, viša znanstvena suradnica  
  Prof. dr. sc. Emi Govorčin-Bajsić

Zagreb, rujan 2018.

*Ovaj završni rad je izrađen na Institutu Ruđer Bošković,  
na Zavodu za kemiju materijala, u Laboratoriju za radijacijsku kemiju i dozimetriju.*

*Zahvaljujem se mentorici izv. prof. dr. sc. Danijeli Ašperger i dr. sc. Irini Pucić, višoj znanstvenoj suradnici na pomoći i trudu prilikom izrade ovog rada.*

*Posebno se zahvaljujem voditeljici rada Ivani Cetina, dipl. ing. na pomoći, savjetima i posvećenom vremenu prilikom izrade ovog rada.*

*Hvala mojim roditeljima što su mi omogućili studiranje i poticali me na rad te jedno veliko hvala svim mojim prijateljima i kolegama.*

# SAŽETAK

## EKSTRAKCIJA POLISILOKSANSKIH GELOVA – UTJECAJ VRSTE OTAPALA

Polisiloksani su polimeri koji sadrže [SiRR'O] ponavljajuće jedinice. Najčešće su proučavani članovi siloksanske skupine spojeva i daleko su najznačajniji s obzirom na komercijalnu primjenu.

Cilj ovog rada je provedbom ekstrakcije istražiti i odrediti utjecaj vrste otapala koje se nalazi u gelu na stabilnost polisiloksanskog gela. Istraživani su PDMS-TAEA gelovi priređeni reakcijom poli(dimetil-siloksan) diglicidil etera (PDMS-DGE) s tris(2-aminoetil)aminom (TAEA), bez i s dodatkom odabranih otapala klorbenzena, etanola, benzena, *t*-butanola, *izo*-propanola te smjese otapala klorbenzena i etanola odnosno klorbenzena i *t*-butanola. Ekstrakcija je provedena u *n*-heksanu na 2 načina: stacionarno osam tjedana na temperaturi od 50 °C i metodom po Soxhlet-u u trajanju 24 sata.

Gubitci mase pri stacionarnoj ekstrakciji bili su veći u odnosu na ekstrakciju po Soxhlet-u što možemo pripisati djelomičnom otapanju gela zbog dugotrajnog procesa stacionarne ekstrakcije. Najmanji gubitak mase obim metodama ekstrakcije opažen je kod gela koji u sebi nije sadržavao otapalo.

**Ključne riječi:** polisiloksan, tris(2-aminoetil)amin, otapalo, stacionarna ekstrakcije, Soxhlet ekstrakcija

## ABSTRACT

### EXTRACTION OF POLYSILOXANE GELS – SOLVENT EFFECT

Polysiloxanes are polymers that contain [SiRR'O] repeating units. They are the most studied members of the siloxane group of compounds by far and are the most significant with regard to commercial application.

The goal of this study was to research the influence of solvent the polysiloxane gel contained on its stability by extraction analysis. PDMS-TAEA gels were prepared by reaction of poly(dimethylsiloxane) diglycidyl ether (PDMS-DGE) with tris (2-aminoethyl) amine (TAEA) without and with the addition of selected solvents and solvent mixtures chlorobenzene, ethanol, benzene, *t*-butanol, *iso*-propanol and mixtures of chlorobenzene and ethanol and chlorobenzene and *t*-butanol. The extraction was performed in *n*-hexane in 2 modes: stationary for eight weeks at 50 °C and by Soxhlet method for 24 hours.

The decrease of mass was higher for stationary extraction compared to Soxhlet extraction that can be attributed to the partial dissolution during the long-lasting stationary process. The least mass loss by any extraction method was observed in a gel that contained no solvent.

**Key words:** polysiloxane, tris (2-aminoethyl) amine, solvent, stationary extraction method, Soxhlet extraction

# SADRŽAJ

<b>1. UVOD</b> .....	<b>1</b>
<b>2. OPĆI DIO</b> .....	<b>3</b>
2.1. <i>Polisiloksani</i> .....	4
2.2. <i>Amini</i> .....	5
2.2.1. <i>Reakcija glicidil eterske skupine s aminima</i> .....	6
2.2.2. <i>Tris(2-aminoetil)amin</i> .....	7
2.3. <i>Gel</i> .....	7
2.3.1. <i>Polimerni gel</i> .....	8
2.4. <i>Organska otapala</i> .....	8
2.4.1. <i>Klorbenzen</i> .....	9
2.4.2. <i>Etanol</i> .....	9
2.4.3. <i>Benzen</i> .....	10
2.4.4. <i>terc-butanol</i> .....	10
2.4.5. <i>izo-propanol</i> .....	11
2.5. <i>Ekstrakcija</i> .....	12
2.5.1. <i>Stacionarna ekstrakcija</i> .....	12
2.5.2. <i>Soxhlet ekstrakcija</i> .....	12
<b>3. EKSPERIMENTALNI DIO</b> .....	<b>14</b>
3.1. <i>Materijali i metode</i> .....	15
3.2. <i>Stacionarna ekstrakcija</i> .....	16
3.3. <i>Soxhlet ekstrakcija</i> .....	16
3.4. <i>Određivanje promjene mase ekstrakcijom</i> .....	17
<b>4. REZULTATI I RASPRAVA</b> .....	<b>18</b>
4.1. <i>Stacionarna ekstrakcija</i> .....	19
4.2. <i>Soxhlet ekstrakcija</i> .....	21
<b>5. ZAKLJUČAK</b> .....	<b>28</b>
<b>6. LITERATURA</b> .....	<b>30</b>
<b>7. DODACI</b> .....	<b>33</b>
7.1. <i>Popis slika</i> .....	34
7.2. <i>Popis tablica</i> .....	35
7.3. <i>Popis kratica i simbola</i> .....	35
<b>8. ŽIVOTOPIS</b> .....	<b>36</b>



## **1. UVOD**

Polisiloksani su najčešće proučavani polimeri  $[\text{SiRR}'\text{O}]_n$  ponavljajuće jedinice. Njihova fizikalna, kemijska i električna svojstva su izuzetna, primjerice izvanredno visoka propusnost za plinove i neobične površinske karakteristike jer mogu biti i emulgatori i de-emulgatori. Često se upotrebljavaju kao biomedicinski materijali, vodootporni premazi ili kao prethodnici za veziva, aditive i keramiku. [1]

Cilj ovog rada je provedbom dvije metode ekstrakcije, stacionarne i Soxhlet, istražiti i odrediti utjecaj vrste otapala sadržanog u gelu na stabilnost polisiloksanskog gela. Uzorci su bili prethodno pripremljeni PDMS-TAEA gelovi priređeni reakcijom poli(dimetil-siloksan) diglicidil etera (PDMS-DGE) s tris(2-aminoetil)aminom (TAEA). Ekstrahirani su čisti gel i gelovi koji su sadržavali klorbenzen, smjesu 25 % klorbenzena u etanolu, 96 % etanol, benzen, *t*-butanol, *izo*-propanol i smjesu 25 % klorbenzena u *t*-butanolu.

Stacionarnom metodom ekstrakcije i ekstrakcijom po Soxhlet-u uklanjaju se i odvajaju spojevi iz netopljivog dijela gela. Proces stacionarne ekstrakcije je dugotrajniji od ekstrakcije po Soxhlet-u. U oba slučaja željena komponenta se ekstrahira iz krute faze u otapalo, a krutu fazu se zatim ukloni filtriranjem. Izbor otapala za ekstrakciju je ključan dio, a ovisi o vrsti i svojstvima analita koji se želi ekstrahirati. [17] Zbog povoljnih fizikalno-kemijskih svojstava, kao otapalo za ekstrakciju ispitivanih PDMS-TAEA gelova odabran je *n*-heksan.

Soxhlet ekstrakcija pripada tehnikama ekstrakcije s kraćim vremenom provedbe. Čvrsti uzorak se stavlja u ekstraktor po Soxhlet-u koji se puni kondenziranim otapalom koje kontinuirano reciklira kroz sustav. Ekstrakcija se vrši sve dok se ne procjeni da je analit uklonjen iz čvrstog uzorka. Nedostatak Soxhlet ekstrakcije predstavlja činjenica da je potrebna veća količina otapala za ekstrakciju nego kod stacionarne metode. [18]

## **2. OPĆI DIO**

## 2.1. Polisiloksani

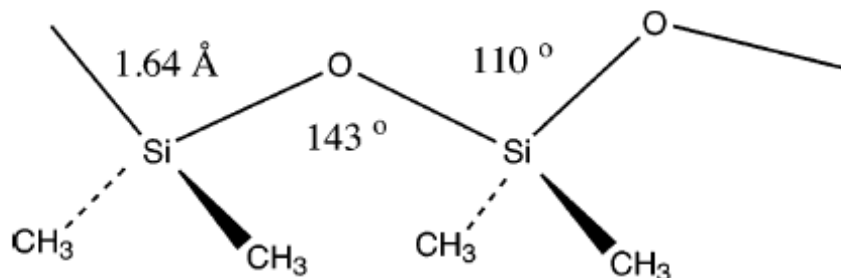
Polisiloksani su svestrani materijali koji imaju izvrsna kemijska, fizikalna i električna svojstva. Poli(dimetilsiloksan), PDMS je važan primjer ove klase polimera. Istovremeno nedostatak i izvanredno svojstvo siloksana je činjenica da ne mogu oblikovati vlakna ni filmove zbog slabe interakcije među molekulama što im daje izvrsna fizička svojstva. Koriste se kao prekursori (prethodnici) za premaze, veziva, aditive i keramiku, a izuzetno su razgradivi u tlu, ako su prisutni glineni materijali koji djeluju kao katalizatori. [1]

Polisiloksani koji sadrže  $[\text{SiRR}'\text{O}]$  ponavljajuće jedinice jedinstveni su među anorganskim i poluanorganskim polimerima. Komercijalno najznačajniji je poli(dimetil-siloksan), PDMS općenite strukturne formule  $[-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}-]$ . PDMS je daleko najviše proučavan polisiloksan i biokompatibilan je i propusan za plinove. Druga osobitost siloksanskih polimera su njihova neobična površinska svojstva. Siloksani mogu biti sredstva protiv pjenjenja i stabilizatori pjene, premazi za papir, ljepila osjetljiva na pritisak, sredstva za reagiranje s vodom i sredstva za uklanjanje vode, emulgatori i de-emulgatori. [2]

Čvrstoća Si-O veze daje siloksanskim polimerima znatnu toplinsku stabilnost, što je vrlo važno za njihovu upotrebu pri visokim temperaturama (na primjer, kao agensi za prijenos topline i elastomeri visoke učinkovitosti). Zbog prirode vezivanja i kemijskih svojstva tipičnih bočnih skupina polisiloksanski lanci imaju vrlo nisku slobodnu površinsku energiju i stoga vrlo neuobičajene i poželjne površinske osobine. Na primjer, polisiloksani se često upotrebljavaju kao vodootporni premazi i biomedicinski materijali.

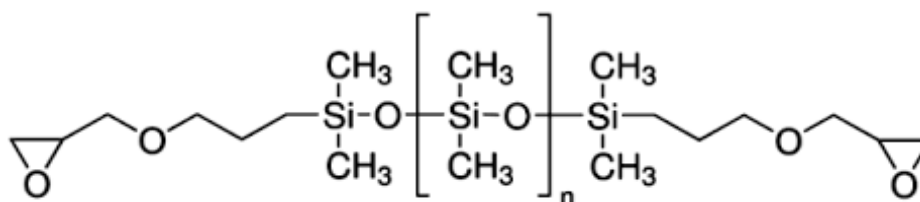
Struktura poli(dimetil-siloksana) je prikazana na Slici 1. Duljina Si-O veze iznosi 0,164 nm što je duže od C-C veze (0,153 nm). Kut vezanja Si-O-Si je oko  $143^\circ$ , što je znatno više od uobičajene tetraedarske vrijednosti ( $110^\circ$ ) i tako je fleksibilan da može postići linearnost od  $180^\circ$ . Torzijski potencijal oko Si-O veza je znatno niži nego kod C-C veza. Sve ove značajke, zajedno, čine PDMS lanac jednim od najfleksibilnijih. PDMS lanac je vrlo nepravilnog poprečnog presjeka, što utječe na način na koji se lanci pakiraju u amorfnom stanju. Budući da se vezni kutovi izmjenjuju, nisko energetske transverzalne oblike lanca približava se seriji zatvorenih poligona. Također se povećava dinamička fleksibilnost lanca koja utječe na temperaturu staklastog prijelaza  $T_g$  (temperatura pri kojoj amorfni polimeri prelaze iz staklastog u viskoelastično stanje). Dinamička fleksibilnost je sposobnost molekule da promijeni konformaciju u prostoru rotacijama svojih veza. Lanci s visokom dinamičkom

fleksibilnošću općenito imaju vrlo nisku temperaturu staklastog prijelaza  $T_g$ ,  $-125\text{ }^\circ\text{C}$  za PDMS. [2]



Slika 1. Strukturna formula dijela poli(dimetil-siloksan) lanca [2]

Formula glicidil eterom terminiranog poli(dimetil-siloksan)a, (PDMS-DGE) korištenog za dobivanje istraživanih gelova prikazana je na Slici 2.



Slika 2. Strukturna formula glicidil eterom terminiranog poli(dimetil-siloksana) [3]

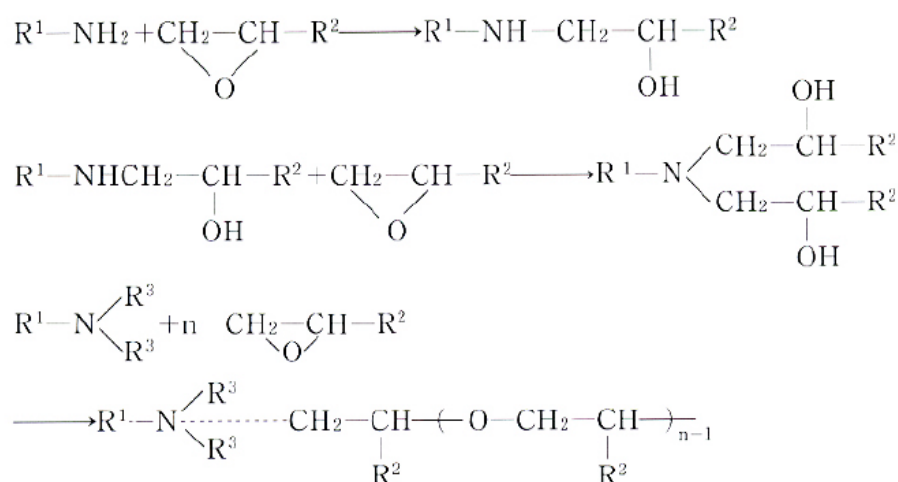
## 2.2. Amini

Amini se dijele na primarne, sekundarne i tercijarne u kojima je jedan, dva ili tri vodika iz molekule amonijaka zamjenjen ugljikovodicima. Prema broju amina u jednoj molekuli, oni se nazivaju monoamini, diamini, triamini ili poliamini. Amini mogu biti alifatski, aromatski ili aliciklički. Aromatski amini imaju više talište i bolju kemijsku otpornost. Najčešće korišteni alifatski poliamini kao sredstva za umrežavanje su etilendiamin, dietilentriamin, trietilentetramin, tetraetilenpentamin, tris(2-aminoetil)amin, dietilaminopropilamin, *N*-aminoetilpiperazin, a aromatski *m*-fenilendiamin, diaminodifenilmetan, diaminodifenilsulfon i benzildimetilamin. [4]

### 2.2.1. Reakcija glicidil eterske skupine s aminima

Amini su jedni od najvažnijih sredstava za umrežavanje spojeva s glicidil-eterskom tj. epoksidnom skupinom. Oni omogućuju brzo umrežavanje s relativno visokom gustoćom poprečnih veza. Stehiometrijska količina amina za umrežavanje epoksidnih skupina lako se izračunava iz molekulske mase amina, broja aktivnih vodika u aminu, te ekvivalentne mase epoksidnih skupina. [5] Reakcija umrežavanje se može odvijati pri sobnoj temperaturi. [4]

Umrežavanje spojeva s epoksidnom skupinom pomoću amina je egzotermna reakcija koja se odvija mehanizmom prikazanim sljedećim jednadžbama (Slika 3):



Slika 3. Shematski prikaz reakcije glicidil eterske skupine s aminima [4]

Aktivni vodik u primarnom aminu reagira s epoksidnom skupinom i stvara sekundarni amin. Zatim sekundarni amin reagira s još jednom epoksi skupinom kako bi došlo do umrežavanja.

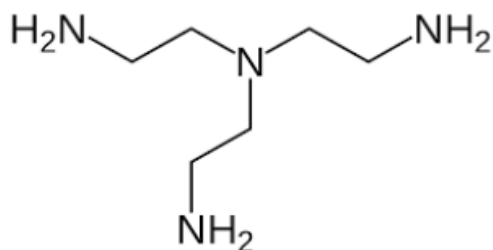
Općenito, da bi nastala trodimenzionalna mreža sredstvo za umrežavanje mora imati više od dva aktivna vodikova atoma i dvije amino skupine u molekuli. Brzina umrežavanja ovisi o vrsti amina i o vrsti epoksi skupine. Alifatski amini brzo reagiraju s epoksi skupinom i stvaraju veliku količinu topline. [4]

Reakcija alifatskih amina s glicidil eterom je vrlo brza. Aromatski amini su manje reaktivni. Hidroksilne skupine nastale tijekom reakcije ili dobivene dodatkom otapala znatno ubrzavaju reakciju amin-glicidil etera. One djeluju kao katalizator za reakciju, a ne kao reagens s epoksidnom skupinom. [6]

### 2.2.2. Tris(2-aminoetil)amin

Amin kojim su priređeni istraživani gelovi je tris(2-aminoetil)amin (TAEA), strukturne formule  $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}$  (Slika 4). TAEA je bezbojna, vrlo bazična tekućina topljiva u vodi, amonijakalnog mirisa. Pripada ligandima koji tvore stabilne komplekse s prijelaznim metalima, posebice onima s oksidacijskim brojem 2+ i 3+. Kao i ostali poliamini, tris(2-aminoetil)amin je korozivan. Talište navedenog amina je  $-16\text{ }^\circ\text{C}$ , a vrelište  $265\text{ }^\circ\text{C}$ . Molarna masa iznosi  $146,238\text{ g/mol}$ . [7]

TAEA je higroskopan, apsorbira ugljični dioksid iz zraka i nije kompatibilan s jakim kiselinama te jakim oksidirajućim sredstvima. [8]



Slika 4. Strukturna formula tris(2-aminoetil)amina kojim su umreženi istraživani gelovi. [7]

### 2.3. Gel

Gel je čvrsta tvar sastavljena od najmanje dvije komponente, od kojih jedna tvori trodimenzionalnu mrežu na osnovi kovalentnog ili nekovalentnog vezanja u mediju druge. Gelovi se smatraju krutinom zbog trodimenzionalne mreže koja istom daje strukturu (tvrdoću).

Unutarnja mrežna struktura može proizaći iz fizičkih interakcija kod fizičkih gelova ili kemijskih veza kod kemijskih gelova. U ovom radu ispitivani su kemijski gelovi, kovalentno vezani polimeri u koje su odabrana otapala bila uvedena pri reakciji polimerizacije. Gelovi se mogu pripremiti i bubrenjem prethodno polimeriziranog ili umreženog polimera. Svojstva gelova se bitno razlikuju u ta dva slučaja. [9]

Vrste gelova prema vrstama komponenata su hidrogelovi, organogelovi, kserogelovi ili aerogelovi i nanokompozitni hidrogelovi.

Hidrogel je umreženi hidrofilni polimer koji se ponaša kao koloidni gel u kojem je voda dispergirani medij te ima sposobnost apsorbirati veliku količinu vode.

Organogel je nekristalni i nestaklasti (termoplastični) kruti materijal koji se sastoji od tekućeg organskog medija zarobljenog u trodimenzionalnoj mreži. Tekućina može biti organsko otapalo, mineralno ulje ili biljno ulje.

Kserogel je čvrsta tvar formirana sušenjem gela, odnosno odstranjivanjem otapala pri superkritičnim uvjetima. Karakterizira ga visoka poroznost (15-50 %), niska gustoća i vrlo mala veličina pora (1-10 nm).

Nanokompozitni hidrogelovi, također poznati kao hibridni hidrogelovi, visoko su hidratizirane i porozne polimerne mreže povezane fizičkim (nestabilni gelovi) ili kovalentnim (stabilni gelovi) umrežavanjem s nanočesticama. Mogu se projektirati tako da posjeduju superiorna fizikalna, kemijska, električna i biološka svojstva. [10]

### **2.3.1. Polimerni gel**

Polimerni gel je krutina sastavljena od najmanje dvije komponente, u kojem je polimer ona komponenta koja tvori trodimenzionalnu mrežu. U polimernom gelu je minimalna količina tekućine dovoljna da osigura elastična svojstva gela. Uočeno je da pri visokoj gustoći mreže ili visokoj krutosti polimernog lanca postoji mogućnost stvaranja lomljivih gelova. Polimerni gelovi su u većini slučajeva binarni sustavi, iako je moguća prisutnost nekoliko otapala u sustavu. Trodimenzionalna mreža se sastoji od makromolekula ili njihovih agregata i sposobna je zadržati veliku količinu otapala.

Polimerni gelovi se mogu svrstati u dvije vrste: termo ireverzibilni (kemijski) i termo reverzibilni (fizički). Čimbenici odgovorni za elastičnost polimernih gelova su velika količina otapala i fleksibilnost polimernog lanca. Što je veća fleksibilnost, manja koncentracija polimera u sustavu i dulja udaljenost između mrežnih spojeva, to je elastičnost veća. [9]

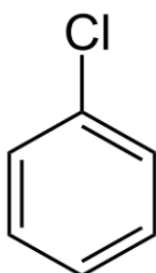
## **2.4. Organska otapala**

U daljnjem tekstu su obrađena odabrana organska otapala s kojima su bili priređeni PDMS-TAEA gelovi: klorbenzen, 96 % etanol, benzen, *t*-butanol i *izo*-propanol. Njihova svojstva su opisana u Tablici 1.



### 2.4.1. Klorbenzen

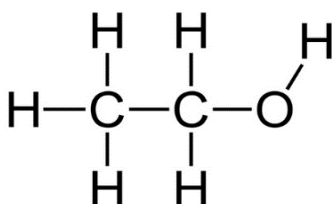
Klorbenzen se prvenstveno koristi kao otapalo, sredstvo za odmašćivanje i kemijski međuprodukt korišten u proizvodnji drugih kemikalija. Strukturna formula klorbenzena je  $C_6H_5Cl$  (Slika 5). Klorbenzen je bezbojna zapaljiva i hlapljiva tekućina, slabo topljiva u vodi. Ima aromatski miris sličan bademu. Nešto je gušći od vode, a pare su mu teže od zraka. Mješljiv je s etanolom i etil eterom, a vrlo topljiv u benzenu, ugljikovom tetrakloridu i ugljikovom disulfidu. Tekući klorbenzen nagriza neke vrste plastike, gume i premaza. Dugoročna izloženost ljudi na klorbenzenu utječe na središnji živčani sustav čovjeka. Primarna uporaba klorbenzena je za proizvodnju pesticida, boja i drugih kemikalije. [11]



Slika 5. Strukturna formula klorbenzena [11]

### 2.4.2. Etanol

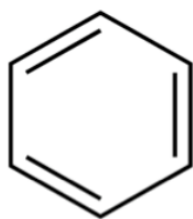
Etanol ili etilni alkohol je bistra, bezbojna tekućina koja se koristi kao otapalo i konzervans u farmaceutskim pripravcima, te kao sastojak u alkoholnim pićima. Strukturna formula etanola je  $C_2H_5OH$  (Slika 6). Ova hlapljiva tekućina proizvodi se fermentacijom određenih ugljikohidrata. Miješa se s vodom, acetonom, etil eterom, kloroformom i mnogim organskim otapalima, a topljiv je u benzenu. Etanol ima depresivni učinak na središnji živčani sustav i zbog svojih psihoaktivnih učinaka smatra se drogom. Kada razina alkohola u krvi dosegne 0,4 %, posljedice mogu biti smrtonosne. Alkohol djeluje i kao diuretik ili sredstvo za dezinfekciju. [12]



Slika 6. Strukturna formula etanola [12]

### 2.4.3. Benzen

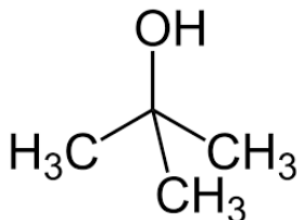
Benzen je bistar, bezbojan, otrovan, vrlo zapaljiv i hlapljiv, tekući aromatski ugljikovodik s benzinskim mirisom. Strukturna formula benzena je  $C_6H_6$  (Slika 7). Slabo je topljiv u vodi i manje je gustoće od vode. Miješa se s etanolom, etil eterom, acetonom, kloroformom, uljima, ugljikovim disulfidom i ugljikovim tetrakloridom, U industriji se koristi kao otapalo u bojama, lakovima, razrjeđivačima, benzinima i koristi se u sintezi brojnih kemikalija. Javlja se kao nusprodukt procesa rafiniranja nafte. Benzen uzrokuje akutno oštećenje središnjeg živčanog sustava i oštećenje koštane srži. [13]



Slika 7. Strukturna formula benzena [13]

### 2.4.4. *tert*-butanol

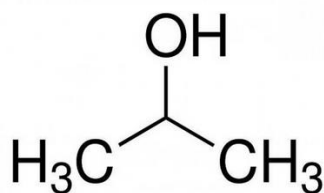
*tert*-butanol je jedan od izomera butanola. Strukturna formula *tert*-butanola (*t*-butanola) je  $(CH_3)_3COH$  (Slika 8). Ovisno o temperaturi okoline, *tert*-butanol je bistra, bezbojna tekućina ili bijela krutina i najjednostavniji tercijarni alkohol. Vrlo je topljiv u vodi te u kloroformu i može se miješati s etanolom i dietil eterom. Jedinstven je među izomerima butanola jer mu je talište nešto iznad  $25\text{ }^\circ\text{C}$  pa je u čvrstom stanju pri sobnoj temperaturi. Uljna je tekućina iznad sobne temperature s ostrim alkoholnim mirisom, a proizvodi nadražujuću paru. [14]



Slika 8. Strukturna formula *tert*-butanola [14]

### 2.4.5. *izo*-propanol

*izo*-propanol je bezbojna tekućina s dezinfekcijskim svojstvima. Strukturna formula *izo*-propanola je  $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$  (Slika 9). Ima oštar alkoholni miris, a pare blago iritiraju oči, nos i grlo. Topljiv je u benzenu, a miješa se s eterom, kloroformom i većinom organskih otapala. Koristi se kao otapalo, antiseptik u sapunima i losionima i za proizvodnju acetona i njegovih derivata. Također se koristi za izradu kozmetičkih proizvoda, preparata za kožu i kosu, lijekova, parfema, antifrizna, sapuna, sredstava za čišćenje prozora i drugih kemikalija i proizvoda. Male količine ovog alkohola se proizvode pomoću mikroorganizama. [15]



Slika 9. Strukturna formula *izo*-propanola [15]

Tablica 1. Svojstva odabranih organskih otapala s kojima su bili priređeni PDMS-TAEA gelovi.

Organsko otapalo	Molekulska masa [g/mol]	Temperatura vrelišta [°C]	Polarnost	Gustoća [g/cm <sup>3</sup> ]
Klorbenzen	112,556	132	0,188	1,1058
Etanol	46,069	79	0,654	0,7893
Benzen	78,114	80	0,111	0,8756
<i>t</i> -butanol	74,123	83	0,389	0,7886
<i>izo</i> -propanol	60,096	83	0,617	0,7851

## **2.5. Ekstrakcija**

Ekstrakcija je postupak uklanjanja jedne ili više komponenti iz čvrste ili kapljevite smjese pomoću selektivnog otapala. Komponenta koju želimo izdvojiti mora biti topljiva u odabranom otapalu te preći u otopinu. Postoji ekstrakcija krutine s kapljevnom, koja se naziva i izluživanje, te ekstrakcija kapljevine s kapljevnom. Karakteristike koje otapalo mora imati su: velika selektivnost, dobra topljivost komponente, a za ekstrakciju kapljevine s kapljevnom još i nemješljivost primarnog i sekundarnog otapala, razlika u gustoćama, mala viskoznost, niski tlak para te toplinska i kemijska stabilnost. [16]

### **2.5.1. Stacionarna ekstrakcija**

Ekstrakcija krutih uzoraka otapalom jedna je od najstarijih tehnika za uklanjanje i odvajanje spojeva iz netopljive frakcije velike molekulske mase kao i drugih spojeva koji bi mogli ometati daljnje korake analitičkog procesa. Stoga, prvi korak uključuje prijenos ciljanih analita u tekuću fazu. [16] Tijekom provedbe ekstrakcije odvija se proces difuzije. Difuzija je molekularni mehanizam prijenosa tvari, a do prijenosa dolazi zbog razlike koncentracija, sve dok se ne uspostavi ravnotežno stanje. Analit mora imati veći afinitet prema otapalu, nego prema uzorku u kojem se nalazi. Željena komponenta se ekstrahira iz čvrste faze u otapalo, a čvrstu fazu se zatim ukloni filtriranjem. [17]

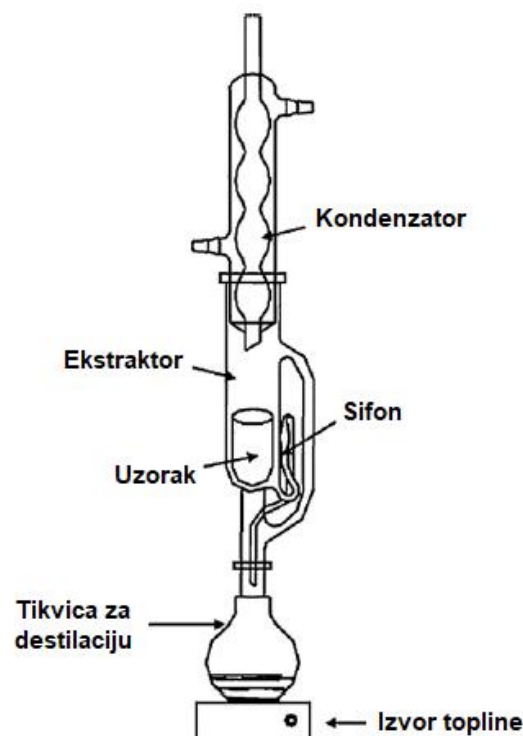
### **2.5.2. Soxhlet ekstrakcija**

Godine 1879. von Soxhlet je razvio sustav (Slika 10) koji je i danas najčešće korištena tehnika ekstrakcije. Zapravo, Soxhlet ekstrakcija standardna je tehnika već više od jednog stoljeća. Većina izmjena zabilježenih tijekom posljednjih nekoliko desetljeća usmjerena je na prilagođavanje ekstrakcije po Soxhletu novijim tehnikama za dobivanje čvrstog uzorka radi skraćivanja vremena ekstrakcije.

Čvrsti uzorak se može staviti u celulozni tuljac ili u filter papir te u ekstraktor po Soxhlet-u. Otapalo koje se koristi za ekstrakciju se upari, kondenzira u ekstraktoru i tako propušta kroz čvrsti uzorak. Ekstraktor se postupno puni kondenziranim otapalom, a kada tekućina dosegne razinu preljeva, sifon ispušta otopinu iz držača u tikvicu za destilaciju, noseći ekstrahirani analit. Operacija se nastavlja dok se ekstrakcija ne prekine, odnosno sve dok se ne procijeni

da je analit uklonjen iz čvrstog uzorka. Ova ekstrakcija je kontinuirana tehnika jer otapalo reciklira kroz uzorak. Otapalo koje se koristi za ekstrakciju mora imati veliki afinitet prema analitu, a mali prema uzorku. Poželjno je koristiti lako hlapljivo otapalo kako bi se lakše uklonilo iz ekstrahiranog uzorka.

Prednost Soxhlet ekstrakcije je što se uzorak kontinuirano dovodi u dodir s ekstraktom pa olakšava pomicanje dinamičke ravnoteže. Također, sustav ostaje na relativno visokoj temperaturi, a na kraju nije potrebna filtracija uzorka. Broj uzoraka za ekstrakciju se može povećati tako da se paralelno odvija nekoliko uzoraka što dovodi do smanjenja troškova osnovne opreme. Glavni nedostaci Soxhlet ekstrakcije su dugotrajnost, velika količina otapala potrebnog za ekstrakciju što nije samo skupo, već je ponekad i problem za okoliš. Uzorci se ekstrahiraju na temperaturi malo nižoj od vrelišta otapala, što može dovesti do termičke razgradnje termolabilnih tvari. [18]



Slika 10. Soxhlet ekstraktor [18]

### **3. EKSPERIMENTALNI DIO**

### 3.1. Materijali i metode

Uzorci su bili PDMS-TAEA gelovi priređeni reakcijom poli(dimetil-siloksan) diglicidil etera (PDMS-DGE) s tris(2-aminoetil)aminom (TAEA), bez i s dodatkom odabranih otapala.

Uzorci su popisani u Tablici 2.

Tablica 2. Popis ekstrahiranih gelova i maseni udio otapala u gelu

PDMS – TAEA gel	Maseni udio otapala u gelu [%]
čisti gel	-
gel s klorbenzenom	33,07
gel s 25 % klorbenzena u etanolu	27,90
gel s 96 % etanolom	25,99
gel s benzenom	28,05
gel s <i>t</i> -butanolom	25,80
gel s <i>izo</i> -propanolom	26,33
gel s 25 % klorbenzena u <i>t</i> -butanolu	25,94

Otapalo za ekstrakciju ispitivanih PDMS-TAEA gelova bio je *n*-heksan, p.a., Honeywell.

U radu su korišteni slijedeći instrumenti i pribori:

1. Analitička vaga.

Uzorci su vagani na Mettler Toledo XA105 DualRange vagi. Vaga ima preciznost mjerenja 0,01 mg.

2. Vakuum sušionik Heraeus VT 5042 EK

Uzorci su nakon ekstrakcije sušeni u navedenom vakuum sušioniku.

3. BTES-frigomat termostat-inkubator

Stacionarna ekstrakcija je provedena u navedenom termostatu s točnošću mjerenja temperature od 0,1 °C.

#### 4. Aparatura po Soxhletu

Aparatura se sastoji od grijaćeg bloka, tikvice od 1000 mL s okruglim dnom, ekstraktora po Soxhletu kapaciteta 30 mL i Liebigovog hladila.

#### 5. Laserski termometar

Za mjerenje temperature otapala unutar ekstraktora po Soxhlet-u korišten je infracrveni termometar TFA 31.1134.06 koji ima mjerno područje od -50 do +330 °C s točnošću mjerenja od  $\pm 2$  %.

### 3.2. Stacionarna ekstrakcija

Stacionarna ekstrakcija se sveukupno odvijala osam tjedana na temperaturi 50 °C. U osam Erlenmeyerovih tikvica od 50 mL sa staklenim čepom stavljalo se po 10 mL *n*-heksana (p.a., Honeywell). Uzorci gelova su izvagani (preciznost vaganja 0,01 mg), a mase su bile u rasponu 200 – 500 mg. Svaki izvagani uzorak gela se stavio u jednu tikvicu, a čep se zabrtvio parafilmom. Kada su uzorci pripremljeni, stavljeni su u termostat na temperaturu 50 °C na 4 tjedna. Uzorci su jednom tjedno promiješani. Nakon 4 tjedna uzorci su izvađeni iz termostata i filtrirani kroz filter papir. Gel koji je zaostao, prebacio se u čašicu ili Petrijevu zdjelicu, prekrpio parafilmom i stavio u vakuum sušionik. Prije stavljanja u sušionik, na parafilmu se izbušilo nekoliko rupica kako bi otapalo prilikom sušenja moglo ispariti. Gelovi su se sušili 24 sata na 50 °C. Nakon 24 sata sušenja, uzorci su se izvagali i stavili u novih 10 mL *n*-heksana na još 4 tjedna ekstrakcije na 50 °C. Smanjenje mase uzoraka nakon 4 tjedna ekstrakcije može se iščitati iz Tablice 3. Nakon što je prošlo još 4 tjedna, odnosno sveukupno 8 tjedana, navedeni postupak se ponovio. Dakle, uzorci su izvađeni iz termostata, filtrirani, sušeni 24 sata te ponovo izvagani.

### 3.3. Soxhlet ekstrakcija

Soxhlet ekstrakcija provedena je na svježim uzorcima istih PDMS-TAEA gelova. Uzorcima gelova se izvagala početna masa i stavljeni su u improvizirane tuljce od filtera papira. Po



jedan uzorak gela stavljen je u ekstraktor po Soxhlet-u. U tikvice za destilaciju se stavilo oko 50 mL *n*-heksana, i aparatura se pripremila za ekstrakciju. Tikvice i ekstraktor po Soxhlet-u su se obložili aluminijskom folijom kako bi se zadržala temperatura otapala za ekstrakciju. Ekstrakcija je trajala 24 sata, a temperatura otapala u Soxhlet ekstraktoru izmjerena laserskim termometrom iznosila je oko 50 °C, kao i kod stacionarne ekstrakcije. Nakon ekstrakcije uzorci su se sušili 24 sata na 50 °C u vakuum sušioniku, a zatim izvagali. Iz dobivene mase izračunao se gubitak mase.

### 3.4. Određivanje promjene mase ekstrakcijom

Nakon obje metode ekstrakcije, stacionarne i one po Soxhlet-u, uzorci su se sušili 24 sata na 50 °C u vakuum sušioniku te onda vagali. Gubitak mase,  $\Delta m$ , nakon provedenih ekstrakcija se računao iz dobivenih masa:

$$\Delta m = \frac{m_{\text{početna}} - m_{\text{konačna}}}{m_{\text{početna}}} * 100\% \quad (1)$$

## **4. REZULTATI I RASPRAVA**

## 4.1. Stacionarna ekstrakcija

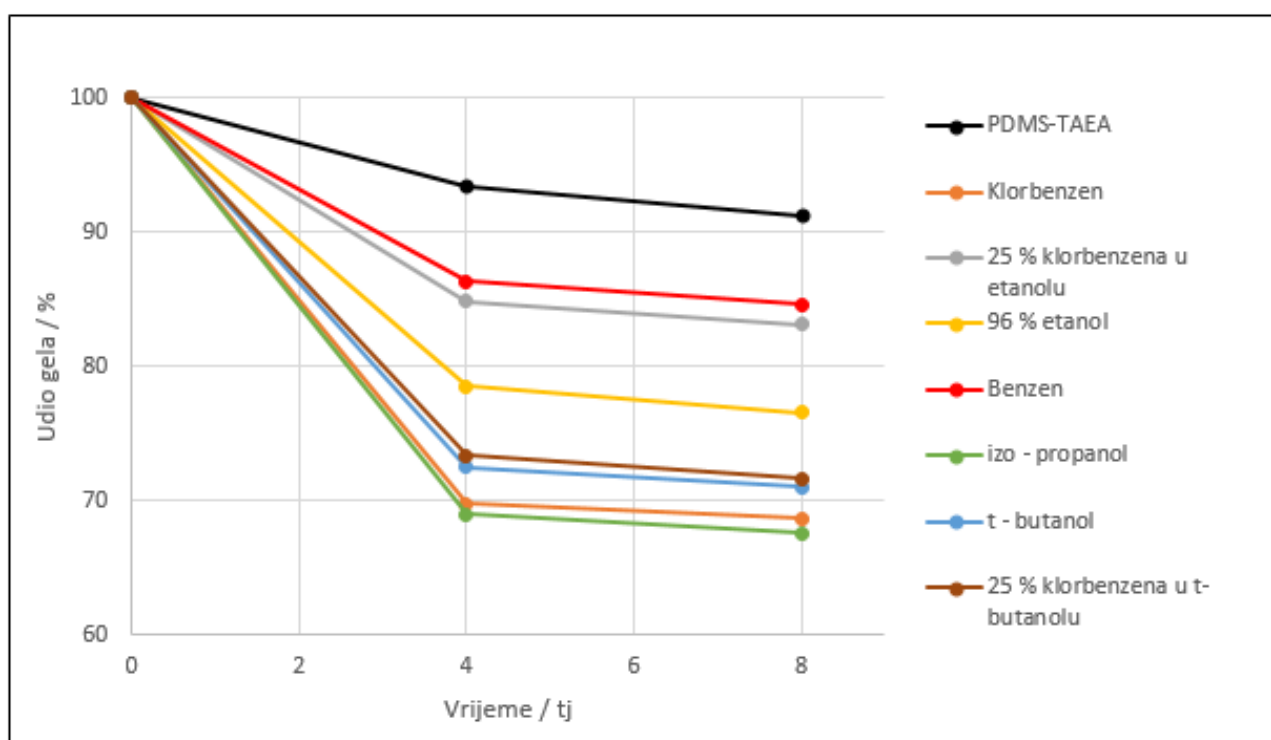
Kod stacionarne ekstrakcije glavna gubitka mase izračunatog prema jednadžbi 1 (Tablica 3) se dogodila u prva četiri tjedna ekstrakcije. Kod čistog gela u prvih četiri tjedna gubitak mase je 6,73 %, a nakon osam tjedana 8,73%, dok za gel s klorbenzenom 30,20 %, odnosno 31,33 %. Gubitak mase gelova s benzenom, etanolom, klorbenzenom i 25 % klorbenzena u etanolu je manji od masenog udjela otapala u gelu. Može se pretpostaviti da su u tim gelovima interakcije otapala i polisiloksana jake. Što je gubitak mase pri ekstrakciji manji, može se pretpostaviti da je gel stabilniji. Stabilnost raste u nizu: klorbenzen < etanol < smjesa 25 % klorbenzena u etanolu < benzen.

Obzirom da je kod gela bez otapala gubitak mase bio 6,73% odnosno 8,73 % očito je da je kod svih gelova značajan udio odgovarajućeg otapala čvrsto vezan unutar šupljina polisiloksanske mreže. Gubitak mase gelova s *izo*-propanolom, *t*-butanolom i smjesom 25 % klorbenzena u *t*-butanolu je prividno veći od masenog udjela otapala u gelu već nakon četiri tjedna ekstrakcije. Gubitak mase raste u nizu: smjesa 25 % klorbenzena u *t*-butanolu < *t*-butanol < *izo*-propanol. Za razliku od gelova s benzenom, etanolom, klorbenzenom i 25 % klorbenzena u etanolu, za one s *izo*-propanolom, *t*-butanolom i smjesom 25 % klorbenzena u *t*-butanolu očito je da je veći dio otapala izašao iz gela. To ukazuje na manju stabilnost gela i/ili manju gustoću umreženja što je kod tih gelova došlo do veće difuzije *n*-heksana unutar gela. Također je zbog dugog trajanja stacionarne ekstrakcije, ukupno 8 tjedana i to na temperaturi na kojoj su pripremljeni sami gelovi (50 °C), procesom starenja vjerojatno došlo i do djelomičnog otapanja gela.

Tablica 3. Rezultati stacionarne ekstrakcije PDMS-TAEA gelova, čistog i s odabranim otapalima.

Stacionarna ekstrakcija	Prva 4 tjedna			
	Maseni udio otapala [%]	Početna masa [mg]	Masa nakon 4 tjedna [mg]	Gubitak mase, $\Delta m_4$ [%]
čisti PDMS-TAEA gel	-	278,24	260,08	6,53
gel s klorbenzenom	33,07	285,31	199,15	30,20
gel sa smjesom 25 % klorbenzena u etanolu	27,90	134,95	114,52	15,14
gel s 96 % etanolom	25,99	197,20	154,87	21,47
gel s benzenom	28,05	178,42	154,09	13,64
gel s <i>t</i> -butanolom	25,80	155,82	113,00	27,48
gel s <i>izo</i> -propanolom	26,33	367,81	253,74	31,01
gel sa smjesom 25 % klorbenzena u <i>t</i> -butanolu	25,94	384,81	282,50	26,59
4-8 tjedana				
Stacionarna ekstrakcija	Maseni udio otapala [%]	Konačna masa [mg]	Razlika gubitka mase 4-8 tjedana, $\Delta m_{4-8}$ [%]	Ukupni gubitak mase, $\Delta m_8$ [%]
čisti PDMS-TAEA gel	-	253,95	2,20	8,73
gel s klorbenzenom	33,07	195,91	1,13	31,33
gel sa smjesom 25 % klorbenzena u etanolu	27,90	112,19	1,73	16,87
gel s 96 % etanolom	25,99	151,07	1,92	23,39
gel s benzenom	28,05	150,94	1,76	15,40
gel s <i>t</i> -butanolom	25,80	110,72	1,46	28,94
gel s <i>izo</i> -propanolom	26,33	248,61	1,40	32,41
gel sa smjesom 25 % klorbenzena u <i>t</i> -butanolu	25,94	275,87	1,72	28,31

Na Slici 11 prikazani su udjeli preostalog PDMS-TAEA gela, čistog i s odabranim otapalima nakon četiri odnosno osam tjedana stacionarne ekstrakcije. Graf prikazuje u kojem otapalu dolazi do najvećeg gubitka mase. Kod gelova koji su sadržavali otapalo ili smjesu otapala redoslijed gubitka mase prilikom ekstrakcije u odnosu na čisti gel od najmanjeg prema najvećem slijedi niz benzen < 25 % otopina klorbenzena u etanolu < 96 % etanol < 25 % otopina klorbenzena u *t*-butanolu < *t*-butanol < klorbenzen < *izo*-propanol. Ako se kao kriterij stabilnosti gela smatra najmanji gubitak mase, gel s benzenom je najstabilniji, a gelovi s klorbenzenom i *izo*-propanolom su najnestabilniji.



Slika 11. Ovisnost masenog udjela preostalog gela o trajanju stacionarne ekstrakcije PDMS-TAEA gelova, čistog i s odabranim otapalima.

## 4.2. Soxhlet ekstrakcija

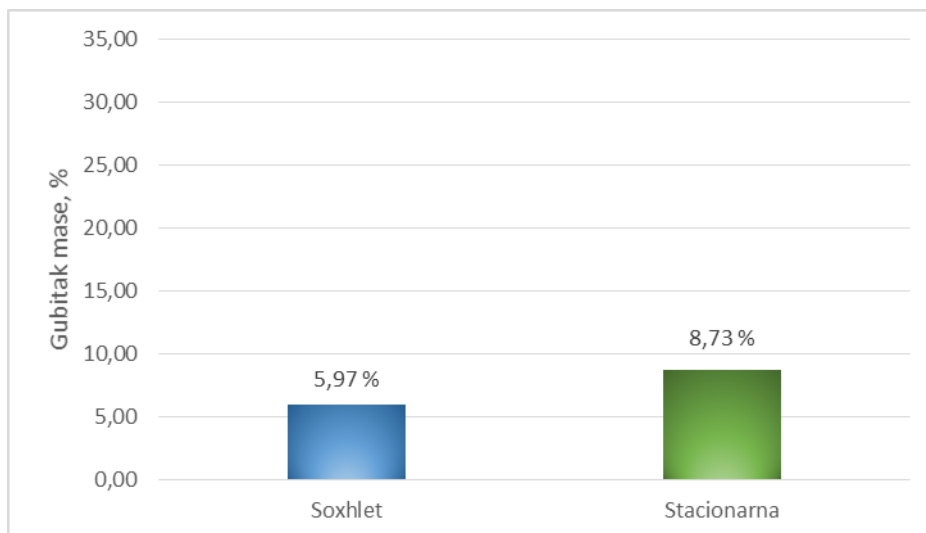
Kod Soxhlet ekstrakcije gubitci mase,  $\Delta m_{So}$ , svih PDMS-TAEA gelova (Tablica 4), bez obzira na otapalo koje su sadržavali, bili su manji od masenih udjela otapala u gelovima te manji u odnosu na stacionarnu ekstrakciju. Može se pretpostaviti da je kod gelova s benzenom, *t*-butanolom i 96 %-tnim etanolom samo vrlo mali dio otapala izašao iz gela jer su njihovi gubitci mase manji od 7 % i samo neznatno veći od gubitka mase kod čistog gela.

Najveći gubitak mase bio je kod gela s otopinom 25 % klorbenzena u *t*-butanolu i iznosi 25,24 %. Prilikom ekstrakcije po Soxhletu gubitak mase ispitivanih gelova u odnosu na čisti gel raste u nizu 96 % etanol < *t*-butanol < benzen < 25 % otopina klorbenzena u etanolu < klorbenzen < *izo*-propanol < 25 % otopina klorbenzena u *t*-butanolu.

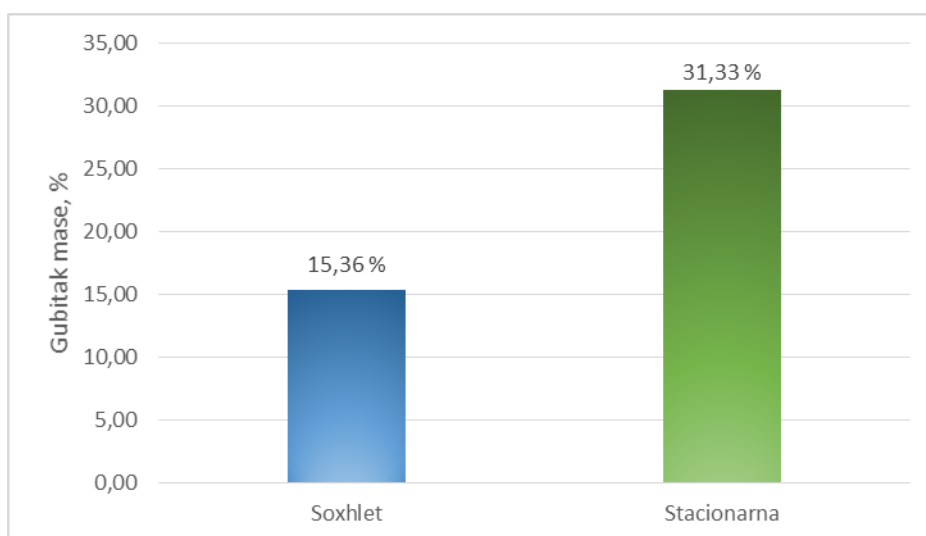
Tablica 4. Rezultati Soxhlet ekstrakcije PDMS-TAEA čistog gela i gelova s odabranim otapalima.

Soxhlet ekstrakcija	Maseni udio otapala [%]	Početna masa [mg]	Konačna masa [mg]	Gubitak mase, $\Delta m_{So}$ [%]
čisti PDMS-TAEA gel	-	213,71	200,96	5,97
gel s klorbenzenom	33,07	246,69	208,80	15,36
gel sa smjesom 25 % klorbenzena u etanolu	27,90	196,45	179,69	8,53
gel s 96 % etanolom	25,99	202,24	189,60	6,25
gel s benzenom	28,05	230,26	214,65	6,78
gel s <i>t</i> -butanolom	25,80	234,51	219,35	6,46
gel s <i>izo</i> -propanolom	26,33	288,42	232,03	19,55
gel sa smjesom 25 % klorbenzena u <i>t</i> -butanolu	25,94	211,05	157,78	25,24

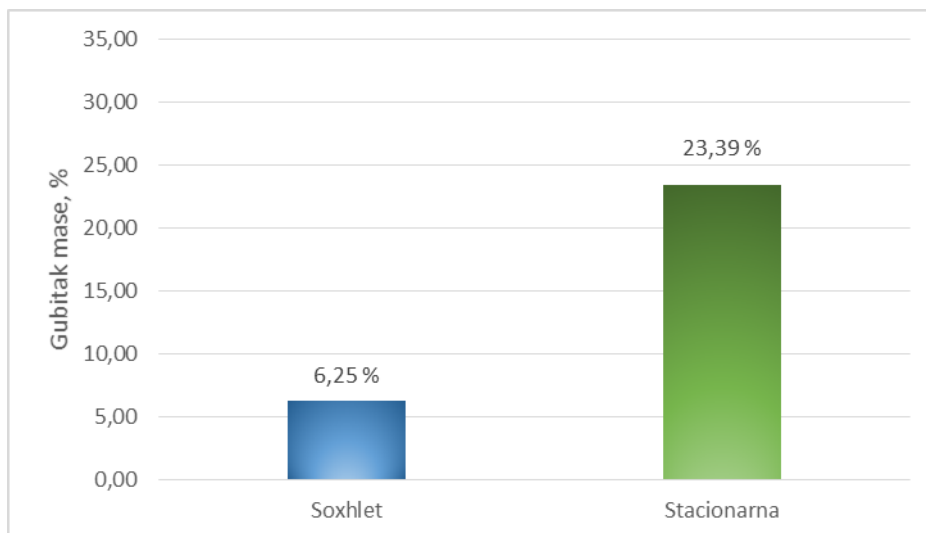
Na Slikama 12 do 19 prikazane su za pojedine gelove usporedbe gubitaka mase za obje metode ekstrakcije.



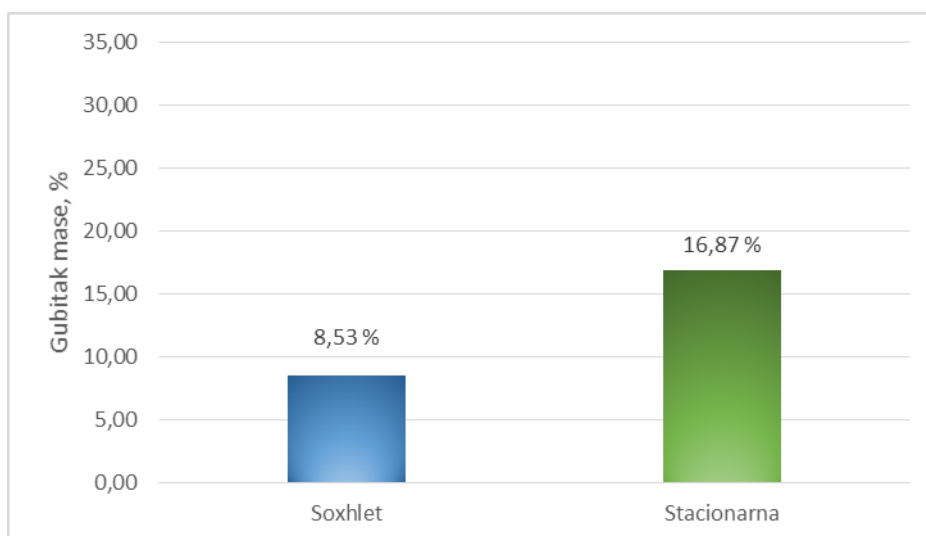
Slika 12. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela.



Slika 13. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s klorbenzenom.

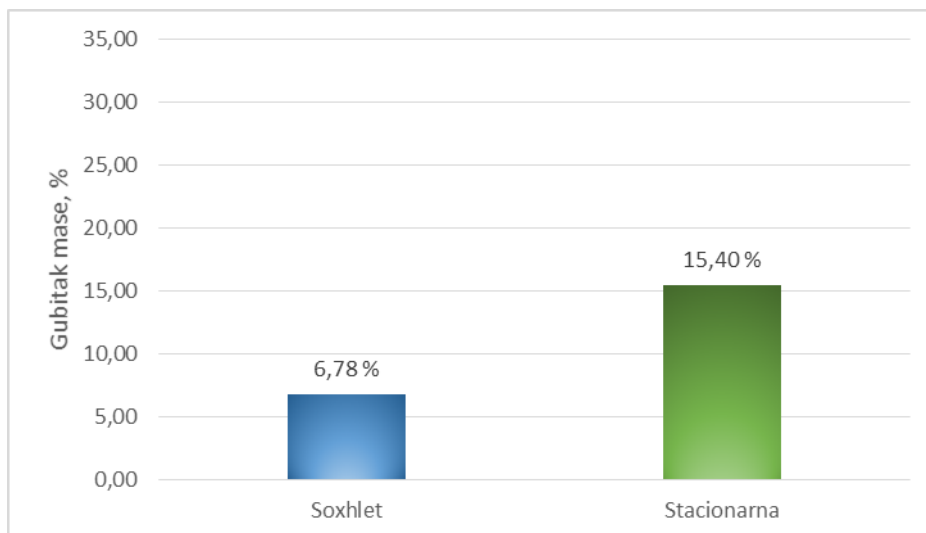


Slika 14. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s 96 %-tnim etanolom.

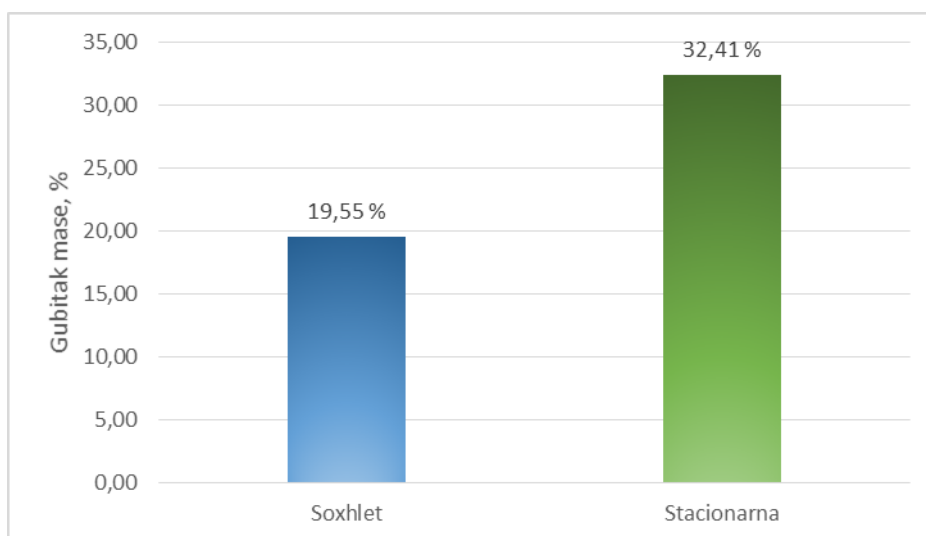


Slika 15. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s otopinom 25 % klorbenzena u etanolu.

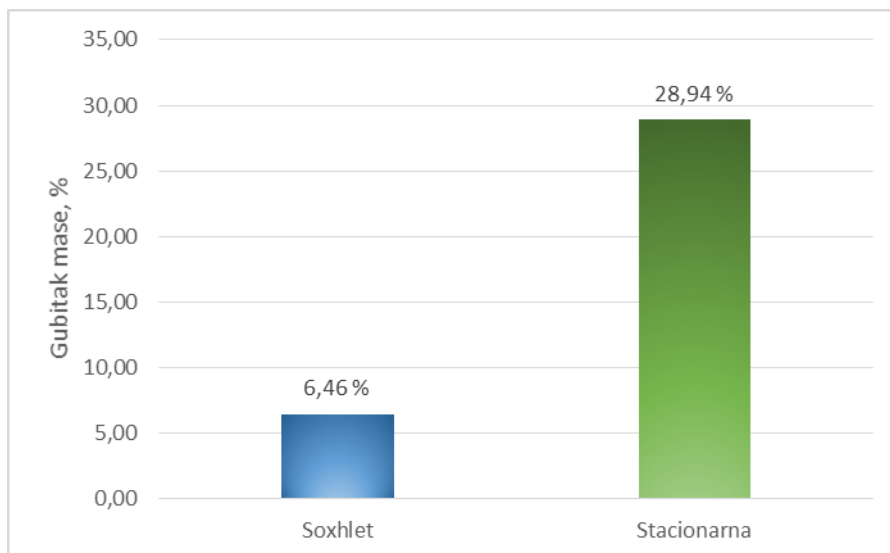




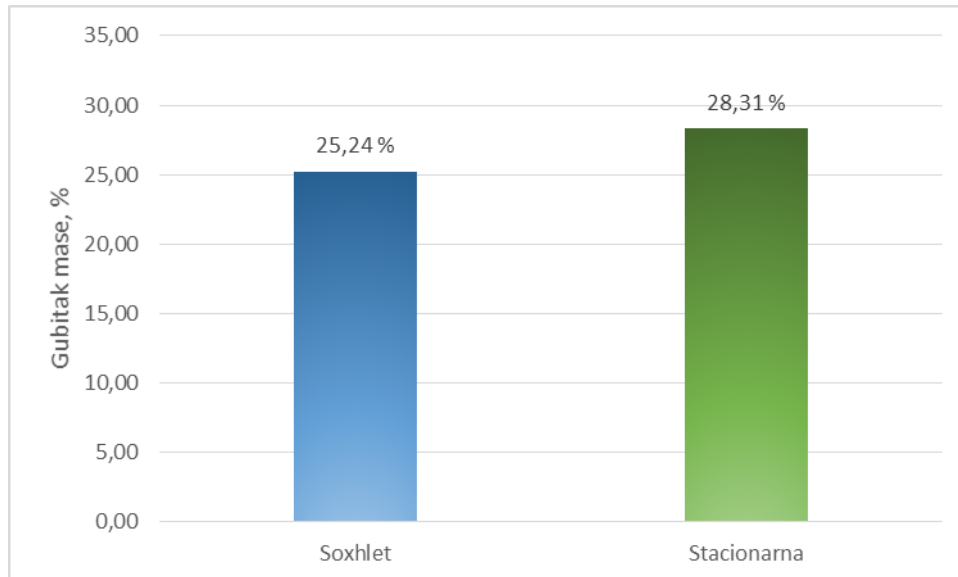
Slika 16. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s benzenom.



Slika 17. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s *izo*-propanolom.



Slika 18. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s *t*-butanolom.



Slika 19. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s otopinom 25% klorbenzena u *t*-butanolu.

Gubitci mase pri stacionarnoj ekstrakciji  $\Delta m_4$  i  $\Delta m_8$  odnosno pri ekstrakciji po Soxhlet-u,  $\Delta m_{So}$  mjerilo su stabilnosti gela. Neovisno o metodi ekstrakcije gubitak mase najmanji je kod čistog PDMS-TAEA gela, a najveći kod PDMS-TAEA gelova s *izo*-propanolom i klorbenzenom. U odnosu na stacionarnu ekstrakciju, gubitak mase kod Soxhlet ekstrakcije za sve ispitane PDMS-TAEA gelove je manji. Najmanja razlika između rezultata je kod čistog gela i gela sa smjesom otapala klorbenzena i *t*-butanola. Kod ostalih gelova uočena je značajnija razlika, 10-15 % mase uzorka. Najveća razlika opažena je kod gela s *t*-butanolom. Gubitak mase uzoraka tijekom ekstrakcije može se objasniti relativnom polarnosti otapala uključenih u gel koja raste u nizu: benzen (0,111) < klorbenzen (0,188) < *t*-butanol (0,389) < *izo*-propanol (0,617) < etanol (0,654) dok je relativna polarnost *n*-heksana s kojim je provedena ekstrakcija 0,009. Unutar polisiloksanske mreže alkoholi mogu biti vezani vodikovim vezama. To objašnjava najmanji gubitak mase gela koji je sadržavao etanol. PDMS-TAEA s *t*-butanolom zbog većih steričkih smetnji i PDMS-TAEA s *izo*-propanolom zbog dužeg lanca u odnosu na etanol davali su manje stabilne gelove. Napolarna aromatska otapala zadržana su interakcijama s nepolarnim dijelom polisiloksanskih molekula. Gubitak mase gela s benzenom bio je manji nego kod gela s klorbenzenom jer veliki atom klora na benzenskom prstenu stvara značajne steričke smetnje koje rezultiraju slabijim interakcijama s PDMS-om.

## **5. ZAKLJUČAK**

U ovom radu istražen je utjecaj vrste odabranih otapala na stabilnost polimernih gelova dobivenih reakcijom diglicidil eter poli(dimetil-siloksana) (PDMS-DGE) i tris(2-aminoetil)amina (TAEA). Stabilnost je ispitivana metodom ekstrakcije, stacionarnom i onom po Soxhletu koje su pokazale:

- 1) Bez obzira na metodu ekstrakcije gubitak mase kod čistog PDMS-TAEA gela bio je najmanji što znači da je čisti gel bio najstabilniji, a dodatak benzena je najmanje narušavao stabilnost gela.
- 2) PDMS-TAEA gelovi s klorbenzenom i *izo*-propanolom su najnestabilniji.
- 3) Gubitak mase pri stacionarnoj ekstrakciji kod svih ispitivanih gelova bio je veći nego pri ekstrakciji po Soxhlet-u što se možemo pripisati djelomičnom otapanju gela zbog dugotrajnog procesa ekstrakcije. Razlika je najmanja za PDMS-TAEA gel sa smjesom klorbenzena u *t*-butanolu.

## **6. LITERATURA**

- [1] Yoshimoto Abe, Takahiro Gunji, Oligo- and polysiloxanes, *Prog. Polym. Sci.* 29 (2004) 150
- [2] James E. Mark, Some Interesting Things about Polysiloxanes, *Acc. Chem. Res.* 37 (2004) 946–949
- [3] Poly(dimethylsiloxane) diglycidyl ether terminated:  
<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/480282?lang=en&region=HR>  
(Preuzeto 24.7.2018.)
- [4] Osamu Hara, Curing Agents for Epoxy Resin, *Three Bond Technical News* 32 (1990) 2-3
- [5] Edward M. Petrie, *Epoxy Adhesive Formulations*, McGraw-Hill, USA, 2006, str. 39
- [6] Leon Shechter, John Wynstra, Raymond P. Kurkky, *Glycidyl Ether Reactions with Amines*, *Industrial and engineering chemistry Vol.48* (1956) 1
- [7] Tris(2-aminoethyl)amine: [https://en.wikipedia.org/wiki/Tris\(2-aminoethyl\)amine](https://en.wikipedia.org/wiki/Tris(2-aminoethyl)amine)  
(Preuzeto 24.7.2018.)
- [8] Tris(2-aminoethyl)amine:  
[https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty\\_EN\\_CB0235693.htm](https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_EN_CB0235693.htm) (Preuzeto 24.7.2018.)
- [9] Lidiya Z. Rogovina, Viktor G. Vasil'ev, E. E. Braudo, Definition of the concept of polymer gel, *Polymer Science, Ser. C.*, Vol.50, 2008, str. 85
- [10] Gel: <https://en.wikipedia.org/wiki/Gel> (Preuzeto 14.8.2018.)
- [11] Chlorobenzene:  
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/chlorobenzene#section=Top> (Preuzeto 25.7.2018.)
- [12] Ethanol: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ethanol#section=Top> (Preuzeto 25.7.2018.)
- [13] Benzene: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/benzene#section=2D-Structure>  
(Preuzeto 25.7.2018.)
- [14] tert butanol: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/tert-Butanol#section=Top>  
(Preuzeto 25.7.2018.)
- [15] isopropanol:  
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/isopropanol#section=Experimental-Properties>  
(Preuzeto 10.9.2018.)

[16] Aleksandra Sander, Ekstrakcija, Interna skripta, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Zagreb, 2017.

Ekstrakcija Fkit: [https://www.fkit.unizg.hr/\\_download/repository/ekstrakcija.pdf](https://www.fkit.unizg.hr/_download/repository/ekstrakcija.pdf) (Preuzeto 19.7.2018.)

[17] Ivona Kaselj, Ekstrakcija farmaceutika iz sedimenta ultrazvukom, završni rad, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Zagreb, 2012.

[18] María Dolores Luque de Castro, Feliciano Priego-Capote, Soxhlet extraction: Past and present panacea, *Journal of Chromatography A*, 1217 (2010) 2383–2384



## **7. DODACI**

## 7.1. Popis slika

Slika 1. Strukturna formula dijela poli(dimetil-siloksan) lanca [2]

Slika 2. Strukturna formula glicidil eterom terminiranog poli(dimetil-siloksana) [3]

Slika 3. Shematski prikaz reakcije glicidil eterske skupine s aminima [5]

Slika 4. Strukturna formula tris(2-aminoetil)amina kojim su umreženi istraživani gelovi. [7]

Slika 5. Strukturna formula klorbenzena [11]

Slika 6. Strukturna formula etanola [12]

Slika 7. Strukturna formula benzena [13]

Slika 8. Strukturna formula *terc*-butanola [14]

Slika 9. Strukturna formula *izo*-propanola [15]

Slika 10. Soxhlet ekstraktor [18]

Slika 11. Ovisnost masenog udjela preostalog gela o vremenu stacionarne ekstrakcije PDMS-TAEA gela, čistog i s odabranim otapalima.

Slika 12. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela bez otapala.

Slika 13. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s klorbenzenom.

Slika 14. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s 96 %-tnim etanolom.

Slika 15. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s otopinom 25 % klorbenzena u etanolu.

Slika 16. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s benzenom.

Slika 17. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s *izo*-propanolom.

Slika 18. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s *t*-butanolom.

Slika 19. Prikaz gubitka mase pri ekstrakciji po Soxhlet-u i stacionarnoj ekstrakciji PDMS-TAEA gela s otopinom 25% klorbenzena u *t*-butanolu.

## 7.2. Popis tablica

Tablica 1. Svojstva odabranih organskih otapala s kojima su bili priređeni PDMS-TAEA gelovi.

Tablica 2. Popis ekstrahiranih gelova i maseni udio otapala u gelu

Tablica 3. Rezultati stacionarne ekstrakcije PDMS-TAEA gelova, čistog i s odabranim otapalima.

Tablica 4. Rezultati Soxhlet ekstrakcije PDMS-TAEA čistog gela i gelova s odabranim otapalima.

## 7.3. Popis kratica i simbola

p.a. – pro analysis

PDMS - poli(dimetil-siloksan)

PDMS-DGE - poli(dimetil-siloksan), diglicidil eter terminirani

TAEA - tris(2-aminoetil)amin

$T_g$  - temperatura staklastog prijelaza

## **8. ŽIVOTOPIS**

