



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 225739

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 01 07 82
(21) PV 5032-82

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.¹
C 08 F 16/34

(40) Zveřejněno 24 06 83
(45) Vydáno 15 10 85

(75)
Autor vynálezu

ZÁBRANSKÝ JIŘÍ RNDr.,
KÁLAL JAROSLAV prof. ing. DrSc., PRAHA

(54)

Způsob stanovení obsahu aldehydových skupin v polymerních materiálech

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu aldehydových skupin v polymerních materiálech.

Pro chemické stanovení obsahu aldehydových skupin v polymerních materiálech se užívá různých variant oximační metody, protože jiné metody nejsou dostatečně univerzální. Principem oximační metody je kondenzace aldehydové skupiny polymerního materiálu s hydroxylamoniumchloridem za uvolnění chlorovodíku, který se různým způsobem stanoví titračně. Tato metoda neposkytuje však vždy spolehlivé výsledky.

Předmětem vynálezu je způsob stanovení obsahu aldehydových skupin v polymerních materiálech založený na thioacetalizaci aldehydových skupin polymerních materiálů 1,2-ethandithiolem za vzniku cyklických thioacetalů s 1,3-dithiolan-2-yl-ovým seskupením. Postupuje se tím způsobem, že se na rozpuštěný nebo nerozpuštěný polymerní materiál v inertní atmosféře působí přebytkem 1,2-ethandithiolu za varu a odestilování rozpouštědla tvořícího s vodou, vznikající při reakci, azeotropickou směs a za přítomnosti kyselých katalyzátorů. Po této modifikaci se polymerní materiál převede do pevného stavu, promyje se od přebytku činidla 1,2-ethandithiolu, vysuší a standardním způsobem elementární analýzou stanoví obsah síry, z něhož se vypočte obsah aldehydových skupin.

Metoda dle vynálezu je založena na jednoznačné a s vysokým posunutím reakční rovnováhy probíhající thioacetalizaci aldehydových skupin 1,2-ethandithiolem. Vzniklé cyklické thioacetalu patří k nejstálějším funkčním derivátům aldehydů a vznikají dostatečně rychle, což má vliv na přesnost a reprodukovatelnost stanovení. Činidlo 1,2-ethandithiol je dostatečně malou molekulou, aby úspěšně mohlo pronikat k méně přístupným aldehydovým skupinám. Samotný 1,2-ethandithiol má vysoký obsah síry - 68,08 %, což zajistí dostatečný obsah síry k jejímu stanovení v modifikovaném polymeru. Metoda stanovení zahrnuje jak aldehydy volné, tak i další v polymerech přítomné formy, jako jsou aldehydhydráty. Metoda tak tvoří vhodné doplnění fyzikálnímu stanovení aldehydových skupin infračervenou spektroskopií, která zahrnuje pouze aldehydy volné.

Způsob stanovení obsahu aldehydových skupin v polymerních materiálech je možno s výhodou použít při výrobě polymerních materiálů s aldehydovými skupinami, jakož i při výrobě jejich derivátů a poskytuje spolehlivé výsledky.

V dalším je vynález blíže objasněn na příkladu konkrétního provedení.

P ř í k l a d

Stanovení aldehydových skupin v kopolymeru 2-formylethylmethakrylátu (FEMA) a ethylen-dimethakrylátu (EDMA) (60,9:39,1).

Směs sférického kopolymeru FEMA-EDMA (60,9:39,1) (1,00 g, 4,28 mmol FEMA), absolutního benzenu (50 ml), 1,2-ethandithiolu (0,605 g, 0,54 ml, 6,42 mmol) a monohydrátu 4-toluensulfonové kyseliny (62,4 mg, 0,30 mmol) byla umístěna v baňce opatřené destilační kolonou se skleněnou spirální bužírkou (30 cm) a rektifikační hlavou. Ze směsi bylo zvolna vydestilováno 10 ml destilátu během 3 hodin. Polymer byl dekantován za promíchávání v atmosféře dusíku absolutním benzenem (3 x 50 ml), ethanolem 99 % (4 x 50 ml) a absolutním benzenem (2 x 50 ml). Polymer byl sušen několik dní za sníženého tlaku (13 Pa při teplotě 35 °C). Výtěžek 0,999 g (75 %) modifikovaného kopolymeru. IR spektrum (bromid draselný, cm^{-1}): 1 728 (C=O), 680 (C-S), dále byly patrné stopy výchozího aldehydu (2 860 a 2 740 cm^{-1}). Pro 60,9 % $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}_2\text{S}_2$ (218,34) a 39,1 % $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_4$ (198,23) vypočteno: 20,70 % S; nalezeno: 18,83 % S. Výpočtem byl stanoven obsah aldehydových skupin 93 % teoreticky přítomných, zbývající aldehydové skupiny zůstaly nezreagovány díky vysokému obsahu sílovadla.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení obsahu aldehydových skupin v polymerních materiálech, vyznačený tím, že se na rozpuštěný nebo nerozpuštěný polymerní materiál působí přebytkem 1,2-ethandithiolu za varu a oddestilovávání rozpouštědla tvořícího s vodou azeotropickou směs za přítomnosti kyselých katalyzátorů, načež se modifikovaný polymer izoluje a standardním způsobem se stanoví obsah síry, z něhož se vypočte obsah aldehydových skupin.