

FEDERÁLNY ÚRAD  
PRE VYNÁLEZY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

269 567

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
G 01 N 21/35  
C 08 G 65/44  
C 08 G 65/48

(21) PV 8781-87.Z  
(22) Prihlásené 03 12 87

(40) Zverejnené 12 09 89  
(45) Vydané 29 01 91

(75) Autor vynálezu . ĐURČOVÁ OLGA ing. CSc., POPRAD,  
PECHOČOVÁ MÁRIA ing. CSc.,  
VNENČÁKOVÁ JANA ing., SVIT

(54)

Spôsob stanovenia síry viazanej vo forme  
sulfoskupín v sulfonovanom polyfenylenoxide

(57) Riešenie sa týka spôsobu stanovenia síry vo forme sulfoskupín v sulfonovanom polyfenylenoxide meraním transmisných infračervených spektier. Podstata riešenia je meranie spektier z KBr tabletiiek obsahujúcich od 3 do 5 percent hmotnostných vzorky v oblasti od 4000 do 400 cm<sup>-1</sup>, pričom sa hodnotí integrovaná absorbančia analytických absorpčných pásov s maximami pri 561 a 663 cm<sup>-1</sup> a pásu vnútorného štandardu pri 1610 cm<sup>-1</sup> za použitia vzťahu

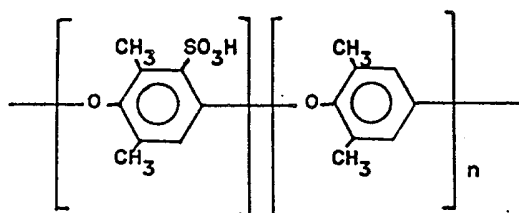
$$\text{hmot \% S} = \left[ \frac{A_{i\ 561} + A_{i\ 663}}{A_{i\ 1610}} - A \right] \cdot B^{-1},$$

kde  $A_{i\ 561}$ ,  $A_{i\ 663}$  a  $A_{i\ 1610}$  sú integrované absorbancie pri vlnotoch 561, 663 a 1610 cm<sup>-1</sup>, a empirické konštanty A a B sa stanovujú vopred kalibráciou spektrálnych meraní a analytického spôsobu stanovenia síry. Stanovením síry podľa tohoto vynálezu možno urýchliť doteraz používaný analytický spôsob, na základe čoho presne kontrolovať technologický postup prípravy zvláknovacích roztokov sulfonovaných polyfenylenoxidov, ako aj kontrolovať kvalitu chemického naviazania síry.

Vynález sa týka spôsobu stanovenia síry v sulfonovanom polyfenylenoxide s obsahom od 0 do 3 percent hmotnostných síry.

Nesulfonovaný polyfenylenoxid / poly/2,6-dimethyl-1,4 phenylenoxid// je polymér s výbornými elektrickými, mechanickými, tepelnými a chemickými vlastnosťami, ktoré sú uvedené napr. v encyklopédii /Mark, H. F.: Encyclopedia of Polymer Science and Technology, Vol. 10, New York 1969/. Okrem hlavného využitia v elektrotechnike a strojárstve sa výhodne používa na výrobu poréznych membrán pre separačné procesy. Pre prípravu plochých membrán a dutých vlákien sa s výhodou používa polyfenylenoxid modifikovaný sulfuskupinami, ktorý má vyššiu hydrofilitu a lepšie separačné vlastnosti.

Sulfonovaný polyfenylenoxid má nasledovnú chemickú štruktúru



Podľa obsahu síry sa mení pomer medzi natívnymi a sulfonovanými jadrami. Predpokladá sa, že pri obsahu síry cca 1,2 percent hmotnostných je nasulfonované každé dvadsiate jadro polyméru.

Za účelom kontroly obsahu síry v sulfonovanom polyfenylenoxide pred prípravou zvlákňovacích roztokov je potrebné mať k dispozícii vhodnú analytickú metódu. V súčasnosti sa používa spôsob stanovenia síry mineralizáciou vzorky v atmosfére kyslíka na platinovom kontakte. Produkty spálenia sa kvantitatívne zachytávajú v zriedenom peroxide vodíka podľa postupu vypracovanom vo VÚOS. Stanovenie síry podľa tohoto spôsobu je časovo veľmi náročné vzhľadom k pomalej mineralizácii.

Podstata stanovenia síry vo forme sulfoskupín v sulfonovanom polyfenylenoxide podľa tohoto vynálezu spočíva v tom, že z práškoveho polyméru sa pripraví KBr tabletky o koncentrácii od 3 do 5 percent hmotnostných vzorky a zmeria sa transmisné infračervené spektrum v oblasti od  $4000\text{ cm}^{-1}$  do  $400\text{ cm}^{-1}$ . V spektre sa hodnotia integrované absorbie analytických absorpčných pásov síry pri  $561$  a  $663\text{ cm}^{-1}$  a absorpčného pásu vnútorného štandardu polyfenylenoxidu pri  $1610\text{ cm}^{-1}$ . Pre stanovenie obsahu síry sa použije vzťah

$$\text{hmot \% S} = \left[ \frac{A_{i\ 561} + A_{i\ 663}}{A_{i\ 1610}} - A \right] \cdot B^{-1}$$

v ktorom  $A_{i\ 561}$ ,  $A_{i\ 663}$  a  $A_{i\ 1610}$  sú integrované absorbie pásov pri vlnôčtoch  $561$ ,  $663$  a  $1610\text{ cm}^{-1}$ , a empirické konštanty  $A$  a  $B$  sa vopred stanovujú kalibráciou spektrálnych meraní a analytického spôsobu stanovenia síry.

Výhodou stanovenia síry podľa tohoto vynálezu je značné urýchlenie doteraz používaného spôsobu, nakoľko doba jednej analýzy neprekračuje 1 hodinu. To dovoľuje kontrolovať kvalitu vstupných surovín sulfonovaných polyfenylenoxidov tesne pred prípravou zvlákňovacích roztokov. Ďalšou výhodou je možnosť zaregistrovania aj iných chemických väzieb síry

na polyfenylenoxide okrem sulfoskupín, čo sa prejaví vznikom nových absorpčných pásov v spektrách.

#### Príklad 1

Pre spektrálne stanovenie obsahu síry sa použila vzorka sulfonovaného polyfenylenoxidu, v ktorej bolo mineralizačným analytickým spôsobom stanovené 0,67 % hmot. síry. Z tejto vzorky sa pripravila obvyklým postupom tabletky o koncentrácii 4 % hmot. práškového polyméru v KBr. Z pripravenej KBr tabletky sa zaznamenalo infračervené spektrum, v ktorom sa vyhodnotili integrované absorbancie analytických absorpčných pásov síry pri vlnkách 561, 663  $\text{cm}^{-1}$  a absorpčného pásu vnútorného štandardu pri 1610  $\text{cm}^{-1}$ . Vypočítané hodnoty integrovaných absorbancií sa dosadili do vzťahu

$$\text{hmot \% S} = \left[ \frac{A_{i\ 561} + A_{i\ 663}}{A_{i\ 1610}} - A \right] \cdot B^{-1}$$

kde empirické konštanty A a B pre infračervený spektrometer IFS 88 majú hodnoty  $A = -3,625 \cdot 10^{-2}$ ,  $B = 0,14383$ . Spektrálne stanovený obsah síry v tejto vzorke bol 0,61 % hmot.

#### Príklad 2

Pre stanovenie obsahu síry pomocou infračervených spektier sa použila vzorka sulfonovaného polyfenylenoxidu, u ktorej analytickým postupom mineralizácie bolo stanovené 3,14 % hmot. síry. Z práškového polyméru sa obvyklým postupom pripravila KBr tabletky s koncentraciou 4 % hmot. vzorky v KBr. V zaznamenanom infračervenom spektre sa vyhodnotili integrované absorbancie analytických absorpčných pásov síry pri 561 a 663  $\text{cm}^{-1}$  ako aj absorpčného pásu vnútorného štandardu pri 1610  $\text{cm}^{-1}$ . Vypočítané hodnoty integrovaných absorbancií sa dosadili do vzťahu ako v príklade 1. Takto bol stanovený obsah síry v tejto vzorke 2,21 % hmot. Ďalej boli v spektre spozorované nové absorpčné pásy v oblasti od 1200 do 400  $\text{cm}^{-1}$ , že okrem síry chemicky viazanej cez sulfoskupiny sa vo vzorke nachádza aj ináč viazaná síra. To môže negatívne ovplyvniť postup prípravy vyhovujúceho zvlákňovacieho roztoku, a preto takéto vzorky sa musia vytriediť.

### P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob stanovenia síry viazanej vo forme sulfoskupín v sulfonovanom polyfenylenoxide vyznačený tým, že z KBr tabletiiek obsahujúcich od 3 do 5 percent hmotnostných vzorky sa zaznamená transmisné infračervené spektrum v rozsahu od 4000 do 400  $\text{cm}^{-1}$ , pričom sa hodnotí integrovaná absorbančia analytických absorpčných pásov s maximami pri 561  $\text{cm}^{-1}$  a 663  $\text{cm}^{-1}$  a absorpčného pásu vnútorného štandardu pri 1610  $\text{cm}^{-1}$  za použitia vzťahu

$$\text{hmot \% S} = \left[ \frac{A_{i\ 561} + A_{i\ 663}}{A_{i\ 1610}} - A \right] \cdot B^{-1}$$

kde  $A_{i\ 561}$ ,  $A_{i\ 663}$  a  $A_{i\ 1610}$  sú integrované absorbancie pri vlnkách 561, 663 a 1610  $\text{cm}^{-1}$  a empirické konštanty A a B sa stanovia vopred kalibráciou spektrálnych meraní a analytického spôsobu stanovenia síry.