

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

61 265

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.XII.1967 (P 124 098)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 20.I.1971

Kl.42 I, 3/01

MKP G 01 n, 31/22

UKD

Twórca wynalazku: Janina Majewska

Właściciel patentu: Instytut Włókien Sztucznych i Syntetycznych, Łódź
(Polska)

Sposób ilościowego oznaczania stopnia utlenienia poliamidów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób ilościowego oznaczania stopnia utlenienia poliamidów przez oznaczanie zawartości grup aldehydowych powstałych w poliamidach na skutek ich utlenienia.

Stworzenie warunków zapobiegających utlenianiu poliamidów jest jednym z najistotniejszych problemów w procesie wytwarzania zarówno polimerów jak i włókien poliamidowych. W tym celu podczas przędzenia włókien stosuje się gaz ochronny, najczęściej azot dla zabezpieczenia stopionego lub ogrzanego polimeru przed szkodliwym działaniem tlenu z powietrza. Mimo, że stosowany do tych celów azot zawiera najwyżej 0,0005% tlenu, to jednak przy dużym jego przepływie przez głowicę przędzącą nawet śladowe ilości tlenu prowadzą do wyraźnego utlenienia polimeru.

Poza tym polimer może ulec utlenieniu przed przędzeniem, co przejawia się w zmianie barwy krajanki polimeru z białej na żółtą. Znane metody oznaczania stopnia utlenienia poliamidów ograniczają się do oznaczania jakościowego polegającego na porównaniu np. barwy krajanki polimeru z odpowiednio dobranymi wzorcami. Ze względu na to, że na zmianę barwy krajanki mogą wpłynąć również inne czynniki jak np. zawartość żelaza, metody te są nieprawidłowe i niedokładne.

Pod wpływem równoczesnego działania powietrza i temperatury zachodzą w poliamidach reakcje prowadzące do wytworzenia grup aldehydowych.

Stwierdzono, że częściowo utlenione poliamidy, a

2

więc poliamidy posiadające grupy aldehydowe, po zadaniu gwajakolem w obecności stężonego kwasu siarkowego dają charakterystyczne purpurowe zabarwienie, tym intensywniejsze im większy jest stopień utlenienia poliamidu. Stwierdzono również, że takie samo zabarwienie dają z gwajakolem aldoheksozy (cukry) oraz inne aldehydy.

Sposób ilościowego oznaczania stopnia utlenienia poliamidów według wynalazku, polega na oznaczaniu zawartości grup aldehydowych powstałych na skutek ich utlenienia. W tym celu odważoną próbkę poliamidu, w postaci krajanki lub włókna, zadaje się odmierzoną ilością gwajakolu, a następnie po dokładnym jej zwilżeniu dodaje się określoną ilość stężonego kwasu siarkowego. Po wymieszaniu zawartości aż do całkowitego rozpuszczenia poliamidu, oznacza się fotoelektrycznie wielkość współczynnika ekstynkcji roztworu barwnego i odczytuje z krzywej wzorcowej zawartość grup aldehydowych w badanym polimerze. Zawartość grup aldehydowych określa się w milirównoważnikach na 1 kilogram polimeru.

Krzywą wzorcową sporządza się w ten sposób, że na wadze analitycznej odważa się 10 próbek d-glikozy lub innego aldehydu w ilości od 0,0002 do 0,004 g i każdą z próbek zadaje się odmierzoną ilością gwajakolu i stężonego kwasu siarkowego. Po wystąpieniu reakcji barwnej oznacza się fotoelektrycznie wielkość współczynnika ekstynkcji dla każdej z próbek, określając tym samym ilościową

zawartość grup aldehydowych w próbkach i uzyskując w ten sposób krzywą wzorcową.

W warunkach przemysłowych można stosować zamiast krzywej wzorcowej barwny krążek ze szkiełkami różowymi o różnej intensywności zabarwienia. W tym przypadku każdej intensywności zabarwienia szkiełka odpowiada określona ilość grup aldehydowych oznaczonych doświadczalnie przy pomocy barwnych roztworów d-glikozy lub innego aldehydu.

Sposobem według wynalazku można oznaczać również stopień utlenienia innych polimerów lub włókien syntetycznych dających podobne reakcje barwne z gwajakolem.

Przykład I. Na wadze analitycznej, w suchej zlewce pojemności około 50 ml odważono próbkę krajanki poliamidowej w ilości 0,1329 g, a następnie próbkę zwilżono 1 ml gwajakolu. Po dokładnym wymieszaniu zawartości wlewo 8 ml stężonego kwasu siarkowego i mieszano aż do całkowitego rozpuszczenia polikaproamidu. Przy pomocy spektrofotometru zmierzono wielkość współczynnika ekstynkcji, która wynosiła 0,132. Z krzywej wzorcowej odczytano odpowiadającą temu współczynnikowi ilość grup aldehydowych, która w tym przypadku wynosiła 162 mikrogramy. Stopień utlenienia polikaproamidu (x) obliczono ze wzoru:

$$x = \frac{162}{29 \times 0,1329} = 42,0 \text{ milirównoważników/kilogram}$$

gdzie:

162 — ilość mikrogramów HCO

29 — ciężar cząsteczkowy HCO

0,1329 — odważka polikaproamidu

5 Przykład II. Odważono 0,1052 g włókna poliamidowego i postępując jak w przykładzie I zmierzono wielkość współczynnika ekstynkcji roztworu barwnego, który wynosił 0,250. Wartość odczytana z krzywej wzorcowej odpowiadająca ilości grup aldehydowych wynosiła 300 mikrogramów. Stopień utlenienia włókna poliamidowego obliczono ze wzoru:

$$15 \quad X = \frac{300}{29 \times 0,1052} = 98,3 \text{ milirównoważników/kilogram}$$

Zastrzeżenie patentowe

20 Sposób ilościowego oznaczania stopnia utlenienia poliamidów przez oznaczanie zawartości grup aldehydowych powstałych w poliamidach na skutek ich utlenienia, **znamienny tym**, że próbkę poliamidu za-
25 daje się określoną ilością gwajakolu i stężonym kwasem siarkowym, a następnie wywołane w ten sposób zabarwienie porównuje się z identycznym zabarwieniem d-glikozy lub innego aldehydu, pow-
30 stałym w obecności gwajakolu i kwasu siarkowego.