

STANOVENIE VODY V POLYAMIDOCH

Krátke zdelenie

OTAKAR MLEJNEK

Výskumný ústav káblov a izolantov v Bratislave

V literatúre je uvedených málo metód, zaoberajúcich sa stanovením vody v polyamidoch. Bežne používaný spôsob stanovenia sušením pri vyšších teplotách, príp. nižších tlakoch, pokladali viacerí autori za nevyhovujúci [1, 2]. Molekuly vody sú v polyamide mechanicky viazané, takže ich kvantitatívne odstránenie si vyžaduje dlhší čas a vyššiu teplotu. Podobným spôsobom sú však medzi molekulami polyamidu inkludované monoméry, ktoré unikajú pri vyšších teplotách, takže sa tiež prejavia ako úbytok na váhe pôvodnej vzorky.

Tieto nevýhody odstraňuje Haslamova metóda [3], pri ktorej sa prchavé zložky vyhánajú zo vzorky pri teplote 260 °C pri 4 mm Hg. Splodiny kondenzácie (kondenzované pri —80 °C) sa potom titrujú Fischerovým činidlom, čím sa stanoví obsah vody. Podľa výsledkov autora je táto metóda spoľahlivá, vyžaduje však náročnejšie zariadenie.

Pokúsili sme sa preto použiť pre tento účel bežne používanú metódu titračného stanovenia vody v organických látkach [4] Fischerovým činidlom. Urobili sme stanovenie tak metódou extrakčnou, ako aj metódou rozpúšťacou.

Experimentálna časť

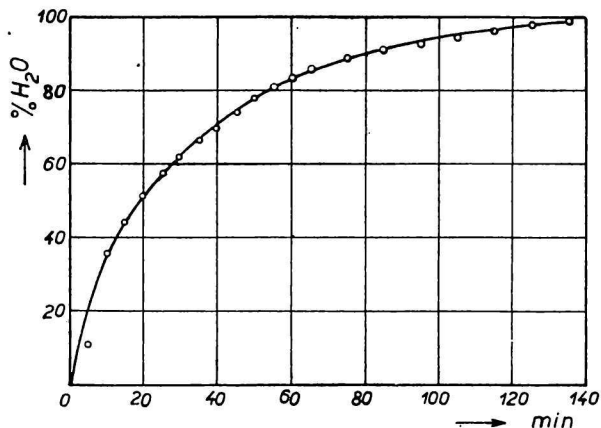
a) *Extrakčná metóda*

10 ml bezvodého metylalkoholu sa najprv titrovalo Fischerovým činidlom až do dosiahnutia konečného bodu; do takto pripraveného roztoku sa navážilo 0,2 g polyamidovej drviny veľkosti zrna 1—2 mm. Zmes sa miešala pomocou elektromagnetickej miešačky a v 5-minútových intervaloch sa stanovil obsah vyextrahovanej vody. Ak obsah vody zistený rozpúšťacou metódou označíme ako 100%, zistilo sa za 130 min. extrakcie 97,6% všetkej prítomnej vody. Výsledky sú znázornené v grafe.

b) *Rozpúšťacia metóda*

Do titračnej banky sa odpipetovalo 10 ml bezvodého trikrezolu (technický trikrezol predestilovaný cez frakčnú kolónu, ktorého obsah vody bol 0,05%), ktorý sa Fischerovým činidlom titroval až do ekvivalentného bodu. Nato sa do takto pripraveného rozpúšťadla navážilo presne okolo 0,2 g vzorky polyamidu veľkosti zrna asi 1—2 mm a podrobilo

rozpúšťaniu za stáleho miešania pomocou elektromagnetickej miešačky. Rozpúšťanie trvalo asi 1 hod. Takto získaný roztok sa potom na zistenie obsahu vody opäť titroval Fischerovým činidlom.



Výsledky

Tab. 1 udáva výsledky stanovenia obsahu vlhkosti v polyamide stanovenom rôznymi metódami.

Tabuľka 1

spôsob stanov.	stanovenie extrakciou	stanovenie rozpúšťaním	sušenie pri 110 °C		sušenie nad P ₂ O ₅ vo vákuu	
	130 min.	75 min.	9 hod.	21 hod.	9 hod.	21 hod.
% H ₂ O	2,61	2,62	3,00	3,60	0,23	0,58
% H ₂ O	2,76	2,81	3,27	4,20	—	—

Tab. 2 udáva preskúšanie rozpúšťacej metódy na rôzne vzorky za súčasného použitia bežnej metódy sušenia.

Tabuľka 2

vzorka č.	% H ₂ O sušením	% H ₂ O titračne v roztoku
1	2,85	1,56
2	3,07	2,00
3	3,27	2,41
4	3,44	2,81

Súhrn

Skúšky urobené stanovením obsahu vlhkosti tak metódou rozpúšťacou, ako aj sušením dokázali, že proces sušenia za vyšších teplôt je kontinuálny a že ho

teda nemožno v prijateľnom čase previesť do konštantnej váhy. Taktiež sa dokázalo, že týmto spôsobom nie je možné stanoviť obsah vody, ale len prechových podielov.

Navrhovaná rozpúšťacia metóda nebola preskúšaná na štandardných vzorkách, keďže tieto neboli k dispozícii, má však predpoklady, aby ňou získané výsledky boli hodnoverné. Extrakčná metóda neprináša oproti rozpúšťacej nijaké výhody, naopak, proces vyžaduje dlhší čas a okrem toho nie je úplne kvantitatívny.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ В ПОЛИАМИДАХ

ОТО МЛЕЙНЕК

*Исследовательский институт кабелей и изоляционных материалов
в Братиславе*

Выводы

Исследования, которые имели целью определить содержание влажности методом растворения а также сушением, доказали, что процесс сушения при высших температурах является непрерывным, а поэтому нельзя его привести в кратчайший срок к постоянному весу. Также было доказано, что этим способом нельзя определить содержание воды а только лишь содержание летучих частей.

Предложенный метод растворения не был испытан на стандартных пробах, поэтому, что пробы не были к диспозиции, но все же можно полагать, что полученные результаты были достоверными. Экстракционный способ не имеет выгод по сравнению с методом растворения, наоборот процесс требует много времени и кроме того не является вполне количественным.

WASSERBESTIMMUNG IN POLYAMIDEN

ОТО МЛЕЈНЕК

Forschungsinstitut für Kabel und Isolierstoffe in Bratislava

Zusammenfassung

Versuche, die zum Zweck der Bestimmung der Feuchtigkeit in Polyamiden durchgeführt wurden, sowohl nach der Lösungsmittelmethode, als auch durch Trocknen, haben bewiesen, dass der Trocknungsprozess bei höheren Temperaturen ein kontinuierlicher ist und es deshalb nicht möglich ist, ihn in einer annehmbaren Zeit bis zur Gewichtskonstanz durchzuführen. Ebenso wurde bewiesen, dass es auf diese Weise nicht möglich ist, den Wassergehalt zu bestimmen, sondern nur die flüchtigen Anteile.

Die vorgeschlagene Lösungsmethode wurde nicht an Standardmustern überprüft, da diese nicht zur Verfügung standen, aber sie besitzt alle Voraussetzungen, dass die mit ihr gewonnenen Ergebnisse glaubwürdig sind. Die Extraktionsmethode bringt gegenüber der Lösungsmethode keinerlei Vorteile, ausserdem verlangt sie eine längere Durchführungsdauer und ist nicht völlig quantitativ.

In die Redaktion eingegangen den 2. VII. 1954

1. Willits C. O., *Anal. Chem.* 23, 8, 1059—1062 (1951).
2. Košnár B., *Myjavské hnutie*, 1953.
3. Haslam J., Clasper M., *Analyst.* 77, 917, 413—5 (1952).
4. Mlejnek O., *Techn. práca*, marec 1953, 45—47.

Došlo do redakcie dňa 2. VII. 1954

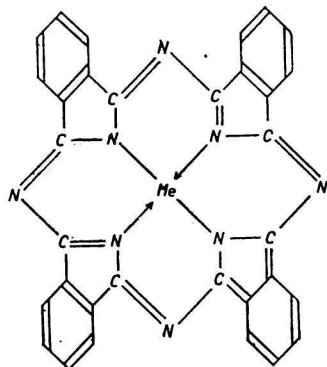
FTALOCYANÍNY, NOVÉ ČINIDLO V KVALITATÍVNEJ ANALÝZE*

PAVEL ČERNÝ

Ústav analytickej chémie Prírodovedeckej fakulty Slovenskej univerzity v Bratislave

Boli študované analytické vlastnosti solí ftalocyanínu s kovmi, ktorých výnimočné vlastnosti svedčia o charakteristickej skupine vnútorne komplexných zlúčenín s veľmi pevnou chelátovou väzbou na atóm kovu. Boli pripravené soli Cu-, Ni-, Co-, Zn-, Cd-ftalocyanínu. Vyznačujú sa najmä vysokou stálosťou voči teplu (Cu-ftalocyanín je stály do 580 °C), kyselinám i alkáliám, nerozpustnosťou vo vode a bežných organických rozpúšťadlách, intenzívnym modrým sfarbením, pri chloroderivátoch zeleným sfarbením. Pomerne dobre sa soli ftalocyanínu rozpúšťajú v koncentrovanej kyseline sírovej na intenzívne zelené roztoky, z ktorých sa zriedením vodou späťne vylučujú.

Charakteristické vlastnosti solí ftalocyanínu s kovmi možno vysvetliť prítomnosťou štyroch 6-členných valenčných kruhov, vznikajúcich väzbou pyrolového a benzénového jadra na kruh izoindolový a ich vzájomnou väzbou



(I)

mimocyklicky viazanými N-atómami (I). Pravdepodobná konštitúcia (I) je v súhlase s prácami R. Linstead a [1, 2] a spolupracovníkov a s prácami J. Robertsona [3].

Pri štúdiu vlastností solí ftalocyanínu s kovmi sa zistilo, že ich roztoky v koncentrovanej kyseline sírovej sú ľahko rozkladané oxidačnými činidlami. Táto vlastnosť sa použila na vypracovanie nového dôkazu oxidačných látok.

Ako činidlo sa používala soľ Cu-ftalocyanínu, ktorá je zo solí ftalocyanínu naj-

* Prednesené na sjazde chemikov v Banskej Štiavnici v júli 1954.