

АЙЛИ КОГЕРМАН, А. КОНГАС, О. КИРРЕТ

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТОКСИЛЬНЫХ ГРУПП

AILI KOGERMAN, A. KONGAS, O. KIRRET. METOKSUÜLLÖPPGRUPPIDE MÄÄRAMISE
METOODIKAAILI KOGERMAN, A. KONGAS, O. KIRRET. EINE METHODE FÜR DIE BESTIMMUNG DER
METHOXYL-ENDGRUPPEN

Использование диметилowych эфиров (ДМЭ) дикарбоновых кислот в качестве сырья для синтеза полиамидов [1] представляет определенный интерес. Однако образующиеся полиамиды содержат метоксильные концевые группы, для определения которых пока нет общепринятой методики. С целью количественного определения концевых метоксильных групп в данной работе предложен газохроматографический метод определения содержания метанола в гидролизатах полиамидов.

Полиамиды разного молекулярного веса были синтезированы по описанной в литературе методике [2] из ДМЭ адипиновой кислоты и гексаметилендиамина.

Гидролиз полиамидов проводили по следующей методике.

В колбу Эрленмейера помещали 1—4 г полиамида, добавляли 25 мл 0,5 н. водного раствора КОН. Колбы, снабженные обратными холодиль-

Определение метоксильных групп в полиамидах

Количество выделившегося метанола, мг/г	Содержание метоксильных групп мг · экв / г	М по метоксильным группам	Примечание
93,40	2,92	342	олигомер
93,12	2,91	344	—
95,78	3,00	333	—
92,14	2,88	347	—
45	1,40	715	олигомер
47	1,47	680	—
50	1,56	642	—
23	0,72	1390	олигомер
24	0,75	1330	—
3,56	0,111	9000	—
3,47	0,108	9260	M _{виз.} = 9300
4,07	0,127	8620	—
3,05	0,0954	10500	—
3,02	0,0943	10600	M _{виз.} = 11600

никами, нагревали на водяной бане при различных температурах в течение разного времени. Количество метанола в полученном гидролизате определяли на газовом хроматографе «Хром-31» с пламенно-ионизацион-

ным детектором (колонка диаметром 5,5 мм и длиной 2,5 м, наполнитель карбовакс 20 М в количестве 15% от веса хромосорба W 60/80 меш, температура термостата 90 °С).

В качестве внутреннего стандарта использовался ацетон, для проверки метода этим же способом было определено содержание метоксильных групп в чистом ДМЭ адипиновой кислоты.

Наилучшие результаты были получены проведением гидролиза ДМЭ адипиновой кислоты при температуре 60° в течение 8 ч. Опыты показали, что предложенный метод определения метоксильных групп в ДМЭ адипиновой кислоты является точным. Ошибка определения 1—6%. При тех же условиях гидролиза (8 ч при 60°) были получены хорошо совпадающие результаты определения метоксильных групп в разных полиамидах. (см. таблицу).

Вывод

Разработан удобный метод для определения концевых метоксильных групп в полиамидах, заключающийся в количественном газохроматографическом анализе метанола, выделившегося при гидролизе полимера.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. ФРГ 899553 (1953), РЖхим. 41882П (1955); Яп. пат. 1842 (1960), РЖхим. 14П 442 (1962).
2. Авт. свид. 138367, Бюлл. изобрет., № 10 (1961).

Институт химии
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию
7/II 1973