

FORSCHUNGSBERICHTE DES LANDES NORDRHEIN-WESTFALEN

Nr. 2840/Fachgruppe Textilforschung

Herausgegeben vom Minister für Wissenschaft und Forschung

Dr. rer. nat. Volker Rossbach

Deutsches Wollforschungsinstitut
an der Rhein.-Westf. Techn. Hochschule Aachen
Leiter: Prof. Dr.-Ing. Helmut Zahn

Polymergebundene Aldehyd-
und Ketocarbonylgruppen in Nylon 6 und 6,6 -
ihre Bestimmung, Struktur und Bedeutung
für den Thermoabbau



Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH 1979

CIP-Kurztitelaufnahme der Deutschen Bibliothek

Roszbach, Volker:

Polymergebundene Aldehyd- und Ketocarbonylgruppen in Nylon 6 [sechs] und 6,6 [sechs sechs], ihre Bestimmung, Struktur und Bedeutung für den Thermoabbau / Volker Roszbach. - Opladen : Westdeutscher Verlag, 1979.

(Forschungsberichte des Landes Nordrhein-Westfalen ; Nr. 2840 : Fachgruppe Textilforschung)

ISBN 978-3-663-19979-3 ISBN 978-3-663-20328-5 (eBook)

DOI 10.1007/978-3-663-20328-5

© 1979 by Springer Fachmedien Wiesbaden

Ursprünglich erschienen bei Westdeutscher Verlag GmbH, Opladen 1979.

Inhaltsverzeichnis

	<u>Seite</u>
Zusammenfassung	1
Einleitung	4
1. Der Polymerabbau als Objekt chemischer Forschung	4
2. Chemische Umsetzungen an Polymeren für analytische Zwecke	6
3. Gesichtspunkte für die Wahl des Studienobjektes	8
4. Das Studienobjekt	10
4.1 Bedeutung von Aldehyd- und Ketocarbonylgruppen für den Hitze- und Lichtabbau von Polymeren	10
4.2 Aldehyd- und Ketocarbonylgruppen in Polyamid 6 und 6,6	11
4.2.1 Bildung, Struktur und Sekundärreaktionen von Carbonylgruppen in thermolysiertem Polyamid	11
4.2.2 Bildung, Struktur und Sekundärreaktionen von Carbonylgruppen in photo- und thermo-oxidiertem Polyamid	15
4.2.2.1 Bildungsmechanismus und Struktur der Carbonylgruppen	15
4.2.2.2 Sekundärreaktionen der Carbonylgruppen	20
4.2.2.3 Bestimmung von Carbonylgruppen in Polyamid	21
Problemstellung	21
Theoretischer Teil	22
1. Bestimmung von Carbonylgruppen	22
1.1 2,4-Dinitrophenylhydrazin-Methode	22
1.1.1 Bisherige Arbeiten und Problemstellung	22
1.1.2 Umsetzung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin	23
1.1.3 Isolierung des 2,4-Dinitrophenylhydrazonderivates von Polyamid	24
1.1.4 Quantitative Bestimmung der 2,4-Dinitrophenylhydrazongruppierungen in Polyamid 6 und 6,6	26
1.1.5 Durchführung der Carbonylgruppenbestimmung mittels 2,4-Dinitrophenylhydrazin	28

1.1.6	Reproduzierbarkeit der 2,4-Dinitrophenylhydrazin-Methode	28
1.1.7	Vergleich der 2,4-Dinitrophenylhydrazin-Methode mit Literaturverfahren	29
1.2	Guajakol-Schwefelsäure-Methode	30
1.2.1	Bisherige Arbeiten und Problemstellung	30
1.2.2	Spezifität der Farbreaktion	30
1.2.3	Eichung der Farbreaktion	32
1.2.4	Modifizierung der Literaturvorschrift	32
1.2.5	Durchführung der Carbonylgruppenbestimmung mittels Guajakol/Schwefelsäure/2,2,2-Trifluoräthanol	33
1.2.6	Reproduzierbarkeit der Guajakol/Schwefelsäure/2,2,2-Trifluoräthanol-Technik	33
2.	Struktur der Carbonylgruppen in thermooxidiertem Polyamid	34
2.1	UV- und VIS-Spektren von 2,4-Dinitrophenylhydrazon-Polyamid	36
2.1.1	Bisherige Arbeiten und Problemstellung	36
2.1.2	Spektren in nichtbasischen Lösungsmitteln	36
2.1.3	Spektren im basischen Lösungsmittel	38
2.2	VIS-Spektren thermooxidierter Polyamide in Guajakol/Schwefelsäure	42
2.2.1	Bisherige Arbeiten und Problemstellung	42
2.2.2	Spektren von Modellsubstanzen und Polymeren	43
2.3	Ergänzende Untersuchungen zur Strukturermittlung der Carbonylgruppen in thermooxidiertem Polyamid	46
3.	Rolle der Carbonylgruppen beim thermooxidativen Abbau	49
3.1	Festlegung der inneren und äußeren Parameter für die Thermooxidation von Polyamidfasern	50
3.2	Änderung von Kenngrößen während der Thermooxidation von Polyamidfasern	53
3.2.1	Carbonylgruppen	53
3.2.2	Zahl der Kettenenden	54
3.2.3	Carboxylendgruppen	56
3.2.4	Aminogruppen	58
3.2.5	Pyrrylgruppen	62
3.2.6	Vergilbung	65

3.3	Thermooxidation von Oligomeren der ϵ -Aminocapronsäure	66
4.	Bildung von Carbonylgruppen während der Herstellung, Verspinnung und Veredlung von Polyamid 6 und 6,6	69
	Zusammenfassende Diskussion	70
1.	Problemstellung	70
2.	Bestimmung der Carbonylgruppen	70
3.	Struktur der Carbonylgruppen	72
4.	Rolle der Carbonylgruppen beim thermooxidativen Abbau	75
5.	Aufklärung von thermooxidativen Schäden	89
	Ausblick	91
	Experimenteller Teil	92
1.	Materialien	92
1.1	Polyamide	92
1.2	Niedermolekulare Modell- und Eichsubstanzen	94
2.	Untersuchungsmethoden	99
2.1	Physikalisch-chemische Methoden	99
2.2	Chemische Methoden	100
	Literaturverzeichnis	105
	Abbildungen	115
	Danksagung	134