

FORSCHUNGSBERICHTE DES LANDES NORDRHEIN-WESTFALEN

Nr. 2466

Herausgegeben im Auftrage des Ministerpräsidenten Heinz Kühn  
vom Minister für Wissenschaft und Forschung Johannes Rau

Dr. rer. nat. Dietmar Nissen

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

Beitrag  
zur Analytik von Polyesterfasern



Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH 1975

© 1975 by Springer Fachmedien Wiesbaden  
Ursprünglich erschienen bei Westdeutscher Verlag GmbH, Opladen 1975  
Gesamtherstellung: Westdeutscher Verlag  
ISBN 978-3-531-02466-0 ISBN 978-3-663-19726-3 (eBook)  
DOI 10.1007/978-3-663-19726-3

<u>Inhaltsverzeichnis</u>		Seite
	<u>Zusammenfassung</u>	1
	<u>Einleitung</u>	3
	<u>Problemstellung</u>	4
	<u>Theoretischer Teil</u>	6
A.	Bestimmung der Carboxylgruppen von Polyestern	6
1.	Bisherige Arbeiten und Problemstellung	6
2.	Bestimmung der Carboxylendgruppen von Polyäthylenterephthalat durch Hydrazinolyse; Ausarbeitung einer Analyse-methode	7
2.1.	Hydrazinolyse von Polyäthylenterephthalat	7
2.1.1.	Nachweis der Einheitlichkeit der Reaktion	8
2.1.2.	Zeit- und Temperaturabhängigkeit	8
2.1.2.1.	Umsetzung mit Hydrazin-hydrat	9
2.1.2.2.	Umsetzung mit wasserfreiem Hydrazin	10
2.2.	Isolierung des Terephthalsäuremonohydrazids	10
2.2.1.	Löslichkeit der Terephthalsäurehydrazide	10
2.2.2.	Ionenaustausch des Hydrazinolyse-Extraktes im batch-Verfahren	11
2.3.	Quantitative Bestimmung von Terephthalsäuremonohydrazid	13
2.4.	Durchführung der Hydrazinolyse-Methode	14
2.5.	Reproduzierbarkeit der Hydrazinolyse-Methode	14
2.6.	Anwendung der Hydrazinolyse-Methode	15
2.6.1.	Polyäthylenterephthalat-Handelsfasern	15
2.6.2.	Vergleich von Hydrazinolyse-Methode und colorimetrischer Indikator-Methode	15
2.6.3.	Hydrofixiertes Polyäthylenterephthalat-Gewebe	17
3.	Colorimetrische Indikator-Methode zur Carboxylgruppenbestimmung	17
3.1.	Reproduzierbarkeit der colorimetrischen Indikator-Methode	18
B.	Bestimmung der Hydroxylgruppen von Polyestern	19
4.	Bisherige Arbeiten und Problemstellung	19
5.	Bestimmung der Hydroxylendgruppen von Polyäthylenterephthalat mit 4-Nitro-1-naphthylisocyanat; Ausarbeitung einer Analyse-methode	21
5.1.	Zeit- und Temperaturabhängigkeit	21
5.1.1.	Umsetzung in heterogener Phase	21

	Seite	
5.1.2.	Umsetzung in homogener Phase	22
5.2.	Abhängigkeit von der Reagenzkonzentration	23
5.3.	Nebenreaktionen	23
5.3.1.	Oligomerisierung	23
5.3.2.	Bildung von N-Arylharnstoff	23
5.3.3.	Allophanat-Bildung	24
5.3.4.	Bildung von Carbonsäureanhydriden und -amiden	24
5.4.	Isolierung des N-(4-Nitro-1-naphthyl-)urethans von Polyäthylenterephthalat	25
5.5.	Quantitative Bestimmung des N-(4-Nitro-1-naphthyl-)urethans von Polyäthylenterephthalat	26
5.6.	Durchführung der Hydroxyendgruppenbestimmung mittels 4-Nitro-1-naphthylisocyanat (NNI)	27
5.7.	Reproduzierbarkeit der NNI-Methode	28
5.8.	Anwendung der NNI-Methode	28
5.8.1.	Polyäthylenterephthalat-Handelsfasern	28
5.8.2.	Vergleich zwischen der NNI-Methode und der Succinanhydrid-Methode	28
C.	Bestimmung des Molekulargewichts ( $\bar{M}_n$ ) und des Kraft-Dehnungs-Verhaltens von Polyäthylenterephthalat-Handelsfasern	29
6.	Zahlenmittel des Molekulargewichts	29
7.	Kraft-Dehnungs-Verhalten	31
D.	Untersuchung von Polyesterfasern auf Comonomere	32
8.	Polyäthylenterephthalat-Handelsfasern	32
8.1.	<b>Elementaranalyse</b>	32
8.2.	Chromatographie des Hydrolysats	33
8.3.	IR-Spektroskopie	33
8.4.	UV-Spektroskopie	34
9.	Bestimmung von Comonomeren in chemisch modifizierten Polyester-Handelsfasern	35
9.1.	Bestimmung von aromatischen Comonomeren mit sauren Substituenten	37
9.2.	Bestimmung von aromatischen Hydroxycarbonsäuren	38
E.	Abbauversuche an Polyesterfasern	39
10.	Sattdampfbehandlung von Polyesterfasern	40
10.1.	Veränderungen des Carboxylgruppengehalts	40

	Seite	
10.2.	Bruchkraft und Bruchdehnung von satt- dampfbehandelten Polyesterfasern	41
11.	Hitzebehandlung von Polyesterfasern	42
11.1.	Veränderungen des Carboxylgruppengehalts	43
11.2.	Kraft-Dehnungs-Verhalten von hitzebe- handelten Polyesterfasern	44
12.	Versuche zum Abbau von Polyäthylentere- phthalat mit organischen Basen	44
12.1.	n-Propylamin	45
12.2.	Hydroxylamin	45
12.3.	2,4-Dinitrophenylhydrazin	45
F.	Bestimmung von Fremdsubstanzen	46
13.	Untersuchungen von Polyäthylenterephthalat- Handelsfasern auf Fremdsubstanzen	46
13.1.	Extraktionsbestimmungen	46
13.2.	Bestimmung des Aschegehalts (Mattierungs- grad)	49
13.3.	Prüfung auf optische Aufheller	49
13.4.	Bestimmung von Metallspuren	49
	<u>Zusammenfassende Diskussion</u>	52
	<u>Experimenteller Teil</u>	56
14.	Vorbehandlung der Fasern	56
15.	Untersuchungsmethoden	56
15.1.	Physikalisch-chemische Methoden	56
15.1.1.	Schmelzpunktbestimmung	56
15.1.2.	Lösungviskosität	56
15.1.3.	Spektralphotometrie	56
15.1.4.	IR-Spektroskopie	56
15.1.5.	Röntgenographie	57
15.1.6.	Röntgenfluoreszenzanalyse	57
15.1.7.	Neutronenaktivierungsanalyse	57
15.1.8.	Bestimmung des Kraft-Längen-Änderungs- Verhaltens	58
15.2.	Chemische Methoden	58
15.2.1.	Elementaranalyse	58
15.2.2.	Dünnschichtchromatographie	58
15.2.3.	Gravimetrie des extrahierbaren Anteils	59
15.2.4.	Carboxylendgruppenbestimmung durch Hydrazinolyse	59

	Seite
15.2.4.1. Durchführung der Carboxylendgruppenbestimmung	59
15.2.5. Colorimetrische Indikatormethode	60
15.2.6. Hydroxylendgruppenbestimmung mit 4-Nitro-1-naphthylisocyanat	60
15.2.7. Hydroxylgruppenbestimmung mit Succinanhydrid	61
16. Sattedampfbehandlung	61
17. Hitzebehandlung	61
18. Synthesen	61
18.1. Terephthalsäurehydrazide	61
18.2. Isophthalsäuredihydrazid-5-natriumsulfonat	63
18.3. 3-Nitro-1-naphthylisocyanat	64
18.4. Synthese von oligomeren N-[4-Nitro-1-naphthyl-]urethanen der Äthylenterephthalat-Reihe	64
Literaturverzeichnis	66

Abkürzungen:

PÄT = Polyäthylenterephthalat

HO-T-NHNH<sub>2</sub> = Terephthalsäuremonohydrazid

NNI = 4-Nitro-1-naphthylisocyanat

Anmerkung:

Die in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Untersuchungen an Polyester-Handelsfasern wurden an einer speziellen Lieferung des jeweiligen Fasertyps durchgeführt. Die erarbeiteten Ergebnisse können somit nur als Einzelwerte aus einer statistischen Gesamtheit angesehen werden.

Bei der Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen und dgl. handelt es sich häufig um gesetzlich geschützte eingetragene Warenzeichen, auch wenn sie nicht als solche mit R gekennzeichnet sind.