

Список использованных источников

1. Варшавский, В. Я. Углеродные волокна. Мытищи: ФГУП «Производственно-издательский комбинат ВИНТИ», 2005. – 500 с.

УДК 557.494.675: 543.0257

ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ КОЛИЧЕСТВЕННОГО  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОЛИВИНИЛПИРРОЛИДОНА В  
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ

Вендиктова А.Г., инж, Платова Т.Е., проф.,  
ГОУ ВПО «Московский государственный университет дизайна и технологии»,  
г. Москва, Российская Федерация

Настоящая работа посвящена разработке методики определения массовой доли поливинилпирролидона в осадительной и промывной ванне производства волокна из ароматического полиамида, используемого для получения мембран. Методика основана на фотометрическом определении оптической плотности комплекса поливинилпирролидона (ПВП) с красителем конго красным (КК) и последующего определения концентрации ПВП в ванне по градуировочному графику. Проведен набор статистических данных по определению ПВП в осадительной и промывной ваннах.

Объектами исследования являлись водные растворы осадительных ванн, содержащие:

1. ПВП - 1,00% масс., ДМАА – 75,00 %масс.;
2. ПВП – 0,50 %масс., ДМАА – 75,00 %масс.;
3. ПВП 0,10% масс. и 10 %масс. ДМАА (водный раствор промывной ванны)

В работе решали следующие задачи:

- выбор оптимальной концентрации красителя (КК) для образования устойчивого комплекса ПВП-КК
- установление границ линейности зависимости оптическая плотность комплекса ПВП-КК - концентрация ПВП
- разработка фотометрической методики определения ПВП в водных растворах осадительной и промывной ванн.

Выбор оптимальной концентрации красителя и установление границ линейности градуировочного графика

В связи с тем, что интенсивность поглощения красителя и его комплекса зависят от партии красителя, степени его чистоты и сроков хранения, перед началом работы выбирают оптимальную концентрацию рабочего раствора красителя. Выбор проводят сравнением спектров красителя различной концентрации со спектрами его комплекса с ПВП. На регистрирующем спектрофотометре марки Specord UV VIS (Карл Цейс),  $l = 1$  см снимали спектры водных растворов КК различной концентрации и спектры комплексов водных растворов ПВП-КК. Спектры приведены на рисунке 1.

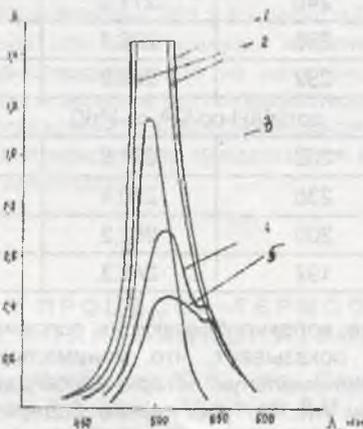


Рисунок 1 – Спектры поглощения водных растворов конго красного и комплекса ПВП-КК: 1. КК  $4,03 \cdot 10^{-3}$  %масс; 2. КК  $3,83 \cdot 10^{-3}$  %масс; 3. КК  $3,3 \cdot 10^{-3}$ ; 4. ПВП-КК  $8 \cdot 10^{-3}$ - $3,3 \cdot 10^{-3}$ ; 5. ПВП-КК  $8 \cdot 10^{-3}$ - $3,02 \cdot 10^{-3}$

Спектр красителя имеет максимум поглощения при  $\lambda = 445$  нм, спектры комплексов ПВП – КК при  $\lambda = 545$  нм. Спектры растворов КК с концентрацией красителя  $4,13 \cdot 10^{-3}$  и  $3,69 \cdot 10^{-3}$  % масс, имеют высокую интенсивность поглощения и перекрывают поглощение комплекса (спектры 1 и 2). Спектр раствора КК концентрации  $3,3 \cdot 10^{-3}$  %масс. (спектр 3) имеет высокую оптическую плотность (А) и может быть рекомендован в качестве рабочего раствора для получения комплекса. Спектры комплекса ПВП КК- (спектры 4, 5), полученного с этим раствором красителя, имеют два максимума - с  $A_1 = 0,420$  для красителя при  $\lambda = 445$  нм и  $A_2 = 0,330$  для

комплекса при  $\lambda = 545$  нм (спектр 5), а также  $A_1 = 0,700$  и  $A_2 = 0,400$  (спектр 5). В дальнейшем в качестве рабочего раствора нами использовался раствор КК концентрации  $3,3 \cdot 10^{-3} \%_{\text{масс}}$

Для разработки методики необходимо знать границы линейности зависимости оптической плотности от концентрации  $A = f(c)$  ПВП, последняя изменяется в осадительной и промывной ваннах в широких пределах – от 0,1 до 1,0  $\%_{\text{масс}}$ . Для проверки выполнения закона Бугера-Ламберта-Бера в этом диапазоне концентраций были приготовлены водные растворы КК – ПВП с различной концентрацией ПВП в рабочем растворе КК ( $3,3 \cdot 10^{-3} \%_{\text{масс}}$ ). Спектры приведены на рисунке 2.

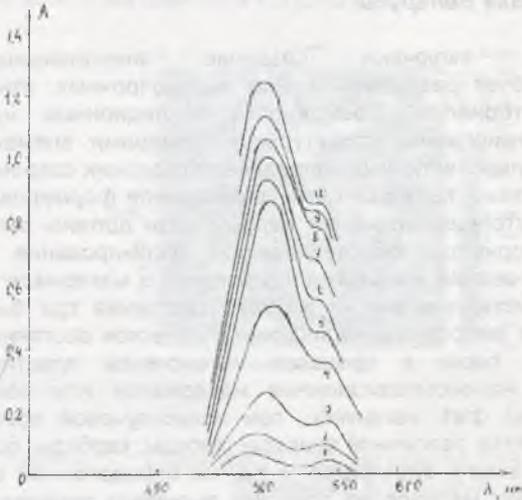


Рисунок 2 – Спектры поглощения водных растворов комплекса ПВП – КК с различной концентрацией ПВП

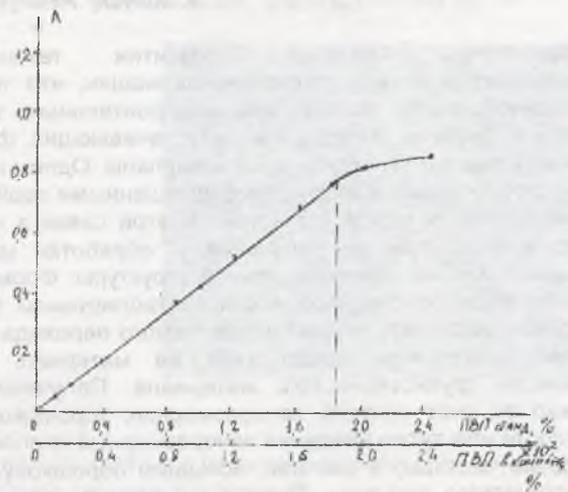


Рисунок 3 – Градуировочный график  $A_{545 \text{ нм}} = f(c_{\text{ПВП}})$  построенный по спектрам

Построена зависимость оптической плотности от концентрации ПВП (рис.3). Из рисунка видно, что градуировочный график выходит из начала координат, закон Бугера-Ламберта-Бера выполняется до концентрации ПВП  $1,8 \cdot 10^{-2} \%_{\text{масс}}$ .

Показана принципиальная возможность определения содержания ПВП в виде комплекса с КК. С помощью спектра поглощения комплекса определена длина волны максимума поглощения комплекса, равная  $\lambda = 545$  нм и красителя  $\lambda = 445$  нм, существенно отличающаяся от длины волны максимума поглощения красителя.

Для определения количества ПВП в производственных ваннах (осадительной и промывной), которого содержится от 0,1 до 1,0% подобраны условия образования устойчивого комплекса, получена прямолинейная зависимость оптической плотности от концентрации раствора ПВП. В таблице 1 приведена проверка правильности и воспроизводимости результатов определения содержания ПВП в модельных растворах при  $n = 15$ ,  $P = 0,95$ .

Таблица 1 – проверка правильности и воспроизводимости результатов определения содержания ПВП в модельных растворах при  $n = 15$ ,  $P = 0,95$

№	Объект анализа	Введено, % масс.	Найдено, $C \pm \delta$ , % масс.	Sr	Критерий Стьюдента	
					Расч.	Табл.
1	Водный раствор ПВП	1,10	1,09 + 0,09	0,0367	0,240	2,228
2	Осадит ванна	0,50	0,504 + 0,03	0,00281	0,277	2,228
3	Промывная ванна	0,100	0,096 = 0,04	0,0113	3,16	2,228

Из таблицы 1 следует, что доверительные границы случайной составляющей погрешности определения концентрации ПВП в водном растворе составляет 0,09% масс, в осадительной ванне – 0,03  $\%_{\text{масс}}$ , в промывной ванне – 0,045  $\%_{\text{масс}}$ . Относительная суммарная погрешность возрастает от 4 до 11 % с уменьшением содержания ПВП в растворе. Действительное значение массовой доли для всех растворов попадает в доверительный интервал, что указывает на правильность определения. Значение критерия для водного раствора ПВП и осадительной ванны меньше табличного, то есть расхождение между найденным и действительным значением обусловлены случайной ошибкой. Однако при определении содержания ПВП в промывной ванне присутствует случайная ошибка (рассчитанное значение критерия Стьюдента больше табличного).