



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 197 090

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 14 06 78

(21) PV 3890-78

(11)

[B1]

(51) Int. Cl.³ G 01 N 11/00

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 30 04 82

(75)

Autor vynálezu SLADKÝ PETR ing., CSc., PELANT IVAN RNDr., CSc., PARMA LUDVÍK prom.fyzik, PRAHA

(54) Způsob kontinuálního stanovení viskozity při výrobě vodných roztoků pryskyřic

1

Vynález se týká způsobu kontinuálního stanovení viskozity při výrobě vodných roztoků pryskyřic.

Při výrobě vodných roztoků močovino-formaldehydových, fenol-formaldehydových nebo malemin-formaldehydových pryskyřic se v duplikátorovém reaktoru, opatřeném míchadlem, případně zpětným trubkovým chladičem, kondenzuje močovina, enol nebo melamin s formaldehydem při teplotě 70 - 100 °C, podle druhu pryskyřice. Polykondenzační reakce se při dosažení předepsaných parametrů přeruší ochlazením reakční směsi. Během polykondenzace dochází ke změnám tlaku, lokální teploty, viskozity, stupně konverze a ostatních fyzikálně-chemických parametrů, přičemž se převážně měří a zaznamenávají pouze teplota a tlak reakční směsi a teplota temperační vody v duplikátoru. Důležitým parametrem pro stanovení okamžiku přerušení polykondenzační reakce je viskozita reakční směsi. Určení okamžiku přerušení této reakce je nejkritičtější místem celé přípravy pryskyřice. V případě překondenzování nebo nedokondenzování vzniká pryskyřice nevhodné kvality, případně může dojít i k zakondenzování obsahu reaktoru. Proto se zpravidla před přerušením polykondenzační reakce její průběh zpomaluje úmyslným snížením reakční teploty, čímž však dochází k prodlužování výrobního cyklu. Velký význam má kontinuální stanovení viskozity při přípravě vodných roztoků pryskyřic v případě zkušebních polykondenzačních reakcí při hledání nových a efektivnějších receptů a podmínek polykondenzace v rámci základního a aplikovaného výzkumu.

Dosud známé způsoby stanovení viskozity vodných roztoků pryskyřic během polykondenzační reakce jsou převážně založeny na odběru vzorků reakční směsi v různých momentech polykondenzace a na následovném změření viskozity pomocí známých fyzikálně-chemických metod, zejména pomocí Fordova výtokového pohárku. Stanovení viskozity těmito způsoby je značně pracné a zdlouhavé. Vlastní odběr vzorků z reagující směsi i stanovení viskozity těchto vzorků vyžaduje většinou lidskou obsluhu. Navíc, aby bylo možné považovat hodnotu viskozity v momentě odběru vzorku za hodnotu viskozity získanou měřením po určité době nutné k manipulaci se vzorkem s provedení měření, je třeba zastavit ve vzorku další polykondenzaci.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob kontinuálního stanovení viskozity při výrobě vodných roztoků pryskyřic podle vynálezu, jehož podstatou je, že se do polykondenzující směsi zavádí ultrazvukové vlnění o frekvenci 10^4 až 10^9 Hz, přičemž se měří změna absorpce ultrazvukového vlnění při průchodu reakční směsi v závislosti na době trvání polykondenzace.

Kontinuálně měřené hodnoty koeficientu absorpce ultrazvukových vln se zaznamenávají a korelují pomocí kalibrační závislosti absorpce ultrazvuku dané frekvence na viskozitě reakční směsi během vzorové polykondenzační reakce nebo pomocí známých teoretických vztahů. Protože absorpce podélných ultrazvukových vln, jejichž vlnová délka je menší než střední hodnota strukturního parametru reakční směsi, je spojitou a jednoznačnou funkcí viskozity, je možné korelaci mezi těmito veličinami provádět během polykondenzační reakce spojitě a jednoznačně.

Výhody způsobu podle vynálezu spočívají v tom, že dovoluje kontinuální stanovení viskozity během polykondenzace pryskyřic, umožňuje kontinuální zaznamenávání hodnot viskozity během reakce, efektivní a případně automatické stanovení konce polykondenzační reakce pro předepsanou hodnotu viskozity či jiných parametrů. Vedle toho dovoluje i sledování případných odchylek viskozity během polykondenzace pryskyřic v důsledku odlišných parametrů reakce, odlišného složení směsi resp. podmínek polykondenzační reakce jako otáček míchání, temperační teploty atp. Způsob podle vynálezu se provádí pomocí známých ultrazvukových zařízení jako jsou například ultrazvukové defektoskopy, komparátory či hydrolokátory, echoloty, jejich měrné ultrazvukové sondy jsou tlakové, tepelné a elektrojiskrově odolné.

V dalším je popsán způsob podle vynálezu na příkladu provedení ke kontinuálnímu stanovení viskozity reakční směsi během polykondenzace močoviny s formaldehydem při výrobě vodného roztoku močovino-formaldehydové pryskyřice.

Příklad

Do reaktoru se zavedly prostřednictvím ultrazvukového generátoru a přijímače doplněného o komparátor a pomocí ultrazvukové sondy z nerezavějící oceli, podélné ultrazvukové vlny ve formě kvazimonochromatických impulsů o střední frekvenci 5 MHz délce $5 \mu s$ a opakovací

frekvenci 500 Hz, přičemž se měřila změna jejich absorpce při průchodu reakční směsí v závislosti na čase polykondenzace. Naměřené hodnoty absorpce se porovnávaly s kalibrační závislostí absorpce podélných ultrazvukových vln frekvence 5 MHz na viskozitě reakční směsi během polykondenzace. Tato závislost byla získána současným měřením absorpce ultrazvuku a viskozity reakční směsi v závislosti na čase polykondenzace a je uvedena v tabulce 1.

Tabulka 1

viskozita (cpoise)	12,4	17,0	24,5	36,3	51,5	84,3	138,6
absorpce (dB/m)	26	38	63	92	154	247	381

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kontinuálního stanovení viskozity při výrobě vodných roztoků pryskyřic, vyznačující se tím, že se do reakční kondenzující směsi zavádí ultrazvukové vlnění o frekvenci 10^4 až 10^9 Hz, přičemž se měří změna absorpce ultrazvukového vlnění při průchodu reakční směsí v závislosti na době trvání polykondenzace.