

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

240470
(11) (B1)

[22] Prihlášené 13 06 84

[21] (PV 4457-84)

[40] Zverejnené 16 07 85

[45] Vydané 15 08 87

[51] Int. Cl.⁴
C 08 F 6/10
G 01 N 33/46

[75]

Autor vynálezu

LÜBKE HENRICH ing.; JOKEL JOZEF prom. fyz. CSc., BRATISLAVA

(54) Spôsob stanovenia zbytkových monomérov a riedidiel v pevných lignocelulózových materiáloch

1

2

Účelom vynálezu je stanovenie zbytkových monomérov a riedidiel v pevných lignocelulózových materiáloch. Riešenie je to, že vzorka z pevného lignocelulózového materiálu sa deštruuje napr. pomletím, postrúhaním alebo obrúsením pod hladinou rozpúšťadla, ktoré uvoľnené zbytkové monoméry a riedidlá rozpustí. V získanom roztoku sa koncentrácia určenej látky zistí metódou plynovej chromatografie, spektrofotometricky alebo titračne.

Vynález rieši spôsob stanovenia zbytkových monomérov a riedidiel v pevných lignocelulózových materiáloch.

Súčasný stav stanovenia prchavých látok, tzv. zbytkových monomérov a riedidiel, ako sú napr. styren, metylmetakrylát, acetón, etanol, atď. z drevoplastických materiálov je založený na nepriamej metóde sledovania zmeny niektorej fyzikálno-mechanickej vlastnosti, napr. tvrdosti, v závislosti na množstve zbytkového monoméru v drevoplastickom materiáli. Rastom množstva zbytkového monoméru klesá tvrdosť drevoplastického materiálu. Nevýhodou metódy stanovenia tvrdosti materiálu je, že dáva len hrubý obraz o množstve nezreagovaného monoméru v drevoplastickom materiáli. Množstvo rozpúšťadiel v drevoplastickom materiáli sa stanoví zistením hmotnostného úbytku drevoplastického materiálu počas dlhodobého odparovania do konštantnej hmotnosti.

V drevených materiáloch, ako sú drevotrieskové dosky, drevovláknité dosky, preglejky, kôrové dosky a pod., kde sa používa lepidlo na báze formaldehydu, je potrebné presne stanoviť množstvo nezreagovaného formaldehydu v drevenom materiáli. Uvoľňujúci sa formaldehyd, podobne ako zbytkové monoméry a rozpúšťadlá popísané v predchádzajúcom prípade majú nepriaznivý dopad na hygienu prostredia. Súčasný spôsob stanovenia formaldehydu používaný v drevárskych podnikoch, najmä v NSR, Rakúsku, Fínsku, Taliansku je metódou Fesyp. Popísaná metóda spočíva v extrakcii teliesok o rozmere $25 \times 25 \times 18$ mm toluénom, za teploty varu toluénu počas dvoch hodín.

Množstvo formaldehydu sa stanoví titračne z vodného roztoku. Mohl H. R., Holz als Roh- und Werkstoff, 36, 1978. Podľa čs. noriem sa stanoví formaldehyd odparovaním formaldehydu z dezintegrovaného materiálu pri teplote 60°C počas štyroch hodín nad hladinou vody. Následne sa titračne stanoví množstvo pohltenej formaldehydu vo vodnom roztoku, ktorý bol jednu hodinu chladený v chladničke. Je známy rad ďalších metód v hore uvedenej literatúre, ktoré stanovujú formaldehyd vo vzduchu z okolia vzorky chemickou reakciou formaldehydu s chemickým činidlom ako pri titračnom stanovení, tak i pri spektrálnom vyhodnotení. Nevýhodou popísaných metód je dlhá doba stanovenia, čo znemožňuje priebežnú kontrolu formaldehydu v technologickom procese a prípadnú úpravu technologických parametrov. Pre urýchlenie uvedených metód sa vo väčšine prípadov používa zvýšená teplota stanovenia. V niektorých prípadoch má zvýšenie teploty nepriaznivý účinok na presnosť stanovenia obsahu formaldehydu. Napr. pri stanovení voľného formaldehydu v drevotrieskových doskách metódou Fesyp sa extrakciou vzorky toluénom pri teplote $110,6^\circ\text{C}$

posúva rovnovážna reakcia medzi formaldehydom a polymérnym paraformaldehydom na stranu monomérneho formaldehydu, Walker J. F., Formaldehyde, Second edition, New York, 1953, čo má za následok stanovenie vyšších hodnôt formaldehydu vo vzorke.

Uvedené nevýhody súčasného stavu do značnej miery odstraňuje spôsob stanovenia zbytkových monomérov a riedidiel v pevných lignocelulózových materiáloch podľa vynálezu, ktorého podstatou je to, že vzorka pevného lignocelulózového materiálu sa deštruuje pod hladinou rozpúšťadla a uvoľnené zbytkové monoméry a riedidlá sa rozpustia pod hladinou rozpúšťadla a následne sa určí koncentrácia zbytkových monomérov a riedidiel, s výhodou plynovou chromatografiou, spektrofotometricky alebo titračne.

Výhody vynálezu spočívajú v možnosti priameho stanovenia presného obsahu zbytkových monomérov, resp. rozpúšťadiel v drevoplastickom materiáli. V súčasnosti nie je známa metóda na priame a presné stanovenie zbytkových monomérov, resp. rozpúšťadiel v drevoplastickom materiáli. Spôsobom podľa vynálezu je možné s výhodou využiť časovo nenáročné stanovenie formaldehydu v drevenom materiáli na jeho sledovanie počas technologickej prípravy. Spôsobom podľa vynálezu sa skráti príprava vzorky pre analytické stanovenie formaldehydu o 2 až 4 hodiny.

Príklad 1

Vzorka drevoplastického materiálu sa upraví na rozmer $10 \times 10 \times 200$ mm. Do strúhacieho zariadenia sa naleje presne 100 ml metylalkoholu, zariadenie sa uzavrie a cez otvor sa vzorka ponorí do metylalkoholu. Následne sa vzorka skráti pod hladinou metylalkoholu strúhaním konca vzorky šnekovým nožom. Získané piliny majú rozmer v 93 % v rozmedzí 0,2 až 0,7 mm, zvyšných 7 % má rozmer menší ako 0,2 milimetrov.

Po 15 minútach sa suspenzia premieša a prefiltruje. Vo filtráte sa stanoví množstvo zbytkových monomérov metylmetakrylátu a styrenu, metódou plynovej chromatografie na kolóne dlhej tri metre plnenej Chromosorb W AW — DMCS o zrnitosti 0,14 až 0,15 mm so zakotvenou fázou 15 % didecylftalátu.

Príklad 2

Vzorka drevoplastického materiálu sa spracuje podľa príkladu 1 tak, že vo filtráte sa stanoví acetón plynovou chromatografiou za tých istých podmienok ako v príklade 1. Acetón sa použije ako riedidlo do použitej impregnačnej sústavy.

Príklad 3

Vzorka drevotrieskovej dosky sa spracuje ako v príklade 1 tak, že namiesto metylalkoholu sa použije destilovaná voda. Vo filtráte sa stanoví množstvo formaldehydu po pridaní acetylacetónovej reagentie v pomere 1 : 1 meraním Pulfrichovým spektrofotometrom pri 420 nm (Mohl H. R.).

Príklad 4

Vzorka preglejky sa spracuje ako v príklade 1 tak, že namiesto metylalkoholu sa použije destilovaná voda. V získanom filtráte sa stanoví množstvo voľného formaldehydu pridaním indikátora thymolftalein

a zneutralizovaním vzorky z 0,05 N hydroxidu sodného do prvého modrého zafarbenia. Vzorka sa ponechá stáť 2 minúty, aby reakcia prebehla dokonale. Vytvorený hydroxid sodný sa titruje kyselinou chlórordíkovou do odfarbenia.

Spôsob stanovenia zbytkových monomérov a riedidiel podľa vynálezu sa môže uplatniť pri stanovovaní voľného formaldehydu v drevotriskových doskách a v ostatných výrobkoch drevárskeho priemyslu, kde sa ako súčasť lepidla použije formaldehyd alebo iné prchavé zdravie škodlivé látky. V oblasti použitia drevoplastických materiálov je možné stanoviť zbytkové monoméry alebo rozpúšťadlá.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob stanovenia zbytkových monomérov a riedidiel v pevných lignocelulózových materiáloch absorpciou monomérov v rozpúšťadlách, vyznačujúci sa tým, že vzorka pevného lignocelulózového materiálu sa deštruuje pod hladinou rozpúšťadla a uvoľ-

nené zbytkové monoméry a riedidlá sa rozpustia pod hladinou rozpúšťadla a následne sa určí koncentrácia zbytkových monomérov a riedidiel, s výhodou plynovou chromatografiou, spektrofotometricky alebo titračne.