



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

230 117

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 01 12 82

(21) PV 8623-82

(51) Int. Cl.³

G 01 N 31/16,

C 09 J 3/16

(40) Zverejnené 25 11 83

(45) Vydané 01 05 86

(75)
Autor vynálezu

ZEMANOVÁ EVA ing., MICHALOVCE,
BABČÁKOVÁ OĽGA,
RAŠKOVSKÁ ANNA, STRAŽSKÉ,
MILICHOVSKÝ MILOSLAV ing.CSc., PARDUBICE

(54)

Spôsob stanovenia obsahu vody v močovino-formaldehydových
kondenzátoch a/alebo predkondenzátoch

Vynález sa týka stanovenia obsahu vody v močovinoformaldehydových kondenzátoch, resp. predkondenzátoch.

Obsah vody v močovinoformaldehydových kondenzátoch, respektive predkondenzátoch, je dôležitou kvalitatívnou charakteristikou najmä lepidiel na ich báze a súčasne je potrebným údajom pre špecifikáciu mólového pomeru močoviny ku formaldehydu v príslušnom výrobku. Doteraz užívaný spôsob stanovenia vody, t. j. gravimetricky po minimálne 15 hodinách sušenia pri teplote 103 až 105 °C, neumožňuje operatívnu kontrolu kvality močovinoformaldehydového kondenzátu, resp. predkondenzátu; pri tejto tepelnej expozícii môže okrem toho dôjsť nielen k odpareniu voľného, ale i k uvoľneniu a nasledujúcemu odpareniu i určitej časti viazaného formaldehydu, čo potom skresľuje výsledky naväzujúceho stanovenia mólového pomeru.

V priemysle rozšírená metóda stanovenia obsahu vody podľa Fischera, ako je známe, je v svojej pôvodnej forme nevhodná pre systémy s voľným a/alebo labilne viazaným formaldehydom. Jej úprava v zmysle kinetickej metódy stanovenia vody je síce časovo menej náročná, ako metóda gravimetrická, avšak vyhodnotenie nameraných výsledkov je veľmi komplikované.

Podľa tohto vynálezu je Fischerova metóda stanovenia vody aplikovaná na systémy, obsahujúce močovinoformaldehydové kondenzáty, resp. predkondenzáty, až po predchádzajúcej eliminácii negatívneho vplyvu voľného a/alebo labilne viazaného formaldehydu fyzikálnou cestou, to je po hydrofobizácii

metylol-skupín a/alebo formaldehydu ich prevedením do komplexu s lignosulfonami. Táto úprava je realizovaná pôsobením na močovinoformaldehýdový kondenzát, resp. predkondenzát po dobu 5 až 60 minút, s výhodou pôsobením 10 až 35 minút, pri teplote miestnosti nasýteným roztokom lignosulfonanu v metylalkohole s obsahom 0,01 až 0,30 % hmot., s výhodou s obsahom 0,06 až 0,19 % hmot. vody v tomto roztoku s nasledujúcim odseparovaním pevných podielov z takto rezultujúcej suzpenzie, s výhodou ošeparovaním filtráciou, pri čom vo filtráte /extrakte/ je potom stanovený obsah vody.

Výhodou tohto vynálezu je relatívne rýchle stanovenie obsahu vody najmä v močovino-formaldehýdových lepidlách pomocou široko v priemyselne využívannej Fischerovej metódy. Ďalšou výhodou je dostupnosť hydrofobizujúcej /komplexotvornej/ komponenty, t. j. lignosulfonanov, ktorá je vedľajším produktom sulfitového spôsobu výroby celulózy.

Postup podľa tohto vynálezu nebol v literatúre doposiaľ popísaný a je dokumentovaný nasledujúcim príkladom, ktorý však niako neobmedzuje možnú variabilitu tohto postupu.

Príklad 1

Do vopred zvaženej zábrusovej baňky /Erlenmayrovej/, opatrenej elektromagnetickým miešadlom, je predložených 20 ml nasýteného roztoku lignosulfonanu v metanole /obsah vody v roztoku od 0,06 do 0,19 % hmot./. Po zvážení baňky s metanolickým roztokom je do intenzívne miešaného roztoku pridaných 0,3 g skúmaného močovinoformaldehýdového kondenzátu, resp. predkondenzátu. Baňka je potom uzatvorená zábrusovou zátkou a jej obsah je intenzívne miešaný až do vytvorenia jemnej suzpenzie /to je 10 až 20 minút/. Po tejto dobe je miešanie odstavené a obsah baňky ponechaný v kľude ca 15 minút. Potom je do suchej jednorázovej injekčnej striekačky, opatrenej skleneným filtrom s náplňou jemnej sklenenej vaty, nasátených 1,5 až 2 ml extraktu. Diferenčne odvážený extrakt je pridaný do vytitrovaného metanolu v aparátúre pre stanovenie vody podľa Fischera a titrovaný Fischerovým činidlom do bodu ekvivalencie. Treba zdôrazniť, že všetky váženia v rámci tohto stanovenia sú realizované s presnosťou na štyri desatinné miesta.

Obsah vody v močovinoformaldehýdovom kondenzáte, resp. predkondenzáte je počítaný pomocou vzťahov:

$$\% \text{ hmot. vody} = \frac{G_{\text{MeOH}} / K - P}{A}$$

$$K = \frac{f \cdot S \cdot 100}{\text{návažok extraktu v mg}}$$

$$P = \frac{f \cdot S \cdot 100}{\text{návažok Ls v mg}}$$

kde f je faktor Fischerovho činidla

S je spotreba Fischerovho činidla

G_{MeOH} je hmotnosť metanolickeho roztoku lignosulfonanu

K je obsah vody [% hmot.] v extrakte/

P je obsah vody [% hmot.] v metanolickeom roztoku lignosulfonanu

A je návažok močovinoformaldehýdového kondenzátu, resp. predkondenzátu

Ls je kódové označenie lignosulfonanov

V nasledujúcom je prezentovaný výsledok analýzy močovinoformaldehýdového lepidla s mólovým pomerom močoviny ku formaldehydu 1:1,32. Pre porovnanie sú uvedené i výsledky gravimetrického stanovenia vody v tomto lepidle po jeho 15 hodinovom sušení pri 103 °C jednak na sklíčku, jednak na hliníkovej fólii.

Obsah vody v % hmot.		

Podľa tohto	Sušením 15 hod. pri 103 °C	
vynálezu	na sklíčku	na hliníkovej fólii

29,65	34,28	34,46
29,44	34,39	34,67
29,94	33,97	33,82
29,75	33,89	32,85
29,82	34,68	33,98
	34,24	33,89
		34,68

Vyššie hodnoty obsahu vody sušením sú spôsobené reakčnou vodou, vznikajúcou vytvrdením lepidla v dôsledku tepelnej expozície a sú ovplyvnené aj obsahom voľného formaldehydu v lepidle.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

230 117

Spôsob stanovenia obsahu vody v močovinoformaldehydových kondenzátoch a/alebo predkondenzátoch metódou podľa Fischera, vyznačujúci sa tým, že sa na močovinoformaldehydový kondenzát a/alebo predkondenzát po dobu 5 až 60 minút, s výhodou po dobu 10 až 35 minút, pri teplote miestnosti pôsobí nasýteným roztokom lignosulfonanu v metanole s obsahom 0,01 až 0,30 % hmot., s výhodou s obsahom 0,06 až 0,19 % hmot. vody v tomto roztoku, pevné podiely z takto resultujúcej suspenzie sa odseparujú, s výhodou filtráciou, a voda vo filtráte sa vytitruje.