



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

205 883

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 04 79
(21) PV 2383-79

(51) Int. Cl. C 08 G8/10

(40) Zveřejněno 29 08 80
(45) Vydáno 01 10 83

(75)

Autor vynálezu Domčík Leopold ing., Ostrava

(54) Způsob hodnocení kondenzačního stupně fenolformaldehydové pryskyřice

1

Vynález se týká způsobu hodnocení kondenzačního stupně fenolformaldehydových pryskyřic v průběhu výroby těchto pryskyřic nebo po ukončení výrobního procesu.

Je známa řada způsobu hodnocení jednoho ze základních ukazatelů vlastností fenolformaldehydových pryskyřic, tj. kondenzačního stupně. Jsou to metody známé a často publikované. Mezi ně patří stanovení molekulových hmotností metodami ebullioskopickými, kryoskopickými, osmometrickými, dále metodami založenými na měření viskozity tavenin nebo roztoků, metodami optickými, a to převážně měřením indexu lomu apod.

Na molekulovou hmotnost fenolformaldehydových pryskyřic, která je dána polykondenzačním stupněm je možno usuzovat rovněž podle dalších fyzikálních vlastností pryskyřice, např. bodu měknutí odvozené pryskyřice. Metody stanovení bodu měknutí jsou rozpracovány do řady pracovních postupů a využívají nejrozličnějším způsobem uspořádané zkušební zařízení.

Mezi nejznámější patří stanovení bodu měknutí metodou podle Krämer-Nagel-Sarnova. Při tomto uspořádání je pryskyřice napěchována v kapiláře a zatížena malým množstvím rtuti postupně zahřívána, přičemž měkne až se kapka rtuti protlačí kapilárou a vyteče. V jiném uspořádání se pryskyřice na Koflerově mikrobloku postupně zahřívá a přitom se pomocí mikroskopu pozorují hrany kousku pryskyřice. Jako bod měknutí je udávána taková teplota, při které původně ostré hrany drobných úlomků se zaoblí. Při použití metody zvané kulička-kroužek se pryskyřice nataví do dutiny v kovovém kroužku, při stanovení se kroužek opět zahřívá.

vá a měří se teplota, při které kulička propadne pryskyřicí zalitou v kroužku. Další způsoby hodnocení kondenzačního stupně fenolformaldehydových pryskyřic využívají omezené rozpustnosti fenolformaldehydových pryskyřic v různých rozpouštědlech nebo rozpouštědlových systémech.

Tyto způsoby jsou často využívány k frakcionaci, tj. rozdělení na užší frakce lišící se molekulovou hmotností. Tyto metody jsou dále rozvinuté do metod papírové chromatografie, dvourozměrné chromatografie a gelové chromatografie. Specifické jsou metody chemické, podle kterých se molekulová hmotnost vypočte z počtu obsazených funkčních míst na fenolovém jádře. Na polykondenzační stupeň se často usuzuje podle úbytku v obsahu volných složek v reakční směsi.

Některé z uvedených způsobů umožňují exaktní vyjádření molekulové hmotnosti, zpravidla však udávají jen uzančí hodnotu určité veličiny platnou jen pro použitou metodiku hodnocení. Mezi hodnotami naměřenými odlišnými metodami existují převážně jen empirické vztahy. Avšak i takové metody hodnocení jsou pro praxi cenné, pokud dávají reprodukovatelné hodnoty a jsou dostatečně rychlé. Požadavek rychlosti zkoušky je zvláště významný v těch případech, kdy má být hodnocen kondenzační stupeň pryskyřice v průběhu její přípravy a výsledek zkoušky slouží pro rozhodnutí o dalším technologickém postupu. V takovém případě je dále potřeba, aby zkušební metodika a zkušební zařízení byly jednoduché a nenáročné na obsluhu. V podstatě žádná ze známých metod hodnocení kondenzačního stupně nesplňuje současně všechny požadované vlastnosti, tj. požadavek dostatečné rychlosti stanovení, přesnost a reprodukovatelnost stanovení a nenáročnost na zařízení.

Výše uvedené nedostatky jsou řešeny vyvinutým postupem hodnocení kondenzačního stupně podle vynálezu, jehož podstatou je schopnost pryskyřice dispergované ve vhodné kapalině při zahřívání za současného míchání se shlukovat do větších částí. Pro definování vlastnosti pryskyřice postupem podle vynálezu je charakteristická teplota, při které dojde ke shluknutí pryskyřice do velikého klu. Metoda umožňuje jednak racionalizovat zkušební postupy při hodnocení kvality vyráběných pryskyřic, především však umožňuje rychle a operativně řídit proces při výrobě fenolformaldehydových pryskyřic a tím výrazně zlepšit rovnoměrnost výroby a kvalitu pryskyřic. Rychlým hodnocením kondenzačního stupně, trvajícím jen několik minut, se dosáhne rovněž lepšího využití výrobního zařízení a zvýšení produktivity práce při výrobě pryskyřic.

Způsob podle vynálezu dovoluje hodnotit kondenzační stupeň fenolformaldehydových pryskyřic, které se nachází ve stavu tekutém nebo tuhém za předpokladu, že je možno převést do dispergovaného stavu. Roztoky pryskyřic se přivádějí do dispergovaného stavu změnou prostředí, tj. vysrážením změnou pH přidávkou kyseliny nebo přidávkou jiného srážedla. Pryskyřice, které jsou za pokojové teploty tuhé se převedou na dispersi rozetřením a rozptýlením jemných částic ve vhodné kapalině.

Byl ověřován vztah mezi teplotou, při které dojde ke shluknutí dispergované pryskyřice a kondenzačním stupněm. Ke zkouškám byly použity vzorky alkalického vodného roztoku fenolformaldehydové rezolové pryskyřice, odebírané v průběhu kondenzační reakce. Pokus

205 883

byl uspořádán tak, že do baňky o objemu 5 l bylo naváženo 140 g fenolu, 480 g 37%ního vodného roztoku formaldehydu a 3 500 ml destilované vody. Baňka byla opatřena míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem. Po zahřátí obsahu baňky na 90°C bylo do baňky přidáno 21 g NaOH ve formě 10%ního roztoku. Reakční směs byla dále zahřívána až do mírného varu. V průběhu kondenzační reakce byly do 100 ml kádinek odebírané vzorky v množství po 30 ml, které byly ihned ochlazeny na teplotu menší než 20°C. Kádinka se vzorkem byla vždy položena na desku laboratorní elektromagnetické míchačky, do kádinky bylo vloženo míchadélko. Vzorky byly za míchání okyseleny přidavkem 5 %ní kyseliny sírové na pH 5. U prvních vzorků odebíraných po několika minutách kondenzace nedošlo okyselením k žádným změnám, u později odebíraných vzorků se počala z roztoku vylučovat pryskyřice. S postupujícími vzorky se konzistence pryskyřice postupně měnila z původně tekuté na viskozní, až začala pryskyřice vypadávat ve formě hrubých vloček a u posledních vzorků ve formě bílého obtížně sedimentujícího kalu. S postupujícími vzorky se rovněž zvětšovalo množství vyloučené pryskyřice. Vzorky, u kterých pryskyřice po okyselení vypadla v dispergované formě, byly zahřívány za stálého míchání a měřená teplota, při které se původně dispergovaná pryskyřice shlukla a sbalila. Přitom se zpravidla zastavil chod magnetického míchadla. Pro jednotlivé kondenzační doby reakční směsi jsou dále uvedené teploty, při kterých se původně dispergovaná pryskyřice shlukla a sbalila.

Doba kondenzace od dosažení varu v min.	Teplota, při které dojde ke shluknutí °C
79	31
82	38
85	44
88	47
91	53
94	59
97	64
100	69
103	70
106	79
109	87

Reprodukovatelnost stanovení teploty shluknutí byla stanovena opakovaným měřením u vzorku zapodmínek jako u předchozího pokusu. Byly naměřené hodnoty 50,0; 51,0; 51,0; 51,0; 51,0; 51,0 °C. Střední hodnota měření byla vypočtena $50,83 \pm 50,8^\circ\text{C}$ a směrodatná odchylka $\pm 0,41^\circ\text{C}$.

Vztah mezi kondenzačním stupněm pryskyřice, charakterizovaným bodem skápnutí metodou Krämer-Nagel-Sarnova a teplotou, při které dojde ke shluknutí dispergované pryskyřice byl ověřován na několika rozdílných vzorcích fenolformaldehydového novolaku. Na elektromagnetické míchačce byl vzorek dispergován a obsah kádinky byl za stálého míchání zahříván až do dosažení teploty, při které se pryskyřice shlukla a sbalila. Pro jednotlivé vzorky byly naměřené následující údaje.

Označení vzorku	teplota shluknutí °C		bod skápnutí novolaku °C
	naměřené hodnoty	střední hodnoty	
1	56,0; 56,0	56,0	71
2	57,0; 57,0	57,25	76,5
3	58,0; 57,5	57,75	83
4	59,0; 59,5	59,25	96

U naměřených hodnot vyplývá dobrá reprodukovatelnost způsobu hodnocení

Příklady provedení:

Příklad 1

Do kádinky o objemu 100 ml se vleje asi 30 ml zředěného alkalického roztoku fenolformaldehydové pryskyřice a vloží se magnetické míchadélko. Kádinka se položí na topnou desku magnetické míchačky MM 1 (výrobce Laboratorní přístroje Praha). Přídavkem 5%ní kyseliny sírové za míchání se pH upraví na hodnotu 5 až 6, přičemž se pryskyřice vysráží ve formě jemných vloček. Do kapaliny se ponoří teploměr a zapne se topení. Při zvyšování teploty disperse dochází k postupnému shlukování částic pryskyřice, která se postupně stává lepivou až do okamžiku, kdy veškerá pryskyřice se shlukne do prakticky jediného klu, přičemž se zpravidla chod míchadélka sám zastaví. V tomto okamžiku se odečte teplota na teploměru ponořeném v kapalině. Odečtená teplota charakterizuje kondenzační stupeň fenolformaldehydové pryskyřice. Odečtená teplota je tím vyšší, čím vyšší je kondenzační stupeň pryskyřice.

Příklad 2

Do kádinky o objemu 100 ml se naleje cca 30 ml vody, přidá se cca 0,5 g vzorku jemně rozetřené pevné fenolformaldehydové pryskyřice a vloží se magnetické míchadélko. Kádinka se položí na topnou desku elektromagnetické míchačky, pustí se míchání, vloží teploměr a dále se postupuje podle příkladu 1.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob hodnocení kondenzačního stupně fenolformaldehydové pryskyřice, vyznačený tím, že se pryskyřice disperguje v nerozpouštědle a disperse se za míchání zahřívá až do dosažení teploty, při které se disperse shlukne, a uvedená teplota se zaznamená.