

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Кафедра хімії

**Методичні вказівки і інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Хімія амінопластів”**

Лабораторна робота №6

Одержання карбамідоформальдегідного клею

Затверджено на засіданні кафедри хімії

(протокол № 1 від “25” серпня 2020 р.)

Завідувач кафедрою _____ Миронюк І.Ф.

Підготували _____ Курта С.А., Федорченко С.В.

Івано-Франківськ
2020

Основна мета даних методичних вказівок – сприяти практичному засвоєнню студентами теоретичного курсу, набуття ними навиків у проведенні синтезу, фізико-механічних випробувань та експериментальних досліджень аміноформальдегідних олігомерів (смола).

Теоретична частина роботи містить відповідний теоретичний матеріал і опрацьовується студентами, в основному, самостійно. Практична частина включає лабораторну роботу, при виконанні яких студент ознайомлюється з обладнанням, технікою виконання аналізу. Особлива увага приділяється описанню техніки хімічного експерименту, розгляду умов проведення реакцій, методикам визначення, правилам та способам розрахунків.

Порядок виконання лабораторних робіт.

1. Опрацювати перед виконанням лабораторної роботи рекомендовану літературу і скласти відповідний запис, який включає короткі теоретичні відомості, характеристику апаратури, приладів, методику виконання аналізу, хімізм процесу. Зрозуміти мету роботи і методику її виконання.
2. Ознайомитися з інструкцією з техніки безпеки при роботі в лабораторії.
3. Захистити перед виконанням лабораторної роботи практичну частину даної роботи – отримати “допуск”, який передбачає знання теорії і хімізму процесу, обладнання, і, особливо, методики виконання аналізу.
4. Приготувати у чіткій відповідності з методикою необхідні прилади, матеріали, реактиви і посуд.
5. Отримати у викладача дозвіл на включення приладу.
6. Виключити по закінченню роботи прилад, привести в порядок і здати робоче місце лаборанту.
7. Скласти після виконання лабораторної роботи звіт про виконану роботу: записати експериментальні дані, провести їх обробку, зробити висновки.
8. Захистити виконані та оформлені роботи разом з відповідними теоретичними питаннями перед викладачем.

Техніка безпеки при роботі з синтетичними смолами

До виконання ЛР допускаються студенти після ознайомлення з правилами по техніці безпеки, проходження інструктажу, який реєструється у спеціальному журналі. ЛР виконується строго відповідно до методичних вказівок у присутності викладача або лаборанта.

Забороняється без дозволу викладача брати хімікати, включати обладнання, прилади, залишати працюючі установки і прилади без нагляду. Не можна приймати їжу в лабораторії, пити воду, курити, використовувати лабораторний посуд для харчових цілей, а також пробувати на смак та нюхати реактиви.

Ємності з розчинами повинні бути закриті. Відходи кислот, лугів, вогнебезпечних, токсичних і рідин з інтенсивним запахом зливаються в посуд, призначений для цього.

Робота з леткими, токсичними речовинами (формалін, аміак), смолами повинна проводитися у витяжних шафах або приміщеннях з посиленою вентиляцією (швидкість руху повітря не менше 0,7 л/с), оскільки формальдегід і аміак подразнюють шкіру і слизову оболонку очей і носоглотки.

У лабораторії повинні бути аптечка, вогнегасник, ящик з піском, шерстяна ковдра або листовий азбест.

При пораненні склом потрібно видалити осколки, змастити рану йодом або зробити перев'язку.

При опіках на обпечене місце накладається примочка з розчину соди питної (2%), марганцевокислого калію (5%) або етилового спирту.

При попаданні формаліну на відкриті ділянки шкіри, одягу його потрібно змити водою, очі ретельно промити сильним струменем води і негайно звернутися до лікаря; при попаданні всередину організму - необхідно випити сирий білок або велику кількість молока і негайно звернутися до лікаря. При подразненні дихальних шляхів слід вийти на чисте повітря або понюхати слабкий розчин аміаку.

При опіках лугами обпечене місце промити струменем води або слабким розчином оцтової кислоти, знову водою і змастити маззю від опіків, спиртом. У разі попадання лугів в очі - промити водою, а потім насиченим розчином борної кислоти.

При опіках кислотами потрібно протерти обпечене місце тканиною, швидко промити водою і змочити спиртом. При попаданні бризок кислоти в очі слід промити водою, а потім 3 - процентним розчином питної соди.

Лабораторна робота № 6

1. **Тема:** одержання карбамідоформальдегідного клею.
2. **Мета:** отримати карбамідоформальдегідну смолу, використовуючи карбамід та водний розчин формальдегіду, та приготувати клейову суміш з смоли та каталізатора затвердження.

3. РЕАКТИВИ І ОБЛАДНАННЯ:

- | | | |
|---|---------------------|---|
| 1) карбамід | 28,0 г (0,47 моля); | водоструменевий насос, насадка |
| 2) розчин формальдегіду
($\omega=36\%$) | 154 г (1,9 моля); | Кляйзена, прямий холодильник,
алонж, колба-приймач; |
| 3) 10%-й водний розчин натрій
гідроксиду | 5 г; | 9) конічна колба (на 50 см ³); |
| 4) мурашина кислота | 5 г; | 10) лійка (на 50 см ³); |
| 5) амоній хлорид | 5 г; | 11) мірний циліндр (на 10 см ³); |
| 6) тригорла колба (на 250 см ³); | | 12) піпетка (на 10 см ³); |
| 7) зворотний холодильник; | | 13) термометр; |
| 8) прилад для дистиляції при
пониженому тиску: | | 14) технічні ваги;
15) водяна лазня;
16) рН-метр. |

4. ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

Вже декілька десятиліть синтетичні смоли широко використовуються у всіх галузях промисловості як клеї. Деревообробна промисловість використовує 75% випущених в країні синтетичних клеїв. Частина клеїв, що одержуються на основі аміносмол, в найрозвиненіших промислових країнах складає більше 60 % від загального виробництва синтетичних клеїв, і виявляє тенденцію до зростання. Найширше застосування знайшли клеї на основі аміносмол, і передусім – карбамідоформальдегідні.

Вирішальне значення при впровадженні цих клеїв в промисловість, зокрема в деревообробну, мають такі **переваги карбамідних клеїв** як дешевизна і доступність основної сировини, відмінна адгезія до всіх видів деревини, простота застосування і можливість проводити склеювання в широкому інтервалі температур (10–150 °С), висока міцність клейових з'єднань (рівна міцності деревини), їх водостійкість і стійкість до дії різних мікроорганізмів і ін.

У виробництві клеєних матеріалів (фанери, деревостружкових пластиків, деревостружкових плит, профільних клеєних матеріалів і т.д.) клеї є не тільки єдиним видом з'єднань, але і складовою частиною виробу. Від виду і властивостей клею залежать властивості цих матеріалів.

Карбамідні клеї одержують на основі карбамідоформальдегідної смоли з добавками затверджувачів і наповнювачів. Клей може бути у вигляді водного розчину або порошку.

Найважливішими етапами у виробництві карбамідного клею є **поліконденсація** карбаміду із формальдегідом і **дегідратація** одержаної смоли. Конденсація карбаміду з формальдегідом проводиться в **дві стадії** – спочатку в лужному або нейтральному середовищі, а потім в кислому при підвищеній температурі. Мольне співвідношення формальдегіду і карбаміду коливається в межах 1,5:1–2,3:1, причому найчастіше використовується співвідношення $\Phi:K=2:1$.

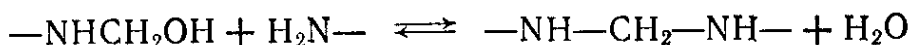
Карбамід розчиняють у формаліні, нейтралізованому гідроксидом натрію, і суміш нагрівають до кипіння, при цьому відбувається приєднання формальдегіду з утворенням метилолкарбамідів. У нейтральній і слаболужному середовищі залежно від співвідношення вихідних мономерів утворюються, в основному, моно-і диметилолкарбаміди. Разом з приєднанням відбувається також реакція конденсації.

На другому етапі завдяки добавці кислоти рН знижується і реакція конденсації пришвидшується. Надмірне зниження рН викликає різке прискорення реакції, а при дуже високому рН значно зростає тривалість реакції і утворюється смола підвищеної в'язкості.

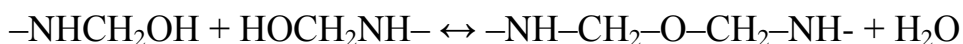
Молекули метилолкарбамідів вступають у взаємодію між собою з утворенням розчинного низькомолекулярного полімеру (олігомеру) лінійного будови з метиленовими зв'язками.

Реакції метилольних груп є основними реакціями процесів конденсації. При $pH < 7$ метилольні групи взаємодіють з атомами водню амінних груп, утворюючи **метиленові містки** $-NH-CH_2-NH-$. При $pH < 4$ виникають практично тільки метиленові зв'язки, а при рН 4–7 ще і **диметиленетерні**. Отже, можна виділити декілька **основних типів реакції конденсації**:

✓ виникнення метиленових зв'язків:



✓ виникнення диметиленетерних зв'язків



Реакцію поліконденсації амінних мономерів з формальдегідом проводять до отримання лінійних молекул смоли з подальшим їх розгалуженням і зшиванням.

Незатверджені карбамідоформальдегідні смоли незалежно від способу їх отримання мають *лінійну структуру*, наприклад:

5. ЗМІСТ РОБОТИ

5.1. Синтез карбамідоформальдегідної смоли.

154 г формаліну (1,9 моля), нейтралізованого 10%-вим водним розчином NaOH до рН 7,5, вливають до тригорлої колби, що містить зворотній холодильник, мішалку і термометр додають 28 г карбаміду і залишають на 1–1,5 години. Далі вміст колби доводять до рН 5,5–6,0 за допомогою мурашиної кислоти і колбу ставлять на киплячу водяну лазню. Конденсацію проводять 15 хв, після чого реакційну суміш охолоджують до 50°C. Розчин смоли нейтралізують 10%-вим водним розчином NaOH до рН 7,0–7,5. Далі при 60°C і пониженому тиску відганяють воду до моменту отримання в'язкості смоли, наближеної до в'язкості гліцерину. Прилад для дистиляції при пониженому тиску складається з тригорлої колби з мішалкою і термометром на водяній бані, водоструменевого насоса, насадки Кляйзена, прямого холодильника, алонжа і колби-приймача.

5.2. Приготування карбамідоформальдегідного клею.

Смолу використовують для склеювання на холоді. Для цього до неї додають каталізатор затвердження, яким є розчин 5 г амоній хлориду в 20 г води.

Клей готують, перемішуючи смолу і каталізатор затвердження у ваговому співвідношенні 95:5 відповідно.

Контрольні запитання

1. Стадії процесу синтезу карбамідоформальдегідних смол.
2. Основні типи реакцій конденсації карбаміду з формальдегідом.
3. Механізм затвердження карбамідоформальдегідних смол. Будова незатвердженої і затвердженої КФС.
4. Поняття життєздатності смол і основні затверджувачі КФС.
5. Властивості карбамідоформальдегідних клеїв.

Література:

1. Хома М.І., Федорченко С.В. Карбамідо- і мелаїноформальдегідні олігомери. – Івано-Франківськ: Видавничо-дизайнерський відділ Прикарпатського університету імені В. Стефаника, 2011. – 156 с.
2. Лабораторний практикум з хімії та технології полімерів /Братичак М., Бжозовський З., Буковський А. і ін. / Під ред. І Словіковської. – Варшава: Видавництво Варшавської політехніки, 2002. – 244 с.
3. Вирпша З., Бжезинський Я. Аминопласти.- М.: Химия, 1973.- 342 с.

4. Технология пластических масс /Коршак В.В., Кутепов Д.Ф., Цейтлинг Г.М. /
Под ред. В.В.Коршака. – М.: Химия, 1985. – 560 с.