

Масу низькомолекулярних продуктів поліконденсації та масу втрат визначають сумарно як різницю між загальною масою прибутку та всіма вище розрахованими статтями витратної частини матеріального балансу, г:

$$m_{\text{НП}}^{\text{втрати}} = (m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}^{\text{приб.}} + m_{\text{CH}_2\text{O}}^{\text{приб.}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{форм.}} + m_{\text{HCl}}^{\text{приб.}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{HCl}}) - (m_{\text{HC}} + m_{\text{CH}_2\text{O}}^{\text{вitr.}} + m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}^{\text{вitr.}} + m_{\text{HCl}}^{\text{вitr.}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{вitr.}}) = \quad (6.15)$$

Таблиця 6.5 – Матеріальний баланс процесу отримання новолакової смоли

ПРИБУТОК			ВИТРАТИ		
Статті прибутку	г	%	Статті витрат	г	%
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH			Новолакова смола		
<b>Формалін:</b>			CH <sub>2</sub> O		
CH <sub>2</sub> O			C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH		
H <sub>2</sub> O			HCl		
<b>Разом:</b>			H <sub>2</sub> O		
<b>Соляна кислота:</b>			Низькомолекулярні продукти та втрати		
HCl					
H <sub>2</sub> O					
<b>Разом:</b>					
<b>Всього:</b>			<b>Всього:</b>		

### Висновки:

## Робочий конспект ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ “ВИРОБНИЦТВО ФЕНОЛО-ФОРМАЛЬДЕГІДНОЇ СМОЛИ”

СТУДЕНТ \_\_\_\_\_

ГРУПА \_\_\_\_\_

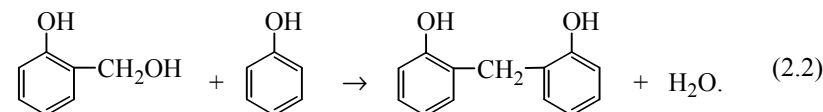
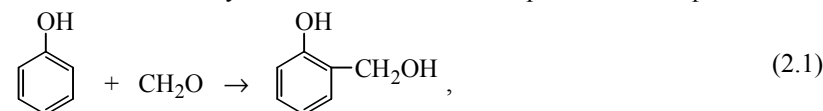
ДАТА ВИКОНАННЯ \_\_\_\_\_

### 1. Ціль роботи

Моделювання процесу синтезу новолакової феноло-формальдегідної смоли періодичним способом. Якісна та кількісна характеристики процесу і одержаного продукту.

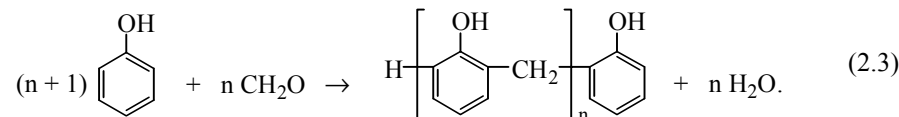
### 2. Хімічна схема утворення новолачної феноло-формальдегідної смоли

Початковими продуктами конденсації фенолу з формальдегідом у кислому середовищі є нестійкі в даних умовах оксибензилловий спирт та діоксидифенілметан:

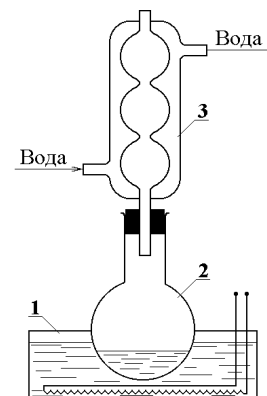


Далі аналогічно при послідовному приєднанні молекул формальдегіду і фенолу утворюються наступні продукти поліконденсації.

Сумарне рівняння процесу утворення новолакової смоли:



### 3. Опис лабораторної установки



Лабораторна установка по отриманню новолакової смоли складається з водяної бані 1, круглодонної скляної колби 2 і зворотного холодильника 3.

Круглодонна колба 2 моделює варочний котел-реактор, а зворотній холодильник 3 призначений для повертання в реакційну колбу летючих компонентів реакційної суміші в ході процесу поліконденсації.

Схема лабораторної установки для отримання новолакової смоли

При підготовці установки до роботи за 20 хвилин до початку досліду вмикають водяну баню 1 і безпосередньо перед початком досліду подають охолоджуючу воду в холодильник 3.

#### 4. Виконання роботи

Перед початком роботи за заданими викладачем вихідними даними слід розрахувати склад реакційної суміші (див. підрозд. 6.1).

При підготовці установки до досліду необхідно:

- 1) ввімкнути водяну баню 1;
- 2) засипати в реакційну колбу 2 задану викладачем кількість фенолу та залити розраховані об'єми формаліну та соляної кислоти;
- 3) ретельно перемішати вміст колби;
- 4) зібрати лабораторну установку у відповідності до схеми.

При зважуванні фенолу, що зберігається у витяжній шафі, для запобігання одержання хімічних опіків потрібно користуватися спеціальною ложкою (шпателем). Розрахункова кількість формаліну та каталізатора (соляної кислоти) відміряється мірними циліндрами (користуватися піпеткою не можна).

Щоб уникнути налипання фенолу на стінки колби 2, у першу чергу в суху колбу засипають кристалічний фенол і лише після цього додають рідкі компоненти реакційної суміші – формалін та соляну кислоту.

Поставлена на нагріву водяну баню однорідна рідка суміш поступово мутніє і розшаровується через 15–20 хвилин після початку досліду на два шари: нижній – продукти поліконденсації, і верхній – надсмольну воду.

Оскільки збільшення часу поліконденсації сприяє більш повному зв'язуванню фенолу з формальдегідом і підвищенню середньої молекулярної маси кінцевих продуктів, поліконденсацію проводять звичайно ще 1,5–2 години після розшаровування суміші. Конкретна тривалість процесу задається викладачем.

По закінченню процесу установку розбирають, надсмольну воду з колби 2 обережно декантують в мірний циліндр, визначають її об'єм і відбирають пробу для визначення остаточного вмісту формальдегіду (див. розд. 5), а смолу виливають в порцелянову чашку, що встановлюється після цього на піщану баню у витяжній шафі для видалення з неї води та низькомолекулярних продуктів поліконденсації.

Закінчення процесу сушки смоли визначається за наступними ознаками:

- 1) водний залишок, що міститься у смолі, повинен повністю випаруватися;
- 2) повинно припинитися газовиділення з маси, що нагрівається;
- 3) смола повинна стати цілком прозорою, рухомою і легко витягуватися в нитки.

Маса HCl у складі соляної кислоти розрахована раніше – див. табл. 6.1.

Масу H<sub>2</sub>O у складі соляної кислоти визначають з використанням даних табл. 6.1 за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{HCl}} = V_{\text{HCl}} \cdot \rho_{\text{HCl}} - m_{\text{HCl}} = \quad = \quad (6.11)$$

де  $\rho_{\text{HCl}}$  – густина соляної кислоти заданої нормальності, г/см<sup>3</sup>.

Значення  $\rho_{\text{HCl}}$  визначають за допомогою табл. 6.4.

Таблиця 6.4 – Густина водних розчинів HCl в залежності від їх нормальної концентрації

N <sub>HCl</sub> , г-екв/л	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0
$\rho_{\text{HCl}}$ , г/см <sup>3</sup>	1,000	1,002	1,003	1,005	1,007	1,009	1,011	1,012	1,014	1,016

#### 8.3.2. Складання витратної частини матеріального балансу

Фактична маса новолакової смоли визначена раніше – див. табл. 6.3.

Маса CH<sub>2</sub>O, що не вступив у реакцію, визначена раніше – див. табл. 5.1.

Масу C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH, що не вступив у реакцію, розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}^{\text{витр.}} = m_{\text{CH}_2\text{O}} \cdot \frac{(n+1) \cdot M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}}{n \cdot M_{\text{CH}_2\text{O}}} \cdot (1 - X_{\text{CH}_2\text{O}}) =$$

$$= \quad \cdot \quad \cdot \quad = \quad (6.12)$$

Так як соляна кислота в даному процесі виступає в ролі каталізатора, то маса хлористого водню у витратній частині МБ буде дорівнювати його масі в прибутковій частині.

Вода у витратну частину МБ потрапляє за двома статтями. По перше, це вода у складі розчинів, з яких готується вихідна реакційна суміш (формалін та соляна кислота). По друге, це вода, яка утворюється в результаті реакцій поліконденсації.

Масу реакційної H<sub>2</sub>O розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{реак.}} = m_{\text{CH}_2\text{O}} \cdot \frac{M_{\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{CH}_2\text{O}}} \cdot X_{\text{CH}_2\text{O}} = \quad \cdot \quad \cdot \quad = \quad (6.13)$$

Масу H<sub>2</sub>O у витратній частині матеріального балансу, таким чином, розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{витр.}} = m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{форм.}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{HCl}} + m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{реак.}} = \quad = \quad (6.14)$$

Відносний вихід новолакової смоли визначають за формулою, %:

$$\Phi_{\text{НС}} = \frac{m_{\text{НС}}^{\text{факт.}}}{m_{\text{НС}}^{\text{теор.}}} \cdot 100 = \dots = \dots \quad (6.8)$$

де  $m_{\text{НС}}^{\text{факт.}}$  і  $m_{\text{НС}}^{\text{теор.}}$  – фактична та теоретична маса новолакової смоли, відповідно, г.

Теоретичну масу смоли, виходячи з рівняння (2.3) визначають за формулою, г:

$$m_{\text{НС}}^{\text{теор.}} = m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}} \cdot \frac{M_{\text{НС}}}{(n+1) \cdot M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}} = \dots = \dots \quad (6.9)$$

Всі отримані дані по визначенню відносного виходу, середньої молекулярної маси новолакової смоли та ступеня перетворення вихідної сировини заносять до табл. 6.3.

Таблиця 6.3 – Визначення основних кількісних критеріїв процесу отримання новолакової смоли

Маса паперової підкладки, г	Маса підкладки зі смолою, г	$m_{\text{НС}}^{\text{факт.}}$ , г	$m_{\text{НС}}^{\text{теор.}}$ , г	$\Phi_{\text{НС}}$ , %	$X_{\text{CH}_2\text{O}}$	$M_{\text{НС}}$ , г/моль

### 6.3. Складання матеріального балансу процесу отримання новолакової смоли

При складанні матеріального балансу реакційної колби використовуються дані з табл. 5.1, 6.1, 6.3.

Критерієм правильності складання матеріального балансу є однаковість мас його прибуткової і витратної частин.

Матеріальний баланс оформляється в табличній формі (табл. 6.5).

#### 6.3.1. Складання прибуткової частини матеріального балансу

Маса  $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$  задається в складі вихідних даних – див. табл. 6.1.

Маса  $\text{CH}_2\text{O}$  розрахована раніше – див. табл. 6.1.

Масу  $\text{H}_2\text{O}$  у складі формаліну розраховують за використанням даних табл. 6.1. за формулою, г:

$$m_{\text{H}_2\text{O}}^{\text{форм.}} = m_{\text{форм.}} - m_{\text{CH}_2\text{O}} = \dots = \dots \quad (6.10)$$

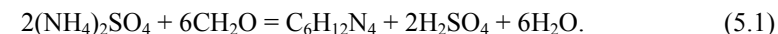
При сушці смоли не можна допускати перегріву, що веде до втрат і погіршення якості смоли. Кінець сушки смоли обов'язково фіксується в присутності викладача. Висушену смолу з чашки виливають на підкладку, в якості якої використовують заздалегідь зроблений і зважений на технічних вагах невеликий паперовий коробок, а після затвердіння смоли його знову зважують і визначають таким чином фактичну масу смоли.

Отримані дані заносять до табл. 6.3.

### 5. Визначення маси формальдегіду, що не вступив у реакцію

Для визначення маси формальдегіду, що не вступив у реакцію, з надсмольної води за допомогою піпетки відбирають пробу об'ємом 10 мл і переносять в конічну колбу ємністю 250 мл. В колбу додають 50–100 мл дистильованої води і наявну в розчині соляну кислоту нейтралізують 0,1 н. розчином лугу в присутності метилоранжу (2–3 краплини). Об'єм розчину лугу, що пішов на нейтралізацію, не фіксується і в подальших розрахунках не використовується.

В колбу додають 25 мл насиченого розчину сульфату амонію, при цьому формальдегід, який не вступив у реакцію поліконденсації, взаємодіє з сульфатом амонію по реакції



Якщо в надсмольній воді присутній вільний формальдегід (його наявність визначають по зміні забарвлення розчину) сірчану кислоту, що виділилася в результаті протікання реакції (5.1), відтитровують 0,1 н. розчином лугу.

Масу формальдегіду, що не вступив у реакцію поліконденсації, розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{CH}_2\text{O}}^{\text{непрореаг.}} = \frac{V_{\text{луг.}} \cdot V_{\text{надсм.вода}} \cdot 0,0045}{10} = \dots = \dots \quad (5.2)$$

де  $V_{\text{луг.}}$  – об'єм 0,1 н. розчину лугу, що витратився на титрування, мл;  $V_{\text{надсм. вода}}$  – загальний об'єм надсмольної води, мл; 0,0045 – маса  $\text{CH}_2\text{O}$ , що відповідає 1 мл 0,1 н. розчину лугу, г.

Всі дані за визначенням маси формальдегіду, що не вступив у реакцію, заносять до табл. 5.1.

Таблиця 5.1 – Визначення маси формальдегіду, що не вступив у реакцію

Об'єм 0,1 н. розчину лугу, що витратився на титрування, мл	Загальний об'єм надсмольної води, мл	Маса $\text{CH}_2\text{O}$ , що не вступив у реакцію, г

## 6. Обробка результатів експерименту

### 6.1. Розрахунок складу реакційної суміші

Перед початком роботи за заданими викладачем вихідними даними необхідно визначити об'єми формаліну і соляної кислоти для дослідів.

Вихідні дані і результати розрахунку складу реакційної суміші зводять до табл. 6.1.

Таблиця 6.1 – Розрахунок складу реакційної суміші

Вихідні дані		Розрахункові дані	
Маса фенолу, г		Маса формальдегіду, г	
Ступінь поліконденсації		Маса формаліну, г	
Вміст формальдегіду у формаліні, %		Об'єм формаліну, мл	
Густина формаліну, г/см <sup>3</sup>		Маса HCl, г	
Відношення маси HCl до маси C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> OH		Об'єм соляної кислоти, мл	
Нормальність соляної кислоти, г-екв/л			

Масу формальдегіду розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{CH}_2\text{O}} = m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}} \cdot \frac{n \cdot M_{\text{CH}_2\text{O}}}{(n+1) \cdot M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}} = \dots = \quad (6.1)$$

де  $m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}$  – задана маса фенолу, г;  $M_{\text{CH}_2\text{O}}$  і  $M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}$  – молярні маси формальдегіду та фенолу, відповідно, г/моль;  $n$  – заданий ступінь поліконденсації.

Масу формаліну розраховують за формулою, г:

$$m_{\text{форм.}} = m_{\text{CH}_2\text{O}} \cdot \frac{100}{C_{\text{CH}_2\text{O}}} = \dots = \quad (6.2)$$

де  $C_{\text{CH}_2\text{O}}$  – вміст формальдегіду у формаліні, %.

Об'єм формаліну визначають за формулою, мл:

$$V_{\text{форм.}} = \frac{m_{\text{форм.}}}{\rho_{\text{форм.}}} = \dots = \quad (6.3)$$

де  $\rho_{\text{форм.}}$  – густина формаліну заданої відсоткової концентрації, г/см<sup>3</sup>.

Густину формаліну знаходять за допомогою даних табл. 6.2.

Таблиця 6.2 – Густина розчинів формаліну в залежності від їх концентрації

$C_{\text{CH}_2\text{O}}$ , %	$\rho_{\text{форм.}}$ , г/см <sup>3</sup>	$C_{\text{CH}_2\text{O}}$ , %	$\rho_{\text{форм.}}$ , г/см <sup>3</sup>	$C_{\text{CH}_2\text{O}}$ , %	$\rho_{\text{форм.}}$ , г/см <sup>3</sup>	$C_{\text{CH}_2\text{O}}$ , %	$\rho_{\text{форм.}}$ , г/см <sup>3</sup>
30,0	1,083	34,0	1,098	36,5	1,109	38,5	1,117
31,0	1,087	35,0	1,102	37,0	1,111	39,0	1,119
32,0	1,091	35,5	1,104	37,5	1,113	39,5	1,122
33,0	1,095	36,0	1,107	38,0	1,115	40,0	1,124

Масу хлористого водню знаходять за формулою, г:

$$m_{\text{HCl}} = m_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}} \cdot \omega_{\text{HCl}} = \dots = \quad (6.4)$$

де  $\omega_{\text{HCl}}$  – відношення маси хлористого водню до маси фенолу.

Об'єм соляної кислоти розраховують за формулою, мл:

$$V_{\text{HCl}} = m_{\text{HCl}} \cdot \frac{1000}{E_{\text{HCl}} \cdot N_{\text{HCl}}} = \dots = \quad (6.5)$$

де  $E_{\text{HCl}}$  – еквівалентна маса хлористого водню, г/екв.;  $N_{\text{HCl}}$  – нормальність соляної кислоти, г-екв/л.

### 6.2. Визначення основних кількісних критеріїв процесу отримання новолакової смоли

Середню молекулярну масу новолакової смоли, виходячи з рівняння (2.3), визначають за формулою, г/моль:

$$M_{\text{HC}} = (n+1) \cdot M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}} + n \cdot (M_{\text{CH}_2\text{O}} - M_{\text{H}_2\text{O}}) = \dots = \quad (6.6)$$

де  $M_{\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}}$ ,  $M_{\text{CH}_2\text{O}}$ ,  $M_{\text{H}_2\text{O}}$  – молярні маси фенолу, формальдегіду та води, відповідно, г/моль;  $n$  – заданий ступінь поліконденсації.

Ступінь перетворення вихідної сировини розраховують за формулою:

$$X_{\text{CH}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{CH}_2\text{O}} - m_{\text{CH}_2\text{O}}^{\text{непрореаг.}}}{m_{\text{CH}_2\text{O}}} = \dots = \quad (6.7)$$