

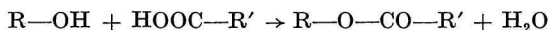
KONDUKTOMETRICKÉ STANOVENIE VOĽNÝCH KYSELÍN V POLYESTEROVÝCH ŽIVICIACH

VILIAM VALENTA

Výskumný ústav kábelov a izolantov v Bratislave

Úvod

Väčšina umelých živíc používaných na výrobu lakov patrí do skupiny polyesterov. Polyesterové živice sa vyrábajú kondenzáciou viacsýtnych alkoholov s alifatickými alebo aromatickými dikarbónovými kyselinami. Kondenzácia prebieha podľa rovnice



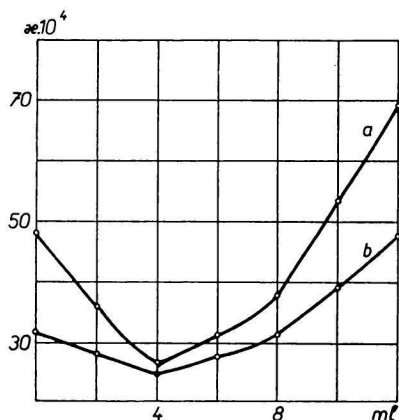
Výroba polyesterov je teda esterifikácia alkoholov kyselinami, a preto reakcia prebieha iba po určitý rovnovážny stav. Po skončení kondenzačnej reakcie vždy zostáva vo výrobku určité množstvo voľných, nezreagovaných zložiek v takom množstve, ako vyplýva z pomeru východiskových zložiek a ako je dané reakčnými podmienkami. Stanovením voľnej kyselinovej zložky v hotovom výrobku môžeme preto získať údaj, ktorý ukazuje, do akej miery kondenzácia prebehla. Sledovaním úbytku množstva kyselín počas kondenzačnej reakcie sa ukazuje možnosť riadenia výroby pomocou tohto ukazovateľa.

Vzhľadom na to, že pri výrobe polyesterových živíc sa ako surovina väčšinou používa kyselina maleínová a kyselina ftalová, preskúšala sa iba možnosť stanovenia voľnej kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej, ktoré sa do reakčnej zmesi pridali vo forme svojich anhydridov. Keďže ide o zmes kyselín, ktorých oddelovanie je veľmi obťažné, vypracovala sa metóda na spoločné stanovenie obidvoch kyselín, lebo pre daný účel nebolo potrebné tieto zložky od seba oddeliť. Celkové množstvo voľných kyselín sa vyjadri spoločne ako kyselina maleínová.

Všeobecná časť

Na stanovenie kyseliny maleínovej, ako aj kyseliny ftalovej bol vypracovaný celý rad metód. Niektoré z nich sa zaoberajú stanovením iba anhydridu kyseliny maleínovej alebo kyseliny ftalovej [1, 2, 3], iné zasa stanovením celkového obsahu kyseliny alebo anhydridu [4, 5, 6, 7, 8, 9]. Zo známych metód nepostačuje pre daný účel titračné stanovenie voľných karboxylových skupín, lebo výsledky sú vzhľadom na voľné kyseliny podstatne zvýšené o spotrebu, ktorá reaguje s voľnými karboxylmi kyslých esterov. Známa polarografická metóda sa za prevádzkových podmienok pre svoju náročnosť nedá použiť.

Ako výhodná metóda, ktorá vyhovuje požiadavkám prevádzky počas varenia, ako aj na posúdenie hotových výrobkov, ukázala sa konduktometrická titrácia voľných kyselín. Pri priamej titracii polyesterov v roztoku, ktoré obsahujú voľnú kyselinu, neutralizuje sa najskôr voľná kyselina a len potom sa neutralizujú kyslé estery. Neutralizácia kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej prebieha v dvoch stupňoch; najprv sa neutralizuje jedna karboxylová skupina a až po úplnej neutralizácii do prvého stupňa sa neutralizujú voľné kyseliny úplne. V dôsledku toho aj na titračnej krivke konduktometrickej titrácie sú viditeľné dva zlomy (obr. 1).



Obr. 1. Krivka konduktometrickej titrácie kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej vo vodnom prostredí.
krivka a: kyselina maleínová, krivka b: kyselina ftalová.

Kyselina maleínová patrí do skupiny stredne silných kyselín; jej disociačná konštanta v prvom stupni disociácie pri 25 °C je $1,42 \cdot 10^{-2}$, v druhom stupni pri 25 °C je $8,57 \cdot 10^{-7}$. Sú preto predpoklady, že sa dá konduktometricky dobre stanoviť. Ako dvojsýtna kyselina dáva na titračnej krivke dva zlomy (obr. 1, krivka a); prvý do neutralizácie prvej karboxylovej skupiny sa javí ako ostrý, druhý do úplnej neutralizácie ako podstatne tupší, čo je dôsledkom rozličných disociačných konštánt.

Kyselina o-ftalová je tak isto dvojsýtna kyselina. Je však omnoho slabšia než kyselina maleínová. Disociačná konštanta v prvom stupni disociácie pri 50 °C je $1 \cdot 10^{-3}$, v druhom stupni pri 25 °C je $4,7 \cdot 10^{-7}$. Napriek tomu, že kyselina ftalová je podstatne slabšia kyselina než kyselina maleínová, možno ju konduktometricky dobre titrovať, najmä ak dbáme na to, aby bola dostatočne zriedená, aby mohla byť v maximálnej miere disociovaná. Aj pri titracii kyseliny ftalovej dostávame na titračnej krivke dva zlomy (obr. 1, krivka b); prvý do neutralizácie prvého karboxylu je ostrý, druhý do úplnej neutralizácie omnoho tupší, sotva badateľný.

Prvý zlom na titračnej krivke pri obidvoch kyselinách je ostrý, veľmi dobre reprodukovateľný. Táto skutočnosť dáva dobré predpoklady pre kondukto-

metrické stanovenie tým spôsobom, že sa vyhodnotí iba prvý zlom na titračnej krivke a pri výpočtoch sa ako ekvivalent vzhľadom na neutralizačné činidlo berie celá molekula. Voľba takéhoto postupu sa ukázala správna aj preto, lebo pri stanovení kyselín v zmesi výsledný zlom je daný súčtom jednotlivých zložiek a vyhodnotenie druhého zlomu najmä pri kyseline ftalovej je nespoľahlivé.

Kyselina maleínová a kyselina ftalová sa do reakčnej zmesi pridávajú vo forme svojich anhydridov. Pri kondenzácii sa síce uvoľňuje voda, pričom sa anhydridy menia na kyseliny, avšak neskôr sa voda z hotového výrobku vydestiluje, čiže v hotovom výrobku zostávajúce množstvo voľných kyselín sa opäť môže dehydratovať na anhydrid. Voľné kyseliny sú preto v hotovom výrobku prítomné v zmesi ako anhydrid a ako kyselina. Pri konduktometrickom stanovení sa zvolil taký postup, aby sa anhydridy kvantitatívne hydrolyzovali na kyseliny. Toto sa dosiahlo tým, že titrácia sa uskutočnila vo vodnom prostredí a titrovalo sa vodným lúhom, keďže za týchto podmienok sa anhydridy kvantitatívne premenili na kyseliny.

Ďalšou veľmi dôležitou podmienkou stanovenia je vzorku dostatočne zriediť a použiť dostatočne zriedené titračné činidlo. Čím pracujeme v zriedenejšom prostredí, tým dostaneme ostrejší zlom na titračnej krivke, teda tým sú výsledky lepšie reprodukovateľné.

Okrem podmienok, ktoré sme spomenuli, bolo treba preskúšať, či sa poznatky získané pri pokusoch so samotnou kyselinou maleínovou a kyselinou ftalovou dajú aplikovať aj v zmesi roztoku polyesterov.

Experimentálna časť

V súvislosti s overovaním metodiky bolo potrebné v praxi zistiť najmä tieto okolnosti:

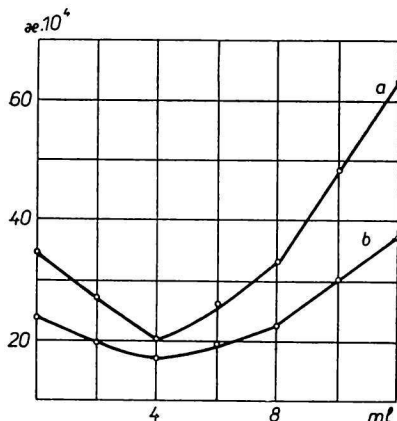
- a) možnosť a podmienky titrácie samotnej kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej,
- b) možnosť a podmienky titrácie zmesi kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej,
- c) podmienky kvantitatívnej hydrolyzy anhydridu kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v polyesterových živiciach,
- d) preskúšať optimálnu koncentráciu vzorky v roztoku, určiť titračné činidlo a jeho koncentráciu,
- e) preskúmať možnosť aplikácie poznatkov získaných v bodoch a, b, c, d na titráciu v polyesteroch,
- f) preskúšať spoľahlivosť metódy tým spôsobom, že do polyesteru o známom obsahu kyselín sa pridá ďalšie množstvo kyseliny maleínovej, ktoré sa stanoví,
- g) vypracovať návod na konduktometrické stanovenie uvedených kyselín.

Zariadenie, na ktorom sa pracovalo, bola bežná zostava prístrojov, používaných pre konduktometrickú titráciu. Ako indikačný prístroj slúžil konduktoskop, výrobok fy Laboratorní přístroje, vybavený veľmi masívnou dvojicou elektród. Samotná titrácia sa uskutočnila v 250 ml vysokej kadičke. Obsah kadičky sa miešal pomocou elektromagnetického miešadla.

Ako titračné činidlo sa použil 0,02 N vodný roztok NaOH, ktorý sa pridával z automatickej byrety.

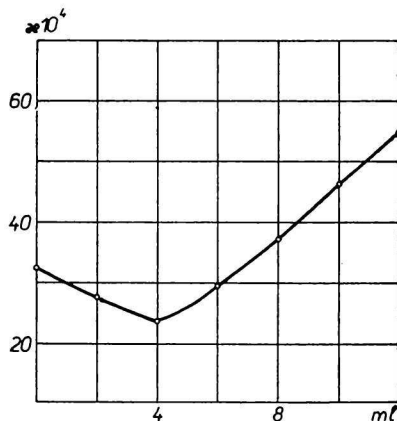
Ako prvý pokus titrovala sa kyselina maleínová a kyselina ftalová samotná vo vodnom prostredí a v prostredí acetónu a vody v pomere 1 : 1. Zistilo sa, že medzi titračnými krivkami, ktoré sa získali v čisto vodnom prostredí a v prostredí 50 % acetónu, nie je nijaký rozdiel. Na krivke sú dva zlomy, presne v súlade so zákonmi, ktoré vyplývajú z chemických vlastností kyselín. Titračná krivka kyseliny maleínovej v 50 % acetónu je na obr. 2, krivka *a*, titračná krivka kyseliny ftalovej v 50 % acetónu je na obr. 2, krivka *b*.

Titračia kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v zmesi bola tak isto úspešná. Na titračnej krivke sú podobne dva zlomy, ktorých umiestenie je dané celkovou aciditou obidvoch zložiek. Zlomy sú síce menej ostré ako pri titracii samotných kyselín, avšak i napriek tomu najmä prvý zlom je dobre reprodukovateľný. Titračia zmesi obidvoch



Obr. 2. Krivka konduktometrickej titrácie kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v prostredí zmesi acetónu a vody v pomere 1 : 1.

krivka *a*: kyselina maleínová, krivka *b*: kyselina ftalová.



Obr. 3. Krivka konduktometrickej titrácie zmesi kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v pomere 6 : 4 v prostredí zmesi acetónu a vody v pomere 1 : 1.

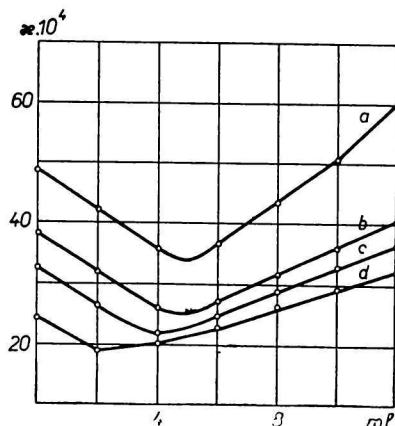
kyselín sa uskutočnila v rôznych pomeroch; výsledky boli v každom prípade celkom jednoznačné a umiestenie ekvivalentného bodu bolo vždy na predpokladanom mieste. Titračná krivka zmesi kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej je na obr. 3. Pomer kyseliny maleínovej ku kyseline ftalovej je 60 : 40.

Koncentrácia vzorky v roztoku v podstatnej miere ovplyvňuje možnosť stanovenia. Vzhľadom na to, že ide o titráciu pomerne slabých kyselín, stanovenie sa podarí tým lepšie, čím zriedenejšia bude vzorka a čím zriedenejšie titračné činidlo použijeme. Stanovenie sa preskúšalo pri rôznych koncentráciách, pričom sa zistilo, že optimálna koncentrácia je 0,2—0,3 g vzorky na 200 ml objemu. Ako titračné činidlo sa najlepšie osvedčil 0,02 N vodný roztok NaOH. Pri dodržaní týchto podmienok najlepšie vyhovíme všeobecne platným požiadavkám konduktometrickej titrácie, podľa ktorých koncentrácia titračného činidla má mnohonásobne prevyšovať koncentráciu zložky, ktorú treba stanoviť, pritom v tomto zriedení jednotlivé zložky už môžu dostatočne disociovať.

Pri titracii voľnej kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej vo vzorkách polyesterov sa v plnej miere potvrdili teoretické predpoklady uvedené v predchádzajúcej časti. Prvý zlom — neutralizácia prvej karboxylovej skupiny — pri priamej titracii polyesterov sa javil veľmi zreteľne a jednoznačne. Druhý zlom je v niektorých prípadoch tak isto

badateľný, avšak väčšinou sa stráca, lebo splýva s neutralizáciou kyslých esterov. Titračné krivky rozličných druhov polyesterových živíc sú na obr. 4.

Keď sa takto dokázalo, že konduktometrická titrácia voľných kyselín v polyesteroch je možná, bolo treba preskúšať, či sú výsledky jednotlivých stanovení reprodukovateľné. Toto sa urobilo tým spôsobom, že do polyesterov o známom obsahu voľných kyselín sa pridalo ďalšie známe množstvo kyseliny maleínovej a stanovilo sa celkové množstvo kyselín za dodržania už spomínaných podmienok.



Obr. 4. Krivka konduktometrickej titrácie zmesi kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v pomere 6 : 4 v prostredí acetónu a vody v pomere 1 : 1.

krivka a: Estroplex R, krivka b: Estroplex CL, krivka c: Estroplex CL — iná šarža, krivka d: Estroplex CL — iná šarža.

Pre stanovenie voľných kyselín v polyesterových živiciach sa najlepšie osvedčil tento postup:

Do 250 ml vysokej kadičky navážime 0,2—0,3 g vzorky. Vzorku za stáleho miešania rozpustíme v 100 ml acetónu p. a. Po úplnom rozpustení vzorky za ustavičného miešania sa z pipety pomaly pridá 100 ml destilovanej vody. Po pridaní celého množstva vody sa zmes zakalí, lebo polyester sa v dôsledku malej rozpustnosti vo vode čiastočne vyzráža. Vodu treba pridávať pomaly a vzorku intenzívne miešať, aby sa vyzrážaný polyester rozptýlil vo vodnej fáze čo najjemnejšie. Potom vsunieme do roztoku elektródy konduktoskopu, prístroj zapneme a počkáme, až sa vodivosť roztoku ustáli, čo potrvá asi 10 minút. Pomerne pomalé ustálenie vodivosti je zapríčinené tým, že kyslé zložky, ktoré majú na vodivosť najväčší vplyv, ešte čiastočne sa vylúhujú z malých čiastočiek vyzrážanej živice, ktoré sú rozptýlené vo vode. Ustálenie nastane vtedy, keď sa celý systém osmoticky vyrovná. Po ustálení vodivosti pridávame postupne titračné činidlo a na stupnici konduktoskopu odčítame odpor prostredia, do ktorého sú elektródy konduktoskopu ponorené. Namerané hodnoty odporu prepočítame na vodivosť a vypočítané hodnoty znázorníme graficky ako závislosť zmeny vodivosti od množstva pridaného titračného činidla. Hodnoty nezávisle premenné (v tomto prípade ml činidla) nanášame na vodorovnú os a hodnoty závisle premenné (vodivosť prostredia) na zvislú os. Získané body spojíme a krivku vyhodnocujeme podľa zásad konduktometrickej titrácie.

Výsledok vypočítame tak, že berieme do úvahy iba prvý zlom na krivke, a keďže titrujeme dvojsýtnu kyselinu, za ekvivalent považujeme celú molekulovú váhu. Pretože výsledok prepočítavame na kyselinu maleínovú, ekvivalent vzhľadom na 1 ml 0,02 N roztoku NaOH bude 2,32 mg.

Obsah voľnej kyseliny maleínovej v percentách vypočítame podľa vzorca

$$\text{voľná kyselina maleínová} = \frac{S \cdot f \cdot e \cdot 100}{N},$$

kde S = spotreba 0,02 N-NaOH,
 f = faktor činidla,
 e = ekvivalent kyseliny maleínovej 2,32 mg,
 N = návažok vzorky v gramoch.

Zhodnotenie

Skutočnosť, že metóda je dobre reprodukovateľná, dosvedčujú údaje uvedené v tabulkách.

Výsledky paralelných skúšok pri jednej vzorke polyesteru Estroplex R a pri troch vzorkách Estroplex CL sú zostavené v tab. 1—4.

Estroplex R

Tabuľka 1

Paralelná vzorka č.	Návažok v g	Spotreba 0,02 N-NaOH v ml	Obsah kyseliny maleínovej		Priemer v %	Rozdiel od priemeru v %	Odchýlka v %
			v mg	v %			
1	0,1202	0,72	1,67	1,39	1,39	0	0
2	0,3342	2,00	4,64	1,40		+0,01	+0,74
3	0,2222	1,27	2,94	1,33		—0,06	—4,3
4	0,1996	1,25	2,90	1,45		+0,06	+4,3
5	0,2472	1,46	3,39	1,37		—0,02	—1,4

Estroplex CL

Tabuľka 2

Paralelná vzorka č.	Návažok v g	Spotreba 0,02 N-NaOH v ml	Obsah kyseliny maleínovej		Priemer v %	Rozdiel od priemeru v %	Odchýlka v %
			v mg	v %			
1	0,2514	1,40	3,25	1,29	1,26	+0,03	+2,3
2	0,2094	1,20	2,78	1,33		+0,07	+5,6
3	0,2870	1,50	3,48	1,21		—0,05	—3,9
4	0,2877	1,48	3,43	1,19		—0,07	—5,6
5	0,2493	1,42	3,29	1,32		+0,06	+4,7

Tabuľka 3

Estroplex CL — iná vzorka

Paralelná vzorka č.	Návažok v g	Spotreba 0,02 N-NaOH v ml	Obsah kyseliny maleínovej		Priemer v %	Rozdiel od prie- meru v %	Odchýlka v %
			v mg	v %			
1	0,2118	1,34	3,11	1,47	1,48	—0,01	—0,7
2	0,2358	1,55	3,60	1,52		+0,04	+2,7
3	0,2595	1,63	3,78	1,46		—0,02	—1,4
4	0,2596	1,65	3,83	1,47		—0,01	—0,7
5	0,2017	1,30	3,03	1,50		+0,02	+1,4

Tabuľka 4

Estroplex-CL — iná vzorka

Paralelná vzorka	Návažok v g	Spotreba 0,02 N-NaOH v ml	Obsah kyseliny maleínovej		Priemer v %	Rozdiel od prie- meru v %	Odchýlka v %
			v mg	v %			
1	0,2230	1,33	3,08	1,38	1,45	—0,07	—4,8
2	0,2174	1,35	3,13	1,44		—0,01	—0,7
3	0,2524	1,67	3,87	1,53		+0,08	+5,5
4	0,2310	1,39	3,23	1,40		—0,05	—3,4
5	0,2422	1,55	3,64	1,49		+0,04	+2,7

Z tabuliek vidieť, že iba v ojedinelých prípadoch presahuje odchýlka od priemeru pri jednotlivých stanoveniach ± 5 %. Táto presnosť je pre daný účel postačujúca.

Po overení metodiky sa preskúšalo, do akej miery je možné v prostredí polyesterov stanoviť ďalšiu voľnú kyselinu maleínovú pridanú do vzorky. Skúšky sa urobili pri jednej vzorke polyesteru Estroplex R a pri troch vzorkách polyesteru Estroplex CL. Výsledky sú zhrnuté v tab. 5—8.

Tabuľka 5

Estroplex R

Vzor- ka	Návažok v g	Obsah kyseliny maleíno- vej v mg	Pridané množstvo kyseliny maleíno- vej v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v %	Zistený obsah kyseliny maleíno- vej v %	Rozdiel + — v %	Odchýlka v %
1	0,2320	3,22	1	4,22	1,82	1,77	—0,05	—2,75
2	0,2673	3,71	2	5,71	2,14	2,10	—0,04	—1,87
3	0,1942	2,70	3	5,70	2,94	2,83	—0,11	—3,74
4	0,3115	4,33	4	8,33	2,67	2,72	+0,05	+1,87
5	0,2122	2,95	5	7,95	3,75	3,63	—0,12	—3,20

Tabuľka 6

Estroplex CL

Vzor- ka č.	Návažok v g	Obsah kyseliny maleíno- vej v mg	Pridané množstvo kyseliny maleíno- vej v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej výpoč- tom v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v %	Zistený obsah kyseliny maleíno- vej v %	Rozdiel + — v %	Odchýlka v %
1	0,3833	4,83	1	5,83	1,52	1,59	+0,07	+4,60
2	0,3101	3,91	2	5,91	1,90	1,88	—0,02	—1,33
3	0,2507	3,16	3	6,16	2,45	2,02	—0,43	—17,86
4	0,2614	3,29	4	7,29	2,79	2,24	—0,55	—19,76
5	0,2417	3,05	5	8,05	3,33	3,38	+0,05	+1,51

Vykonané skúšky jednoznačne dokazujú, že konduktometrické stanovenie voľnej kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v polyesterových živiciach je dobre uskutočniteľné. Výsledky sú uspokojivé aj pri stanovení ďalšej voľnej kyseliny maleínovej pridanej do vzorky. Pri jednotlivých paralelných stanoveniach sa iba v dvoch výnimočných

Tabuľka 7

Estroplex CL — iná vzorka

Vzor- ka č.	Návažok v g	Obsah kyseliny maleíno- vej v mg	Pridané množstvo kyseliny maleíno- vej v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v %	Zistený obsah kyseliny maleíno- vej v %	Rozdiel + — v %	Odchýlka v %
1	0,2551	3,77	1	4,77	1,87	1,83	—0,04	—2,13
2	0,2711	4,02	2	6,09	2,25	2,22	—0,03	—1,35
3	0,2852	4,23	3	7,23	2,54	2,49	—0,05	—1,97
4	0,2179	3,22	4	7,22	3,31	3,24	—0,07	—2,11
5	0,2699	3,99	5	8,77	3,25	3,33	+0,08	+2,40

Tabuľka 8

Estroplex CL — iná vzorka

Vzor- ka č.	Návažok v g	Obsah kyseliny maleíno- vej v mg	Pridané množstvo kyseliny maleíno- vej v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v mg	Obsah kyseliny maleíno- vej vý- počtom v %	Zistený obsah kyseliny maleíno- vej v %	Rozdiel + — v %	Odchýlka v %
1	0,2631	3,82	1	4,82	1,83	1,84	+0,01	+0,55
2	0,1928	2,80	2	4,80	2,49	2,47	—0,02	—0,80
3	0,3120	4,52	3	7,52	2,41	2,34	—0,07	—2,90
4	0,2617	3,29	4	7,29	2,79	2,80	+0,01	+0,36
5	0,2320	3,36	5	8,36	3,60	3,52	—0,08	—2,22

prípadoch vyskytla chyba nad 5 %, a to pri vzorke vyhodnotenej v tab. 6. V týchto dvoch prípadoch sa výsledky odchýľovali od správnej hodnoty o 17,86 %, resp. 19,76 %. Pravdepodobne šlo o subjektívnu chybu, ktorá by sa bola ďalšími paralelnými skúškami eliminovала.

Súhrn

Bola vypracovaná metóda na konduktometrické stanovenie zmesi voľnej kyseliny maleínovej a kyseliny ftalovej v polyesterových živiciach. Metóda sa dobre hodí najmä na skúšanie hotových výrobkov, aby sa zistilo, do akej miery prebehla kondenzačná reakcia. Pomocou vypracovanej metódy možno stanoviť aj množstvo kyslých esterov v živici, lebo rozdiel medzi hodnotou stanovenou vizuálnou titráciou vodným lúhom na indikátor fenolftaleín a konduktometrickým stanovením odpovedá kyslým esterom.

КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНЫХ КИСЛОТ В ПОЛИЭФИРНЫХ СМОЛАХ

ВИЛИАМ ВАЛЕНТА

Исследовательский институт кабелей и изоляционных материалов в Братиславе

Выводы

Разработан метод кондуктометрического определения смеси свободных малеиновой и фталевой кислот в полиэфирных смолах. Метод пригоден главным образом для определения степени конденсации в готовом продукте. При помощи разработанного метода возможно определить и количество кислых эфиров в смолах, потому что разность между величиной, определенной прямо титрованием визуально при помощи водянной щелочи с применением фенолфталеина в качестве индикатора, и величиной полученной кондуктометрическим определением, представляет собой количество кислых эфиров.

Поступило в редакцию 14. 1. 1959 г.

KONDUKTOMETRISCHE BESTIMMUNG VON FREIEN SÄUREN IN POLYESTERHARZEN

VILIAM VALENTA

Forschungsinstitut für Kabel und Isolierstoffe in Bratislava

Zusammenfassung

In der Arbeit wird eine Methode für die konduktometrische Bestimmung der Mischung von freier Malein- und Phthalsäure in Polyesterharzen behandelt. Die Methode eignet sich insbesondere für die Bestimmung des Kondensationsgrades in fertigen Produkten. Durch die Methode ist es auch möglich, die Menge der sauren Ester zu bestimmen, da die Differenz zwischen dem durch Titration mit wässriger Lauge unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator visuell bestimmten Wert und dem konduktometrisch bestimmten Wert die Menge der sauren Ester darstellt.

In die Redaktion eingelangt den 14. 1. 1959

LITERATÚRA

1. Mlejnek O., *Stanovenie voľného maleínového anhydridu v polyesterových živiciach*, Chem. zvesti 11, 425—431 (1957). — 2. Klausch W., *Säureanhydride in Polyestern IV*, Farbe u. Lack 63, 119—126 (1957). — 3. Klausch W., *Säureanhydride in Polyestern II*, Farbe u. Lack 63, 163—164 (1957). — 4. Garn P. D., Halline E. W., *Polarographic Determination of Phthalic Anhydride in Alkyd Resins X*, Anal. Chem. 27, 1563—1568 (1955). — 5. Gulinsky E., Schmulling E., *Analysis of Alkyd Resins X*, Fette, Seif, Anstrichmittel 59, 860—862 (1957). — 6. Davidson A., *Méthode simplifiée pour l'analyse des résines alkydes IX*, Paint. Technol. 19, 301—302 (1955). Peint. pigm. Vernis 32, III, 244 (1956). — 7. Sadolin E., *Analysis of Synthetic Resins Containing Maleic Acid XI*, Ind. Eng. Chem. (Anal. Ed.) 11, 608—610 (1939). — 8. Anonym, *Determination of Dibasic Acids in Alkyd Resins*, Anal. Chem. 21, 1448—1453 (1949). — 9. David L. J., *Dosage de l'anhydride phtalique dans les peintures oleoglycero-phthaliques IV*, Peint. pigm. Vernis 33, 331—332 (1957).

Došlo do redakcie 14. 1. 1959

Adresa autora:

Inž. Viliam Valenta, Bratislava, Továrenská 12, Výskumný ústav kábelov a izolantov.