

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 №9

**Визначення вмісту залишкового формальдегіду
в карбамідоформальдегідній смолі**

Затверджено на засіданні кафедри хімії

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

Завідувач кафедрую _____ Миронюк І.Ф.

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

Івано-Франківськ
2020

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 9

1. ТЕМА: методи аналізу карбамідоформальдегідних смол.

2.МЕТА: визначити перфораторним методом вміст залишкового формальдегіду в КФС.

3. РЕАКТИВИ І ОБЛАДНАННЯ

- 1) карбамідоформальдегідна смола 200 мл;
- 2) йод I_2 , свіжоприготовлений розчин концентрації $0,01$ моль/дм³, готують розведенням розчину йоду концентрації $0,1$ моль/дм³ 50 мл;
- 3) натрій тіосульфат $Na_2S_2O_3$, свіжоприготовлений розчин концентрації $0,01$ моль/дм³, готують розведенням розчину концентрації $0,1$ моль/дм³ 25 мл;
- 4) натрій гідроксид $NaOH$, розчин концентрації 1 моль/дм³ 20 мл;
- 5) сульфатна кислота H_2SO_4 , 1 н розчин 10 мл;
- 6) крохмаль, розчин 1 мл;
- 8) амоній хлорид 5 мл;
- 9) толуен 600 мл;
- 10) вода дистильована 200 мл.
- 11) круглодонна колба К-1 – 1000 – 45/40 ТХС ;
- 12) перфоратор із спускним краном (ємність 1000 см³), фільтром ФКП-60-ПОР-160 ТХС, теплоізольованими азбестовим шнуром верхньою частиною і відвідною трубкою, з'єднаною з перфоратором за допомогою коліна;
- 13) холодильник типу ХСВО або ХСВ загальною довжиною близько 400 мм;
- 14) трубка з кульовим розширенням: довжина 380 мм, зовнішній діаметр 10 мм, діаметром кульового розширення 50 мм, відстань від нижнього кінця трубки до розширення 200 мм.
- 15) збірник - колба Кн-2 – 250 – 50 (34,40) ТС.
- 16) нагрівач електричний для нагрівання круглодонної колби.

4. ЗМІСТ РОБОТИ

Перфораторний метод визначення вмісту залишкового формальдегіду в КФС

Перфораторний (екстракційний) метод – це метод послідовного видалення певного компонента із композиційного матеріалу рідиною з наступною екстракцією цього компонента з отриманого розчину більш активним розчинником, який не змішується з першим.

Даний метод полягає в екстрагуванні формальдегіду із зразків затвердженої смоли киплячим толуеном, поглинанні формальдегіду дистильованою водою і йодометричному титруванні розчиненого у воді формальдегіду.

Апарат для екстракції (рис. 1) складається з:

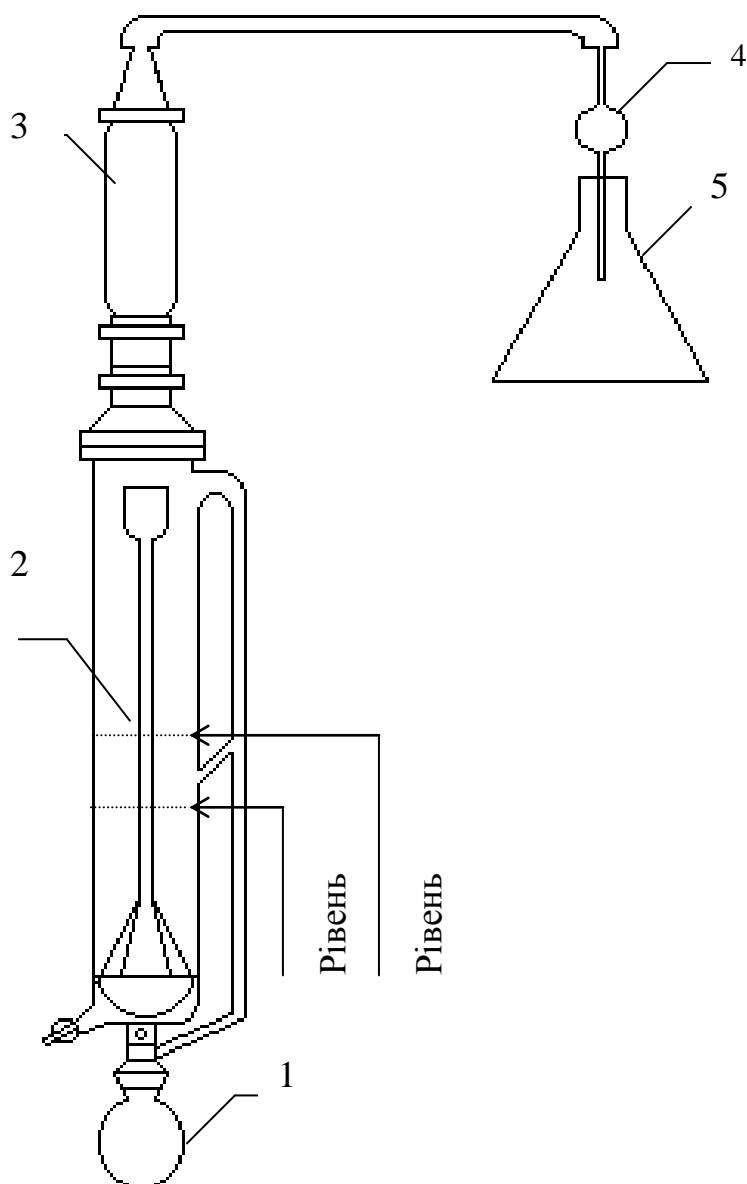


Рис. 1. Установа для визначення залишкового формальдегіду в КФС методом екстракції

4.1. Екстрагування формальдегіду із зразків затвердженої смоли киплячим толуеном

Відбирають (105 ± 5) г зразків затвердлої смоли і зважують зразки з похибкою не більше 0,1 г. Для приготування відповідної наважки проводять гарячу желатинізацію смоли. Для цього наважку смоли (приблизно 200 г) зважують на технічних вагах 2-го класу, додають 2 % амоній хлориду і затверджують смолу в термостаті при температурі 100 °С. Затверджену пробу витримували на повітрі 3 доби. Зразки подрібнюють і поміщають в круглодонну колбу і наливають в неї 600 см³ толеуну, приєднують колбу до перфоратора, заповнюють його водою так, щоб між поверхнею води і отвором зливу сифону залишався простір заввишки 10-20 мм (об'єм води в перфораторі має бути приблизно 1000 см³). Потім приєднують холодильник і збірник через трубку з кульковим розширенням. В збірник попередньо наливають 100 см³ води. Коли апарат для екстракції повністю зібраний, підключають воду для охолодження холодильника і електричний нагрівач для обігрівання колби.

Потужність нагрівання регулюють так, щоб час між включенням нагрівача і проходженням перших бульбашок толуену через фільтр складав 20-30 хв, а швидкість зворотного регулярного потоку толуену складала 50-70 крапель в хвилину впродовж всієї тривалості екстрагування.

Екстрагування проводять впродовж 2 годин, починаючи з моменту проходження перших бульбашок через фільтр. При екстрагуванні вода із збірника не повинна попадати в інші частини апарату.

Після закінчення екстрагування виключити електронагрівач, від'єднати збірник, зливши його вміст в мірну колбу об'ємом 2 л. Через 15-20 хвилин від'єднати круглодонну колбу, обережно злити її вміст в пляшку, яка герметично закривається.

Воду, що міститься в перфораторі, після охолодження до кімнатної температури переливають через спускний кран в мірну колбу, де вже є злив води з збірника. Перфоратор промивають водою два рази по 200 см³ і зливають її також в мірну колбу, доводять об'єм в колбі дистильованою водою до мітки.

Розчин старанно перемішують і аналізують на вміст формальдегіду за допомогою йодометричного титрування.

4.2. Йодометричне визначення вмісту формальдегіду

Із мірної колби (робочий дослід) з піпеткою відбирають 100 см³ розчину в колбу для титрування, додають 50 см³ розчину йоду і 20 см³ розчину натрій гідроксиду. Колбу закривають і на 15 хв ставлять в темне місце. Потім обережно додають 10 см³ розчину сірчаної кислоти. Розчин при цьому повинен набути темно-коричневого кольору. Надлишок йоду титрують розчином натрій тіосульфату до появи блідо-жовтого забарвлення, тоді додають декілька крапель розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього забарвлення.

Проводять титрування холостої проби, використовуючи реактиви з тієї ж партії і в тих ж кількостях, але без досліджуваних зразків (холостий дослід).

5.3. Обробка результатів.

Вміст формальдегіду (X) в міліграмах на 100 г затвердженої КФС вираховують за формулою:

$$X = \frac{0,15 \cdot (V_{\kappa.} - V_{p.}) \cdot \frac{2000}{100} \cdot K}{m} \cdot 100 = \frac{300 \cdot (V_{\kappa.} - V_{p.}) \cdot K}{m},$$

де $V_{\kappa.}$ – об'єм розчину натрій тіосульфату концентрації $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³, витрачений на титрування в контрольному випробовуванні, см³;

$V_{p.}$ – об'єм розчину натрій тіосульфату концентрації $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/дм³, витрачений на титрування проби робочого дослід, см³;

m – маса досліджуваних зразків КФС, г;

K – коефіцієнт поправки для приведення концентрації розчину натрій тіосульфату точно до 0,01 н;

0,15 – кількість формальдегіду, яка відповідає 1 см³ 0,01 н розчину натрій тіосульфату, мг;

$\frac{2000}{100}$ = об'єм екстракційного розчину/об'єм проби аналізу.

За результат випробовування приймають середнє арифметичне не менше двох титрувань робочого і холостого дослідів.

Контрольні запитання

1. Визначення залишкового формальдегіду в КФС і виробах на їх основі.
2. Суть і хімізм йодометричного визначення формальдегіду в затверджених карбамідоформальдегідних смолах.
3. Способи запобігання виділенню залишкового формальдегіду з виробів на основі КФС.

Література:

1. 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.
2. Вирпша З., Бжезинський Я. Аминопласты.- М.: Химия, 1973.- 342 с.
2. Технология пластических масс /Коршак В.В., Кутепов Д.Ф., Цейтлинг Г.М. и др. / Под ред. В.В.Коршака. - М.: Химия, 1985. - 560 с.
3. Николаев А.Ф. Синтетические полимеры и пластические массы на их основе. - Л.: Химия, 1976.- 437 с.
4. Голдинг Б. Химия и технология полимерных материалов / Пер. с англ. В.В.Арнольдова/ Под ред. Н.Т. Романченко. - М.: Изд. иностр. лит., 1963.- 667 с.
5. ТУ, ГОСТ 14231-78. Смоли карбамідоформальдегідні.

