ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ ХЛОРИСТОГО АММОНИЯ В РАСТВОРАХ ПРЕПАРАТОВ ХМХА

методом потенциометрического титрования с применением автоматического титратора AT50-P

Введение

Для продления сроков службы конструкционных материалов из древесины широко применяются пропитки различного состава, защищающие древесину от воздействия влаги, разнообразных грибков и насекомых, а также понижающие способность дерева к воспламенению.

В качестве последних применяют буру, хлористый аммоний, фосфорнокислые натрий и аммоний, сернокислый аммоний.

Огнезащитное действие бывает двух видов:

1. Защитные агенты при нагревании древесины создают оплавленную пленку, закрывая доступ кислорода к древесине.

2. Защитные агенты при высокой температуре выделяют негорючие газы, оттесняющие воздух от поверхности древесины и одновременно разбавляющие горючие газы, выделенные из самой древесины при нагревании.

Большинство антисептиков и прочих агентов, применяемых для защиты древесины, несут в себе серьезную угрозу для здоровья человека, способны вызвать отравление и ожоги. Обращаясь с этими средствами, необходимо придерживаться строгих правил охраны труда и техники безопасности. В связи с этим возникает потребность в тщательном контроле компонентов, входящих в состав защитных препаратов. Автоматический титратор AT50-P производства SILab представляет собой удобный инструмент для количественного контроля огнезащитных средств различной природы.

Подготовка к измерению

Настройки метода титрования

Программное обеспечение титратора SILab AT50-P позволяет указать в процедуре метода количество и характер точек эквивалентности (т.е. какой величины изменение ΔE/ΔV будет считаться за конечную точку титрования), минимальный и максимальный объём титранта, расходуемый на титрование, время установки равновесия потенциала после приливания порции титранта, скорость вращения мешалки и т.д.

Метод

Потенциометрическое титрование является методом количественного анализа, при котором конечная точка титрования определяется по изменению потенциала индикаторного электрода в зависимости от количества прибавляемого титранта.

В качестве индикаторного электрода при кислотно-основном титровании используют стеклянный электрод, а в качестве электрода сравнения - хлорсеребряный электрод. Существуют также комбинированные электроды, совмещающие в одном корпусе стеклянный и хлорсеребряный электрод.

При потенциометрическом титровании регистрируют потенциал индикаторного электрода относительно электрода сравнения в зависимости от количества прибавленного титранта, а титрование продолжают до достижения предполагаемой точки эквивалентности. Конечной точке титрования отвечает максимальное значение изменения потенциала (dE) к приращению объема прибавленного титранта (dV). Конечную точку титрования находят графически методом касательных по кривой зависимости потенциала индикаторного электрода от количества прибавленного титранта, или расчетным методом по максимальному значению dE/dV, или по точке разрыва (смене знака) второй производной d(dE/dV).

Потенциометрическое титрование может быть автоматизировано с использованием автотитраторов, способных проводить математический анализ кривой титрования или останавливать прибавление титранта при достижении значения потенциала индикаторного электрода, отвечающего точке эквивалентности.

Проведение анализа

Проведение анализа осуществляется согласно ГОСТ 28815-2018 п. 4.7.2. В данной методике предложен метод кислотно-основного определения объёма стандартного раствора гидроксида натрия (0.1 моль/дм^3) с визуальным определением конечной точки титрования при помощи индикатора фенолфталеин. Однако для мутных растворов проб точное определение конечной точки титрования может быть затруднено. При использовании потенциометрического титрования воздействие данного фактора помехи исключается.
Потенциометрический титратор SILab AT50-P уже в базовом комплекте поставки содержит необходимые датчики для анализа ХМХА методом потенциометрического титрования.

Из раствора препарата ХМХА для анализа отбирают пробу объёмом 1 см³ и переносят в коническую колбу, приливают 70-100 см³ воды и 10 см³ 20% раствора формалина и оставляют на 2—3 мин. Колбу с анализируемым раствором помещают на магнитную мешалку титратора, опускают в неё якорь для перемешивания, электроды и кончик бюретки титратора, затем запускают процесс титрования. Титрование прекращается после завершения скачка потенциала.

Пример кривых титрования для одной из проб приведён на **Рисунке 1.**

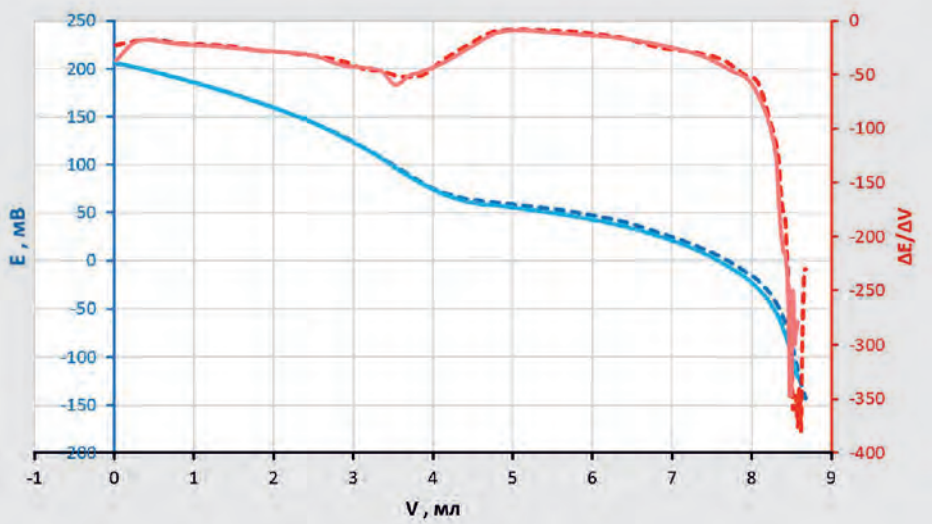

Рисунок 1 — Пример кривых титрования для раствора препарата ХМХА-116, раствор 1 Первая параллель, E = f (V)

Вторая параллель, E = f (V)

Первая параллель, ΔE/ΔV = f (V)

Вторая параллель, ΔE/ΔV = f (V)

Данные для расчёта массовой доли хлористого аммония в препаратах представлены в **Таблице 1.**

Анализируемый раствор	V NaOH, см³
ХМХА-116, раствор 1	8.4776
	8.5818
ХМХА-116, раствор 2	6.1630
	6.0671
ХМХА-112, раствор 1	3.3215
	3.3156
Формалин, 20%	2.7914

Таблица 1 – Первичные данные титрования

Результаты

Обработка результатов осуществляется согласно ГОСТ 28815-2018 п. 4.7.3.

Результаты определения содержания хлористого аммония в пробах препаратов ХМХА представлены в **Таблице 2.**

Наименование пробы	ХМХА-116, раствор 1	ХМХА-116, раствор 2	ХМХА-112, раствор 1
Содержание хлористого аммония, %	0.30	0.18	0.02
Норматив, согласно Приложению А ГОСТ 28815-2018, %	0.76		0.50

Таблица 2 – Результаты определения содержания хлористого аммония в препаратах ХМХА

Заключение

Титратор SILab AT50-P - удобное и эффективное решение для сложного и трудоемкого процесса титрования. Он позволяет устанавливать значения объема титранта с точностью до 0,001 мл, что недостижимо для обычных лабораторных бюреток. Кроме того, потенциометрические титраторы SILab позволяют анализировать мутные и окрашенные растворы, где использование цветных индикаторов затруднено, а также проводить реакции, для которых сложно подобрать индикатор с ярко выраженным цветовым переходом на точке эквивалентности. Благодаря наличию соответствующих электродов, AT50-P открывает возможности для ионселективного определения различных ионов в растворах, а также для окис-лительно-восстановительного, осадительного и комплексонометрического титрования. Приобретение титратора AT50-P станет эффективным решением для лабораторий, которым требуется высокая точность и эффективность в процессе анализа.