

К. ЛЭАТС, Хилья РАУДОЯ

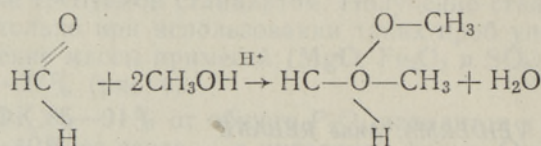
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО КОЛИЧЕСТВА ФОРМАЛЬДЕГИДА
И УРОТРОПИНА В СТОЧНОЙ ВОДЕ ПРОИЗВОДСТВА
СИНТЕТИЧЕСКОГО ЦИТРАЛЯ**

K. LÄÄTS, Hilja RAUDOJA. FORMALDEHÜÜDI JA UROTROPIINI SUMMAARNE MÄÄRAMINE SUNTEETILISE TSITRAALI TOOTMISE HEITVEES

K. LÄÄTS, Hilja RAUDOJA. DETERMINATION OF SUMMARY QUANTITY OF FORMALDEHYDE AND HEXAMETHYLENETETRAMINE IN WASTE WATER OF THE MANUFACTURE OF SYNTHETIC CITRAL

Для определения формальдегида в сточных водах в литературе предлагается два колориметрических метода: 1) хромотроповой кислотой и 2) фенолгидразином. В обоих случаях формальдегид выделяется из подкисленного водного раствора путем отгонки [1].

В сточной воде производства синтетического цитраля [2] содержится формальдегид в пределах 400—600 мг/л и уротропин — 13 000—15 000 мг/л. Для определения суммарного количества формальдегида и уротропина их выделяли из подкисленной пробы отгонкой в виде метилала. Уротропин в кислой среде разлагается с образованием формальдегида. В среде метанола происходит реакция формальдегида с метанолом с образованием метилала (диметилметиленового эфира), который отгоняется при температуре 44 °С:



Для отгонки было взято 5 мл разбавленного (1:10) раствора сточной воды, 150 мл метанола и 10 мл концентрированной серной кислоты.

Таблица 1

Определение суммарного содержания формальдегида и уротропина в сточной воде производства синтетического цитраля

| Среда | Методы количественного определения | Результаты (в виде формальдегида), мг/мл |
|---------------------|---|--|
| Метанольный раствор | Подометрически | 14 100 |
| | Колориметрически хромотроповой кислотой | 14 180 |
| Водный раствор | Подометрически | 14 200 |
| | Колориметрически: | |
| | хромотроповой кислотой | 14 000 |
| | фенолгидразином | 14 400 |

Таблица 2

Ошибки определения формальдегида и уротропина в смеси при отгонке из водной и метанольной среды

| Взятое количество, мг/5 мл | | | Среда | Метод количественного определения | Полученное количество формальдегида, мг/5 мл | Относительная ошибка, % |
|----------------------------|-----------|------------------------------|---------|--|--|-------------------------|
| формальдегид | уротропин | сумма (в виде формальдегида) | | | | |
| 0,23 | 4,75 | 6,34 | Метанол | Йодометрически | 6,6 | 4 |
| | | | Вода | Колориметрически хромотроповой кислотой | 6,9 | 9 |
| | | | | Колориметрически: хромотроповой кислотой | 6,7 | 6 |
| | | | | фенилгидразином | 7,1 | 12 |

В метанольном дистилляте количество формальдегида определялось двумя методами: 1) йодометрически и 2) колориметрически с применением хромотроповой кислоты. Для сравнения устанавливалось суммарное содержание формальдегида и уротропина, которые отгонялись из водного раствора [1] (табл. 1).

Если содержание уротропина в сточной воде в 30 раз выше содержания формальдегида, то для составления калибровочной кривой колориметрического определения использовался уротропин (в пересчете на формальдегид).

Для проверки и установления ошибки определения суммарного количества формальдегида и уротропина по вышеприведенным методам аналогичные отгонки и определения проводились со смесью ч. д. а. формальдегида и х. ч. уротропина (табл. 2).

Приведенные данные показывают, что оба способа отгонки дают почти одинаковые результаты (табл. 2), но отгонка из метанольного раствора происходит с меньшей затратой времени.

ЛИТЕРАТУРА

1. Унифицированные методы анализа вод. М., 1973.
2. Лээте К. В., Кудрявцев И. Б., Когерман А. П., Ранг Х. А., Краав Л. П., Тенг С. Э. Авт. свид. СССР № 539024. — Бюл. изобретений, 1976, № 46.

Институт химии
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию
20/XI 1978