

ГОСТ 16704—71

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**СМОЛЫ
ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА**

Издание официальное

Б312—2004



Москва
Стандартинформ
2004

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ**Методы определения свободного формальдегида**Phenolformaldehyde resins. Methods for determination
of free formaldehyde content**ГОСТ
16704—71**МКС 83.080.10
ОКСТУ 2209Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18 февраля 1971 г. № 275
дата введения установлена

01.07.71

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на водоэмульсионные и водорастворимые фенолоформальдегидные смолы и бакелитовые лаки, устанавливает следующие методы определения свободного формальдегида:

метод 1 — основан на реакции формальдегида с раствором гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина и потенциометрическом титровании выделившейся кислоты гидрокисью натрия;

метод 2 — основан на прямом потенциометрическом титровании формальдегида раствором гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина. Метод неприменим для смол, модифицированных мочевиной.

Стандарт не распространяется на смолы, содержащие ацетон.

Применение методов предусматривается в стандартах и технических условиях на водорастворимые и водоэмульсионные фенолоформальдегидные смолы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

I. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения свободного формальдегида должны применяться:
рН-метр — милливольтметр pH-340 или другого аналогичного типа;

мешалка магнитная типа ММ-2 или другого типа;

бюrette 6—2—2 по ГОСТ 29251—91 — ГОСТ 29253—91;

пипетки 2—1—5 и 2—1—10 по ГОСТ 29227—91 — ГОСТ 29230—91, ГОСТ 29169—91;

стаканы В-1 — 150 по ГОСТ 25336—82,

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см³;

стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336—82.

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87;

гидрохлорид гидроксиламина по ГОСТ 5456—79, раствор концентрации *c* (NH₂OH · HCl) 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм³ (1 н.) или гидроксиламина сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор концентрации *c* (1/2 NH₂(OH)₂ · H₂SO₄) 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм³ (1 н.);

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
 натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и
 раствор с массовой долей 30 %;
 калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, раствор с массовой долей 30 %;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
 весы лабораторные типа ВЛР-200 г или аналогичного типа 2-го класса с наибольшим пределом
 взвешивания 200 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

- 2.1. Подготовку pH-метра к анализу проводят по инструкции к прибору.
- 2.2. Массу навески смолы или лака в зависимости от предполагаемой массовой доли свободного формальдегида выбирают по табл. 1 в стаканчике для взвешивания и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску помещают в стакан вместимостью 150 см³.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля свободного формальдегида, %	Масса навески, г
До 0,5	2,0
Св. 0,5 до 1,0	1,0
Св. 1,0 до 2,0	0,5
Св. 2,0 до 5,0	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 3).

- 2.3. При определении свободного формальдегида методом 1 навеску водоэмulsionной смолы или лака растворяют в 20 см³ спирта, после чего добавляют 40 см³ дистиллированной воды. Навеску водорастворимой смолы растворяют в 60 см³ дистиллированной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

- 2.4. При определении содержания свободного формальдегида методом 2 навеску водоэмulsionной смолы или лака растворяют в 20 см³ спирта, после чего добавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с массовой долей 30 % и 35 см³ дистиллированной воды.

Навеску водорастворимой смолы растворяют в 55 см³ дистиллированной воды и добавляют 5 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с массовой долей 30 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

- 3.1. Определение свободного формальдегида методом 1 проводят на pH-метре со стеклянным и проточным хлорсеребряным электродами, для этого в стакан с раствором смолы или лака погружают электроды pH-метра и при непрерывном перемешивании нейтрализуют содержимое до pH, равного 3,5, после чего добавляют 10 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 1 моль/дм³ (1 н.).

Параллельно ставят контрольный опыт, для чего 60 см³ дистиллированной воды или 20 см³ спирта и 40 см³ дистиллированной воды (в зависимости от растворителя навески) нейтрализуют до pH, равного 3,5, и добавляют гидроксиламин гидрохлорид или сернокислый гидроксиламин. Через 10 мин измеряют pH контрольной пробы и титруют основную пробу раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до значения pH контрольной пробы.

- 3.2. Определение свободного формальдегида методом 2 проводят на pH-метре — милливольтметре pH-340 с платиновым и проточным хлорсеребряным электродами, при этом переключатель «размах» устанавливают в положение «1500 mV», а переключатель «род работы» в положение «—mV».

В стакан с раствором смолы или лака погружают электроды pH-метра и при перемешивании титруют раствором гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до скачка потенциала (когда стрелка не вернется в крайнее левое положение).

С. 3 ГОСТ 16704—71

ние). В конце титрования раствор гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина приливают по каплям.

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свободного формальдегида в смоле или лаке (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,003 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование по методу 1, или объем раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование по методу 2, см³;

0,003 — масса формальдегида, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

m — масса навески смолы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и средние квадратические отклонения при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля свободного формальдегида, %	Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений, абс., %	Среднее квадратическое отклонение
До 0,5	0,02	0,005
Св. 0,5 до 1,0	0,05	0,012
Св. 1,0 до 2,0	0,10	0,025
Св. 2,0	0,20	0,051

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Редактор Л.А. Шебарокана
Технический редактор Л.А. Гусева
Корректор М.С. Кабашова
Компьютерная верстка Н.А. Налейкиной

Сдано в набор 03.08.2006. Подписано в печать 28.09.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс, Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,35. Тираж 61 экз. Зак. 679. С 3318.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лядин пер., 6