

**СМОЛЫ
ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА**

Издание официальное



СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения свободного формальдегида

Phenolformaldehyde resins. Methods for determination
of free formaldehyde contentГОСТ
16704—71МКС 83.080.10
ОКСТУ 2209

Постановлением 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 водоземulsionные 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 гидроокисью 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 водоземulsionные фенолоформальдегидные смолы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

- 1.1. Для определения свободного формальдегида должны применяться:
- рН-метр — милливольтметр рН-340 или другого аналогичного типа;
 - мешалка магнитная типа ММ-2 или другого типа;
 - бюретка 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 ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм³ (1 н.) или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор концентрации c ($1/2 \text{ NH}_2(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм³ (1 н.);

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание (август 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1975 г., декабре 1980 г.,
декабре 1985 г. (ИУС 3—75, 3—81, 3—86).

© Стандартинформ, 2006

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.);
 натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации с (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 рН-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 вододисперсионной 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 вододисперсионной 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 рН-метре со стеклянным и проточным хлорсеребряным электродами, для этого в стакан с раствором смолы или лака погружают электроды рН-метра и при непрерывном перемешивании нейтрализуют содержимое до рН, 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 рН, равного 3,5, и добавляют гидроксиламин гидрохлорид или сернокислый гидроксиламин. Через 10 мин измеряют рН контрольной пробы и титруют основную пробу раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до значения рН контрольной пробы.

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

В стакан с раствором смолы или лака погружают электроды рН-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).

ние). В конце титрования раствор гидроксиламина гидрохлорида или сернистого 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 гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование по методу 1, или объем раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернистого 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 гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернистого 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. Шебардина
Технический редактор Л.А. Гусева
Корректор М.С. Кабанова
Компьютерная верстка И.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, Лялин пер., 6