

11235-75



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

# СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ФЕНОЛА

ГОСТ 11235—75

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

## СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения свободного фенола

Phenoformaldehyde resins. Methods for determination of free phenol

ГОСТ

11235-75\*

Взамен

ГОСТ 11235-65

ОКСТУ 2209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 31 декабря 1975 г. № 4120 срок введения установлен

с 01.01.77

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 11.12.85 № 3890  
срок действия продлен

до 01.01.97

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на жидкые и твердые фенолоформальдегидные смолы, лаки и формованные изделия из них и устанавливает два метода определения содержания свободного фенола:

в жидких и твердых фенолоформальдегидных смолах и лаках газовой хроматографией;

в фенолоформальдегидных формовочных изделиях водной экстракцией.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 119-77 в части метода определения содержания свободного фенола в фенолоформальдегидных формованных изделиях.

**1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ФЕНОЛА  
В ЖИДКИХ И ТВЕРДЫХ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ СМОЛАХ  
И ЛАКАХ С ПОМОЩЬЮ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

**1.1. Аппаратура, посуда, реактивы**

Для определения содержания свободного фенола в фенолоформальдегидных смолах и лаках должны применяться:

хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени чувствительностью не менее  $2 \cdot 10^7$  мВ·с/мг;

Издание официальное

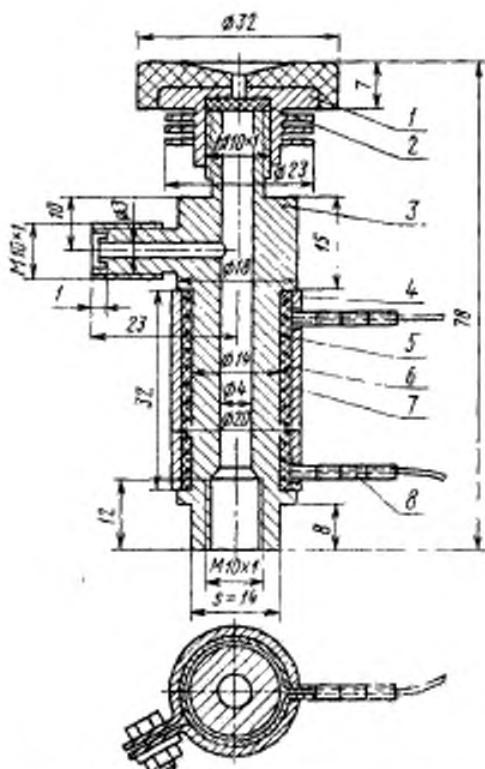
Перепечатка воспрещена

\* Переиздание (сентябрь 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1981 г., декабре 1985 г. (ИУС 7-81, 3-86).

хроматограф газовый с детектором по теплопроводности чувствительностью не менее  $1,5 \cdot 10^3$  мВ·см $^3$ /мг для анализа смол с массовой долей свободного фенола более 6%;

приставка к хроматографу, представляющая собой металлическую трубку длиной 50 мм. внутренним диаметром 4 мм (черт. 1);

## Приставка к хроматографу



1—крышка; 2—прокладка; 3—корпус; 4—сплава;  
5—спиральная обмотка для обогрева; 6—изоляционный шнур;  
7—металлический хомут; закрывающий обмотку; 8—керамические изолирующие  
бусы

### Черт. 1

колонка газохроматографическая из нержавеющей стали длиной 1,8—3 м, внутренним диаметром 3 мм;

микрошипци в вместимостью до 60 мкл, с ценой деления 0,1—0,2 мкл, типа МШМ или МШ;

автотрансформатор типа ЛАТР-1М или другого аналогичного типа;

термометр термоэлектрический ГСП по ГОСТ 6616-74, типа ТХА или ТХК;

штангенциркуль по ГОСТ 166-80, типа ШЦ-11-250-0,05;

сита с сетками по ГОСТ 6613-86, № 02К, 0315К, 04К, 0,5К;

лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706-83 с ценой деления 0,1 мм;

чашка выпарительная по ГОСТ 9147-80, № 3;

стаканчики для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82;

хроматон N-AW с частицами размером 0,2-0,4 мм, динокром-П с частицами размером 0,315-0,500 мм или другой твердый носитель аналогичного типа;

полиэтиленгликольадипинат, ч. д. а.;

полиэтиленгликоль с молекулярной массой 1500 или 20000, полиметилфенилсилоксан-4;

азот газообразный по ГОСТ 9293-74 высшего сорта;

водород технический по ГОСТ 3022-80, марки А;

воздух кл. 1 по ГОСТ 17433-80 или воздух из магистральной линии с очисткой, обеспечивающей получение параметров в соответствии с требованиями класса загрязненности 1;

хлороформ по ГОСТ 20015-74 высшего сорта;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300-87 высшего сорта;

спирт пропиловый нормальный, хроматографически чистый;

ацетон по ГОСТ 2603-79, ч. д. а.;

диоксан по ГОСТ 10455-80, х. ч.;

диметилформамид по ГОСТ 20289-74, х. ч.;

спирт дециловый, ч.;

м-крезол, ч.;

гелий высокой чистоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 1.2. Подготовка к анализу

### 1.2.1. Приготовление насадки для колонки хроматографа

Твердый носитель сушат в сушильном шкафу 2-3 ч при 300°C, затем просеивают через сита, отбирая нужную фракцию частицами размерами, указанными в п. 1.1.

Полиэтиленгликольадипинат или полиэтиленгликоль 1500 или 20000, полиметилфенилсилоксан-4, применяемые в качестве неподвижной фазы 7-15% от массы твердого носителя, растворяют в хлороформе и помещают в выпарительную чашку. Затем в полученный раствор для пропитки вносят твердый носитель при непрерывном перемешивании. Хлороформ удаляют медленным выпариванием на водяной бане при 70-80°C при постоянном перемешивании. Приготовленную таким образом насадку сушат в сушильном шкафу при 120-130°C в течение 2-3 ч.

Для смол, содержащих ацетон, в качестве неподвижной фазы используют полиэтиленгликоль с молекулярной массой 1500 или 20000, полиметилфенилсилоксан-4.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 1.2.2. Подготовка аппаратуры к анализу

Подготовку колонки хроматографа и заполнение ее насадкой, а также вывод хроматографа на рабочий режим проводят по инструкции к прибору. Устройство для ввода проб (испаритель) или приставку к хроматографу, предварительно промытые ацетоном, заполняют стекловатой или стекловолокном. Через каждые 10—20 анализов их меняют, а испаритель прочищают стальной проволокой или просверливают.

С целью облегчения чистки допускается установка в испаритель съемной металлической трубки, в верхней части которой сделаны отверстия для подачи газа-носителя.

Приставку устанавливают на хроматографы, у которых внутренний диаметр испарителя менее 4 мм. Приставку с помощью резьбы соединяют с испарителем перед хроматографической колонкой. Газ-носитель подают в верхнюю часть приставки через боковой штуцер. Температуру обогрева приставки регулируют изменением напряжения ЛАТР-а, показания которого градуируются на температуру от 210 до 250°C. При градуировании показаний ЛАТР-а температуру приставки измеряют термоэлектрическим термометром.

Градуировку хроматографа проводят в соответствии с методикой МИ 137—77, утвержденной ВНИИМС.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 1.2.3. Приготовление анализируемых проб

1—10 г смолы или лака взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют внутренний эталон (для фенолокрезолоформальдегидных смол — дециловый спирт, для остальных — *m*-крезол) в количестве, примерно равном предполагаемому содержанию фенола в смоле или лаке, и растворяют в 1—10 см<sup>3</sup> растворителя. Применяемые растворители в зависимости от типа анализируемой смолы приведены в таблице.

Дополнительная подготовка проб смолы или лака должна быть указана в нормативно-технической документации на материал.

#### 1.3. Проведение анализа

Полученную пробу в количестве 0,2—3 мкл вводят микрошприцем в приставку к хроматографу и снимают хроматограмму при рабочих условиях, указанных ниже.

Температура термостата, °C...170—180.

Температура испарителя, °C...210—250.

Расход газа носителя (азота), мл/мин...35—50.

## Растворители фенолоформальдегидных смол и лаков

Наименование смол	Наименование растворителей
Новолачные	Этиловый спирт по ГОСТ 18300—87 высшего сорта
Твердые резольные: фенолоформальдегидные фенолоанилиноформальдегидные фенолокрезолоанилиноформальдегидные	Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.
Лаки и жидкий бекелит	Диоксан по ГОСТ 10455—75, х. ч. Диоксан по ГОСТ 10455—75, х. ч. Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а. Диметилформамид по ГОСТ 20289—74*, х. ч., ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а. Этиловый спирт по ГОСТ 18300—87 высшего сорта
Водноэмulsionные и водорастворимые	Этиловый спирт по ГОСТ 18300—87 высшего сорта, пропиловый спирт, хроматографически чистый, диоксан по ГОСТ 10455—75, х. ч., ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а., бутанол-1 по ГОСТ 6006—78, ч.д.а.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Время выхода всех компонентов, мин... 10—20.

Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч... 120—240.

Порядок выхода компонентов приведен на черт 2—3.

#### 1.4. Обработка результатов

Расчет хроматограмм проводят по площадям пиков методом внутреннего эталона. Площадь каждого пика ( $S_1$ ) в  $\text{мм}^2$  вычисляют по формуле

$$S_1 = h_1 \cdot b_1 \cdot M_1,$$

где  $h_1$  — высота пика, мм;

$b_1$  — ширина пика на половине высоты, мм;

$M_1$  — масштаб пиков компонентов.

Высоту пика измеряют штангенциркулем, а ширину — измерительной лупой.

Массовую долю фенола ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_1 \cdot K_1 \cdot R \cdot 100}{S_{\text{эт}}} \text{,}$$

где  $S_1$ ,  $S_{\text{эт}}$  — площади пиков фенола и внутреннего эталона,  $\text{мм}^2$ ;

$K_1$  — калибровочный коэффициент для фенола, определяемый по искусственным смесям;

$R$  — отношение массы внутреннего эталона к массе анализируемой смолы или лака.

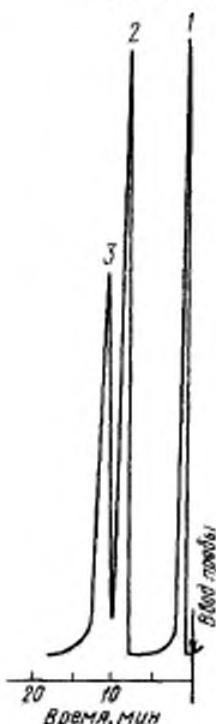
Хроматограмма фенолохрезолоформальдегидных смол



1—растворитель; 2—циловый спирт; 3—фенол

Черт. 2

Хроматограмма фенолоформальдегидных смол и лаков



1—растворитель; 2—фенол; 3—м-крезол

Черт. 3

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Точность метода характеризуется относительным стандартным отклонением, равным 0,03.

## 2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ФЕНОЛА В ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫХ ФОРМОВАННЫХ ИЗДЕЛИЯХ

### 2.1. Аппаратура, посуда, реактивы

2.1.1. Для определения содержания свободного фенола в фенолоформальдегидных формованных изделиях должны применяться:

устройство любое для измельчения формованных изделий в порошок;

сито с сеткой по ГОСТ 6613-86 № 025К;

колбы Кн-1-250 по ГОСТ 25336-82;

цилиндр измерительный с носиком по ГОСТ 1770-74, исполнения 1, вместимостью 100 см<sup>3</sup>;

бюrette по ГОСТ 20292-74, исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 25 см<sup>3</sup>, с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>;

пипетки по ГОСТ 20292-74, исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 2,5, 10, 25 см<sup>3</sup>;

ворошка ВФ-1-32ПОР 100 по ГОСТ 25336-82;

натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199-76;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223-75, раствор концентрации  $c$  ( $Na_2S_2O_3$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.);

кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> (2 н.);

крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, 1%-ный раствор;

йод по ГОСТ 4159-79, раствор концентрации  $c$  ( $Na_2S_2O_3$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

весы лабораторные типа ВЛТ-1 или аналогичного типа, 3-го класса, с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

## 2.2. Подготовка к анализу

Образец изделия измельчают в порошок, не допуская перегрева материала. Порошок просеивают через сито и хранят в банке с пришлифованной пробкой.

5 или 10 г анализируемого порошка взвешивают и результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. Порошок помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и заливают десятикратным количеством дистиллированной воды, нагретой до 90-100°C. Колбу закрывают пробкой и встряхивают для равномерного смачивания всего порошка.

Содержимое колбы охлаждают при комнатной температуре в течение 1 ч, периодически взбалтывая, после этого фильтруют через фильтрующую воронку.

### 2.2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 2.3. Проведение анализа

В колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят пипеткой 5 см<sup>3</sup> фильтрата, добавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора йода, 3-4 г буры, около 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой, взбалтывают и выдерживают 10 мин при комнатной температуре в темном месте. Затем приливают пипеткой 25 см<sup>3</sup> серной кислоты и снова взбалтывают. Непрореагировавший йод оттитровывают раствором серноватистокислого натрия при добавлении 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, при этом вместо фильтрата берут 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Проводят два рабочих и два контрольных определения.

#### 2.4. Обработка результатов

Массовую долю свободного фенола ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot V_2 \cdot 0,0007835 \cdot 100}{m \cdot V_3},$$

где  $V$  — объем (среднее арифметическое результатов двух определений) раствора серноватистокислого натрия концентрации  $c$  ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем (среднее арифметическое результатов двух определений) раствора серноватистокислого натрия концентрации  $c$  ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем воды, взятый для экстракции порошка, см<sup>3</sup>;

0,0007835 — количество фенола, соответствующее 1 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия концентрации  $c$  ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (0,05 н.);

$m$  — масса навески анализируемого порошка, г;

$V_3$  — объем аликовой части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

Точность метода характеризуется относительным стандартным отклонением, равным 0,02.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *Н. П. Щукина*  
Технический редактор *Э. В. Митяи*  
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 07.05.87 Полн. в печ. 16.09.87 0.75 усл. л. л. 0.75 усл. кр.-отт. 0.49 уч.-изд. л.  
Тираж 4000 Цена 3 коп.

---

Ордена «Знак Почета», Издательство стандартов, 128840, Москва, ГСП,  
Новопресненский пер., д. 3.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2480.