ГОСТ 16704—71

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА

Издание официальное

БЗ 12—2004

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.632'32'21:543.06:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения свободного формальдегида

ГОСТ 16704—71

Phenolformaldehyde resins. Methods for determination of free formaldehyde content

МКС 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 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 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 водоэмульсионные фенолоформальдегидные смолы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения свободного формальдегида должны применяться:

pH-метр — милливольтметр pH-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 $см^3$;

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

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87;

гидрохлорид гидроксиламина по ГОСТ 5456—79, раствор концентрации c ($NH_2OH \cdot HCl$) 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/$дм^3$ (1 н.) или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор концентрации c ($^1/_2\ NH_2(OH)_2 \cdot H_2SO_4$) 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/$дм^3$ (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/дм^3 (0,1 н.);

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации *c* (NaOH) 0,1 моль/дм^3 (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 см^3.

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 водоэмульсионной смолы или лака растворяют в 20 см^3 спирта, после чего добавляют 40 см^3 дистиллированной воды.

Навеску водорастворимой смолы растворяют в 60 см^3 дистиллированной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. При определении содержания свободного формальдегида методом 2 навеску водоэмульсионной смолы или лака растворяют в 20 см^3 спирта, после чего добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с массовой долей 30 % и 35 см^3 дистиллированной воды.

Навеску водорастворимой смолы растворяют в 55 см^3 дистиллированной воды и добавляют 5 см^3 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 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.).

Параллельно ставят контрольный опыт, для чего 60 см^3 дистиллированной воды или 20 см^3 спирта и 40 см^3 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/дм^3 (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/дм^3 (0,1 н.) до скачка потенциала (когда стрелка не вернется в крайнее левое положе-

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/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование по методу 1, или объем раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование по методу 2, см^3;

0,003 — масса формальдегида, соответствующая 1см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) или 1см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (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. Шебаронина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *М.С. Кабашова*
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

gost.e-ecolog.ru