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

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.632'32'21 : 547.562.1.06 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения свободного фенола

Phenolformaldehyde 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 жидкие 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

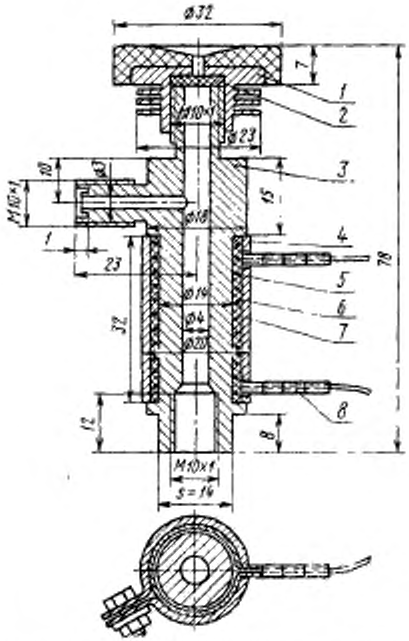
* *Переиздание (сентябрь 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1981 г., декабре 1985 г. (ИУС 7—81, 3—86).*

© Издательство стандартов, 1987

хроматограф газовый с детектором по теплопроводности чувствительностью не менее $1,5 \cdot 10^3$ мВ·см³/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*– слюда; *5*—спиральная обмотка для обогрева; *6*—изолирующий 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;

микрошприц 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, динохром-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 ректификованный 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 децило вый, 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°С, 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°С при постоянном перемешивании. Приготовленную таким образом насадку сушат в сушильном шкафу при 120—130°С 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°С. 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 — децило вый спирт, для остальных — *м*-крезол) в количестве, примерно равном предполагаемому содержанию фенола в смоле или лаке, и растворяют в 1—10 $см^3$ 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, °С . . . 170—180.

Температура испарителя, °С . . . 210—250.

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

Растворители фенолоформальдегидных смол и лаков

Наименования смол	Наименования растворителей
Новолачные	Этиловый спирт по ГОСТ 18300—87 высшего сорта Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.
Твердые резольные:	
фенолоформальдегидные	Диоксан по ГОСТ 10455—75, х. ч.
фенолоанилиноформальдегидные	Диоксан по ГОСТ 10455—75, х. ч. Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.
феноло-крезолоанилиноформальдегидные	Диметилформамид по ГОСТ 20289—74*, х. ч., ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.
Лаки и жидкий бекелит	Этиловый спирт по ГОСТ 18300—87 высшего сорта
Водноэмульсионные 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_i) в мм² вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot M_i,$$

где h_i — высота пика, мм;

b_i — ширина пика на половине высоты, мм;

M_i — масштаб пиков компонентов.

Высоту пика измеряют штангенциркулем, а ширину — измерительной лупой.

Массовую долю фенола (X) в процентах вычисляют по формуле

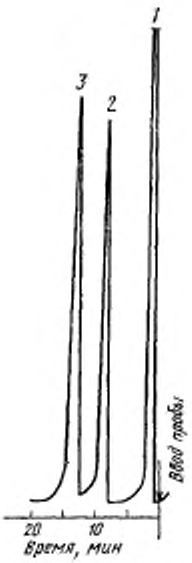
$$X = \frac{S_i \cdot K_i \cdot R \cdot 100}{S_{эт}},$$

где S_i, $S_{эт}$ — площади пиков фенола и внутреннего эталона, мм²;

K_i — калибровочный коэффициент для фенола, определяемый по искусственным смесям;

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

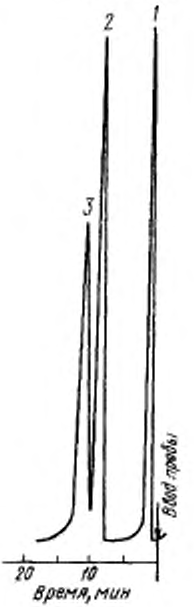
Хроматограмма фенолокрезолоформальдегидных смол



1—растворитель; 2—децило-вый 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 см³;

бюретка по ГОСТ 20292—74, исполнения 2, 2-го класса точности, вместимостью 25 см³, с ценой деления 0,05 см³;

пипетки по ГОСТ 20292—74, исполнения 2, 1-го класса точности, вместимостью 2,5, 10, 25 см³;

воронка 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/дм³ (0,05 н.);

кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации 2 моль/дм³ (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/дм³ (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 см³ и заливают десятикратным количеством дистиллированной воды, нагретой до 90—100°С. 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.

2.1.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.3. Проведение анализа

В колбу вместимостью 250 см³ вносят пипеткой 5 см³ фильтрата, добавляют пипеткой 10 см³ раствора йода, 3—4 г буры, около 100 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой, взбалтывают и выдерживают 10 мин при комнатной температуре в темном месте. Затем приливают пипеткой 25 см³ серной кислоты и снова взбалтывают. Непрореагировавший йод оттитровывают раствором серноватистокислого натрия при добавлении 2 см³ раствора крахмала.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, при этом вместо фильтрата берут 5 см³ 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 ($Na_2S_2O_3$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем (среднее арифметическое результатов двух определений) раствора серноватистокислого натрия концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_2 — объем воды, взятый для экстракции порошка, см³;

0,0007835 — количество фенола, соответствующее 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации c ($Na_2S_2O_3$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.);

m — масса навески анализируемого порошка, г;

V_3 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

Сдано в наб. 07.05.87 Подп. в печ. 16.09.87 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,49 уч.-изд. л. Тираж 4000 Цена 3 коп.

Орден «Знак Почета», Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Калужская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2480.

gost.e-ecolog.ru