МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 16704— 2017

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения содержания свободного формальдегида

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов (АНО «Стандарткомпозит»), АО «Институт пластмасс» и Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» («Союзкомпозит»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмасы, полимерные материалы, методы их испытаний»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 июня 2017 г. № 51)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TG	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 августа 2017 г. № 851-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 16704—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 16704—71

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологи

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Аппаратура, посуда, реактивы 2
4 Подготовка к анализу 2
5 Проведение анализа 3
6 Обработка результатов 3
7 Протокол анализа 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения содержания свободного формальдегида

Phenol-formaldehyde resins. Methods for determination of free formaldehyde content

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на водоэмульсионные и водорастворимые фенолоформальдегидные смолы и бакелитовые лаки и устанавливает следующие методы определения массовой доли 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.

Для смол, содержащих ацетон, настоящим методом определяют суммарную массовую долю формальдегида и ацетона.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7298—79 Реактивы. Гидроксиламин сернокислый. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Аппаратура, посуда, реактивы

3.1 pH-метр-милливольтметр pH-340 или другого аналогичного типа со стеклянным и проточным хлорсеребряным электродами для определения массовой доли свободного формальдегида методом 1 или с платиновым и проточным хлорсеребряным электродами для определения массовой доли свободного формальдегида методом 2.

3.2 Весы лабораторные, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до четвертого десятичного знака.

3.3 Мешалка магнитная любого типа.

3.4 Бюретка вместимостью 2 $см^3$ с ценой деления 0,01 $см^3$ по ГОСТ 29251.

3.5 Пипетки вместимостью 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29169.

3.6 Стаканы вместимостью 150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

3.7 Цилиндр вместимостью 100 $см^3$; по ГОСТ 1770.

3.8 Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

3.9 Спирт этиловый ректификованный технический по нормативному документу или технической документации.

3.10 Гидрохлорид гидроксиламина по ГОСТ 5456, водные растворы концентрации c ($NH_2OH \cdot HCl$)= = 0,1 моль/$дм^3$ и концентрации c ($NH_2OH \cdot HCl$) = 1 моль/$дм^3$ или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298; водные растворы концентрации c ($^1/_2\ NH_2(OH)_2 \cdot H_2SO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ и концентрации c ($^1/_2\ NH_2(OH)_2 \cdot H_2SO_4$) = 1 моль/$дм^3$.

3.11 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

3.12 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ и раствор с массовой долей 30 %, приготовленный по ГОСТ 4517.

3.13 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор с массовой долей 30 %.

3.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4 Подготовка к анализу

4.1 Подготовку pH-метра к анализу проводят по инструкции к прибору.

4.2 В стакане взвешивают пробу испытуемой смолы или бакелитового лака, масса которой выбрана в соответствии с таблицей 1, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Таблица 1

Ожидаемая массовая доля свободного формальдегида, %	Масса пробы, г
До 0,5	2,0
Св. 0,5 до 1,0 включ.	1,0
Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,5
Св. 2,0 до 5,0 включ.	0,3

4.3 При определении массовой доли свободного формальдегида методом 1 пробу водоэмульсионной смолы или бакелитового лака растворяют в 20 $см^3$ этилового спирта, а затем добавляют 40 $см^3$ дистиллированной воды.

Пробу водорастворимой смолы растворяют в 60 $см^3$ дистиллированной воды.

4.4 При определении массовой доли свободного формальдегида методом 2 пробу водоэмульсионной смолы или бакелитового лака растворяют в 20 см^3 этилового спирта, а затем добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с массовой долей 30 % и 35 см^3 дистиллированной воды.

Пробу водорастворимой смолы растворяют в 55 см^3 дистиллированной воды и добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия с массовой долей 30 %.

5 Проведение анализа

5.1 Определение массовой доли свободного формальдегида методом 1 проводят, используя pH-метр со стеклянным и проточным хлорсеребряным электродами.

5.1.1 Стакан с раствором смолы или лака устанавливают на магнитную мешалку, электроды приблизительно наполовину погружают в раствор и при непрерывном перемешивании доводят pH раствора до 3,5, затем добавляют пипеткой 10 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 1 моль/дм^3.

5.1.2 Одновременно проводят контрольный опыт: pH растворителя пробы (смесь 20 см^3 этилового спирта и 40 см^3 дистиллированной воды или 60 см^3 дистиллированной воды) доводят до 3,5, затем пипеткой добавляют к растворителям 10 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 1 моль/дм^3 и через 10 мин измеряют pH полученной контрольной пробы.

5.1.3 Титруют пробу испытуемой смолы или лака раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 до получения значения pH контрольной пробы.

5.2 Определение массовой доли свободного формальдегида методом 2 проводят, используя pH-метр с платиновым и проточным хлорсеребряным электродами.

Стакан с раствором смолы или лака устанавливают на магнитную мешалку, электроды приблизительно наполовину погружают в раствор, бюретку с раствором гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина располагают так, чтобы ее конец был приблизительно на 10 мм выше уровня раствора в стакане.

Записывают начальные показания бюретки и потенциометра.

Раствор гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина прибавляют медленно при непрерывном перемешивании, ожидая установления потенциала раствора после каждого прибавления.

Вблизи точки эквивалентности титрант прибавляют по каплям, а потенциал измеряют через 20—30 с.

Точку эквивалентности определяют по максимальному скачку потенциала.

6 Обработка результатов

6.1 Массовую долю свободного формальдегида в смоле или лаке X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}003}{m} 100, \qquad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование по методу 1, или объем раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм^3 , израсходованный на титрование по методу 2, см^3;

0,003 — масса формальдегида, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 или 1 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса пробы испытуемой смолы или лака, г.

6.2 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, абсолютные допускаемые расхождения между которыми не превышают значений предела повторяемости, указанных в таблице 2.

Среднеквадратическое отклонение результата испытания при доверительной вероятности P = = 0,95 указано в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля свободного формальдегида, %	Предел повторяемости, %	Среднеквадратическое отклонение при $P = 0,95$
До 0,5	0,02	0,005
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,05	0,012
Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,10	0,025
Св. 2,0	0,20	0,051

7 Протокол анализа

Протокол испытания должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт и используемый метод испытания;
- наименование испытуемого продукта, обозначение нормативного документа или технической документации;
- результат испытания;
- дату проведения испытания.

УДК 678.017:006.354 МКС 83.080.10

Ключевые слова: смолы фенолоформальдегидные, метод, содержание свободного формальдегида

БЗ 5—2017/73

Редактор *Е.В. Таланцева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.07.2017. Подписано в печать 16.08.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 22 экз. Зак. 1464.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru