МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 11235— 2017 (ISO 119: 1977, ISO 8974: 2002)

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения свободного фенола

**(ISO 119:1977, Plastics — Phenol-formaldehyde mouldings — Determination of free phenols — Iodometric method, MOD)
(ISO 8974:2002, Plastics — Phenolic resins — Determination of residual phenol content by gas chromatography, MOD)**

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

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» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» и Акционерного общества «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» на основе собственного перевода на русский язык англоязычных версий стандартов, указанных в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52—2017)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2017 г. № 1942-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11235—2017 (ISO 119:1977, ISO 8974:2002) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2018 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международным стандартам ISO 119:1977 «Пластмассы. Фенолоформальдегидные формовочные материалы. Определение содержания свободных фенолов. Йодометрический метод» («Plastics — Phenol-formaldehyde mouldings — Determination of free phenols — Iodometric method», MOD) и ISO 8974:2002 «Пластмассы. Фенольные смолы. Определение содержания остаточного фенола методом газовой хроматографии» («Plastics — Phenolic resins — Determination of residual phenol content by gas chromatography», MOD).

Дополнительные фразы, слова, показатели и их значения, включенные в текст настоящего стандарта, выделены курсивом.

Ссылки на международные стандарты, которые не приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененных в нем международных стандартов приведено в приложении ДА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДБ

6 ВЗАМЕН ГОСТ 11235—75

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

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 метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Метод определения свободного фенола в жидких и твердых фенолоформальдегидных смолах и лаках с помощью газовой хроматографии 2
6 Метод определения свободного фенола в фенолоформальдегидных изделиях 5
7 Протокол испытания 6
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененных в нем международных стандартов 7
Приложение ДБ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

Методы определения свободного фенола

Phenolformaldehyde resins. Methods for determination of free phenol

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жидкие и твердые фенолоформальдегидные смолы, лаки и изделия из них и устанавливает методы определения содержания свободного фенола: в жидких и твердых фенолоформальдегидных смолах и лаках — методом газовой хроматографии; в изделиях — водной экстракцией.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 166—89 Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10455—80 Реактивы. 1,4-Диоксан. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 20289—74 Реактивы. Диметилформамид. Технические условия

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

ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **внутренний эталон:** Эталонный материал, добавленный в известных количествах к анализируемому раствору в целях определения коэффициента реакции на фенол.

3.2 **соотношение масс:** Отношение массы фенола к массе внутреннего эталона в анализируемом растворе.

3.3 **коэффициент площади пика:** Отношение площади пика фенола к площади пика внутреннего эталона.

Примечание — На хроматограмме площадь пика фенола представляет собой область между пиком фенола и начальной линией. Площадь пика внутреннего эталона представляет собой область между пиком внутреннего эталона и начальной линией.

3.4 **коэффициент реакции:** Реакция на фенол в сравнении с реакцией на внутренний эталон:

$$K = \frac{\text{Соотношение масс}}{\text{Коэффициент площади пика}}.$$

3.5 **время удерживания:** Время между вводом раствора достижения вершины предполагаемого симметричного пика.

4 Сущность метода

4.1 Метод определения свободного фенола в *жидких и твердых фенолоформальдегидных смолах и лаках* заключается в растворении анализируемой пробы в соответствующем растворителе и определении содержания фенола методом газовой хроматографии.

4.2 Метод определения свободного фенола в изделиях заключается в экстракции свободного фенола из измельченного образца горячей водой и определении фенола йодометрическим методом.

5 Метод определения свободного фенола в жидких и твердых фенолоформальдегидных смолах и лаках с помощью газовой хроматографии

5.1 Реактивы

5.1.1 Газ-носитель: азот технический по ГОСТ 9293 или гелий по нормативному или техническому документу.

5.1.2 Газ-детектор: водород технический по ГОСТ 3022 или водород от генератора водорода.

5.1.3 Воздух сжатый по ГОСТ 17433. Допускается использовать воздушный компрессор любого типа, обеспечивающий необходимое давление и чистоту воздуха в соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа.

5.1.4 Внутренний эталон

5.1.4.1 Спирт дециловый, ч.

5.1.4.2 *м*-крезол, ч.

5.1.5 Растворители в соответствии с таблицей 1

5.1.5.1 Спирт этиловый по нормативному или техническому документу.

5.1.5.2 1-пропанол хроматографически чистый.

5.1.5.3 Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

5.1.5.4 Диоксан по ГОСТ 10455, х. ч.

5.1.5.5 Диметилформамид по ГОСТ 20289, х. ч.

5.1.5.6 Бутанол-1 по ГОСТ 6006.

Примечания

1 Используемые растворители должны полностью растворять внутренний эталон и образец смолы.

2 Время выхода пиков растворителя и определяемых компонентов смолы на хроматограмме не должны совпадать.

5.2 Средства измерений, аппаратура, посуда

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

5.2.2 Штангенциркуль по ГОСТ 166.

5.2.3 Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706.

5.2.4 Хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором чувствительностью $2 \cdot 10^7$ мВ·с/мг.

5.2.5 Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали, длиной от 1,8 до 3 м, с внутренним диаметром 3 мм.

5.2.6 Регистрирующее устройство, например самопишущий регистратор, интегратор, компьютеризированная система сбора данных.

5.2.7 Микрошприц, с помощью которого можно вводить от 0,5 до 1 мкл.

5.2.8 Пипетки вместимостью 2, 5, 10 и 25 $см^3$ по *ГОСТ 29169.*

5.2.9 Стакан вместимостью 50 или 100 $см^3$ по *ГОСТ 25336.*

5.3 Проведение испытания

5.3.1 Подготовка к анализу

5.3.1.1 Подготовку колонки хроматографа и заполнение ее насадкой, а также вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией к прибору.

Устройство для ввода проб (испаритель), предварительно промытое ацетоном, заполняют стекловатой или стекловолокном, которые заменяют после анализа 10—20 проб, а испаритель прочищают стальной проволокой или просверливают. Для облегчения чистки допускается установка в испаритель съемной металлической трубки, в верхней части которой сделаны отверстия для подачи газа-носителя.

5.3.1.2 Приготовление проб для анализа

От 1 до 10 г анализируемого продукта взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака, добавляют внутренний эталон (для фенолокрезолоформальдегидных смол — децило вый спирт, для остальных — μ-крезол) в количестве, примерно равном предполагаемому содержанию фенола в смоле или лаке, добавляют в смесь от 1 до 10 $см^3$ растворителя и растворяют смесь.

Применяемые растворители в зависимости от анализируемого продукта приведены в таблице 1.

Дополнительные требования к подготовке проб при необходимости указывают в нормативном документе или технической документации на конкретный продукт.

Таблица 1

Наименование анализируемого продукта	Наименование растворителя
Смолы	
Новолачные	Этиловый спирт Ацетон
Твердые резольные:	
фенолоформальдегидные	Диоксан
фенолоанилиноформальдегидные	Диоксан Ацетон
фенолокрезолоанилиноформальдегидные	Диметилформамид Ацетон
Водоэмульсионные и водорастворимые	Этиловый спирт 1-пропанол Диоксан Ацетон 1-бутанол
Лаки и жидкий бакелит	Этиловый спирт

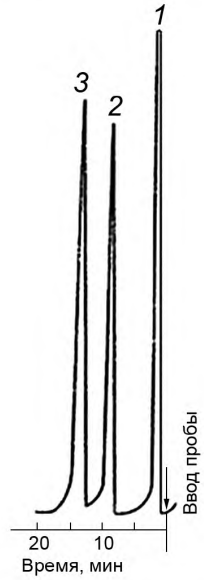
5.3.2 Проведение анализа

Полученную пробу отбирают микрошприцем, вводят в хроматограф и записывают хроматограмму в соответствии с инструкцией к хроматографу при следующих условиях:

- температура термостата колонок, 170—180 °С;
- температура испарителя, 210—250 °С;

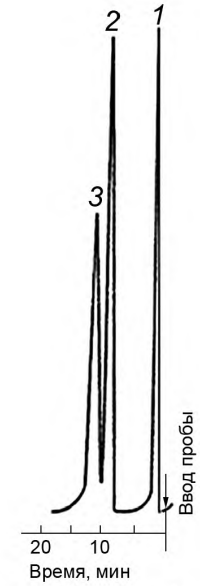
- температура детектора, 200 °С;
- скорость потока газа-носителя (азота), 30 см^3/мин;
- скорость потока воздуха, 300 см^3/мин;
- скорость потока водорода, 30 см^3/мин;
- время выхода всех компонентов, 10—20 мин;
- скорость движения диаграммной ленты, 120—240 мм/час;
- объем вводимой пробы, от 0,2 до 3,0 мкл.

Порядок выхода компонентов приведен на рисунках 1 и 2.



1 — растворитель, *2* — децило вый спирт, *3* — фенол

Рисунок 1 — Хроматограмма фенолокрезолоформальдегидных смол



1 — растворитель, *2* — фенол, *3* — крезол

Рисунок 2 — Хроматограмма фенолоформальдегидных смол и лаков

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение входящих в комплект хроматографа персонального компьютера или интегратора в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

5.4.2 В случае отсутствия указанных выше устройств площадь каждого пика S_i, мм^2, вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot M_i, \quad (1)$$

где h_i — высота пика, мм;
b_i — ширина пика на половине высоты;
M_i — масштаб пиков компонентов.

Высоту пиков измеряют штангенциркулем, а ширину — измерительной лупой.

5.4.2.1 Массовую долю фенола X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{S_i \cdot K_i \cdot R}{S_{эт}} 100, \quad (2)$$

где S_i — площадь пика фенола, мм^2;
K_i — калибровочный коэффициент для фенола, определяемый по искусственным смесям;
R — отношение массы внутреннего эталона к массе анализируемой пробы;
$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мм^2.

6 Метод определения свободного фенола в фенолоформальдегидных изделиях

6.1 Реактивы

6.1.1 Натрий тетраборнокислый десятиводный (бура) по *ГОСТ 4199*.

6.1.2 Серная кислота по ГОСТ 4204, раствор концентрации 2 моль/дм^3.

6.1.3 Йод по *ГОСТ 4159*, раствор концентрации 0,05 моль/дм^3.

6.1.4 Тиосульфат натрия *по нормативному документу или технической документации*, раствор концентрации 0,05 моль/дм^3.

6.1.5 Крахмал растворимый по *ГОСТ 10163*, раствор с массовой долей 1 %, *приготовленный по ГОСТ 4517.*

6.1.6 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.2 Аппаратура, средства измерений, посуда

6.2.1 Устройство любое для измельчения формованных изделий в порошок.

6.2.2 Сито с сеткой 025 К по *ГОСТ 6613.*

6.2.3 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до второго десятичного знака.

6.2.4 Колбы конические вместимостью 250 см^3 по *ГОСТ 25336.*

6.2.5 Воронка ВФ-1-32ПОР 100 по *ГОСТ 25336*.

6.2.6 Пипетки вместимостью 5 и 10 см^3 *по ГОСТ 29169.*

6.2.7 Бюретка вместимостью 25 см^3 *с ценой деления 0,05 см^3* по *ГОСТ* 29251.

6.2.8 Цилиндр вместимостью 100 см^3, исполнение 1 по ГОСТ 1770.

6.3 Подготовка к анализу

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

Взвешивают от 5 до 10 г полученного порошка, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака. Порошок помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и заливают десятикратным количеством по массе дистиллированной воды, нагретой до температуры от 90 до 100 °С. Колбу закрывают пробкой и встряхивают для равномерного смачивания порошка.

Содержимое колбы в течение 1 ч охлаждают при температуре окружающей среды, периодически взбалтывая, а затем фильтруют через воронку.

6.4 Проведение анализа

В колбу вместимостью 250 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 фильтрата, добавляют пипеткой 10 см^3 раствора йода, от 3 до 4 г буры и *цилиндром добавляют* около 100 см^3 дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой, взбалтывают содержимое и выдерживают колбу в течение 10 мин при температуре окружающей среды в темном месте. Затем пипеткой добавляют в колбу 25 см^3 серной кислоты и снова взбалтывают. Йод, не вступивший в реакцию, титруют раствором серноватистокислого натрия, предварительно добавив 2 см^3 раствора крахмала.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях, при этом вместо фильтрата используют 5 см^3 дистиллированной воды.

Проводят два рабочих и два контрольных определения.

Вычисляют среднеарифметические значения объемов серноватистокислого натрия, израсходованного на титрование в рабочих опытах (V_1) и контрольных опытах (V), эти значения используют при вычислении результата анализа.

6.5 Обработка результатов

Массовую долю свободного фенола X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot V_2 \cdot 0{,}0007835 \cdot 100}{m \cdot V_3}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора серноватистокислого натрия (см. 6.1.4), израсходованного на титрование в контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия (см. 6.1.4), израсходованного на титрование анализируемой пробы, $см^3$;

V_2 — объем воды, взятый для экстракции порошка, $см^3$;

0,0007835 — масса фенола, соответствующая 1 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия концентрации 0,05 моль/$дм^3$ (см. 6.1.4), г;

m — масса пробы порошка, взятой для определения, г;

V_3 — объем аликвоты раствора, взятый для определения, $см^3$.

7 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- всю информацию, необходимую для полной идентификации испытуемого материала;
- условия проведения анализа (см. 5.3.2) или метод измельчения образца в порошок (см. 6.3);
- результат испытания, %, вычисленный в соответствии с 6.5;
- дату проведения испытания;
- все операции, не указанные в настоящем стандарте, а также сведения о любых отклонениях, которые могут повлиять на результат.

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененных в нем международных стандартов

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта		Структура международного стандарта ISO 8974:2002	Структура международного стандарта ISO 119:1977
Разделы	Подразделы	Разделы	Разделы
1		1	1
2		2	2
		3	3
4		4	—
5	5.1	5	
	5.2	6	
	5.3	7	
	5.4	8	
6	6.1		4
	6.2		5
	6.3		6
	6.4		7
	6.5		8
7			9
Приложение ДА		—	—
Приложение ДБ		—	—

Приложение ДБ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДБ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 29251—91	NEQ	ISO 385-1:1984 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования» ISO 385-2:1984 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания»
ГОСТ 6613—86	NEQ	ISO 565:90 «Сита контрольные. Проволочная ткань, перфорированные пластины и листы, изготовленные гальваническим методом. Номинальные размеры отверстий»
ГОСТ 29169—91	NEQ	ISO 648:2008 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»
ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80)	NEQ	ISO 1042:1998 «Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой»
ГОСТ 25336—82	NEQ	ISO 4787:2010 «Посуда лабораторная стеклянная. Объемные приборы. Методы испытаний вместимости и применения»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 678.5:632'32'21:006.354 МКС 83.080.10 MOD

Ключевые слова: фенолоформальдегидные смолы, бакелитовые лаки, свободный фенол, газовая хроматография, формованные изделия, йодометрический метод

БЗ 12—2017/95

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *И.В. Белюсенко*

Сдано в набор 14.12.2017. Подписано в печать 16.01.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 23 экз. Зак. 2694.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru