УДК 667.621.63.001.4

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ СМОЛЫ ЛАКОВЫЕ Методы определения содержания свободного формальдегида	СТ СЭВ 4244—83 Взамен РС 4328—73 Группа Л29

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на аминоформальдегидные смолы и устанавливает методы определения свободного формальдегида:

Метод А — для аминоформальдегидных прозрачных или слегка мутных смол;

Метод Б — для нерастворимых в воде аминоформальдегидных смол с низким содержанием формальдегида.

1. МЕТОД А

1.1. Сущность метода

Метод заключается во взаимодействии свободного формальдегида, содержащегося в смоле с нейтральным раствором сернистокислого натрия, и титровании образовавшейся гидроокиси натрия раствором серной кислоты с использованием тимолфталеина в качестве индикатора.

1.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения испытания применяют:

1) pH-метр;

2) колбы конические с притертой пробкой вместимостью 250 cm^3;

3) пипетку вместимостью 25 cm^3;

4) бюретку автоматическую вместимостью 50 cm^3 с ценой деления шкалы 0,1 cm^3;

5) весы с погрешностью взвешивания не более 0,0002 g;

6) кислоту серную, ч.д.а., раствор концентрации $c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right) = 0{,}1$ mol/dm^3;

7) натрия гидроокись, ч.д.а., раствор концентрации c (NaOH) = 0,1 mol/dm^3;

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Дрезден, декабрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

8) сернистокислый натрий, ч. д. а., раствор концентрации 130 g/dm³;
готовят следующим образом: растворяют 130 g сернистокислого натрия или 250 g сернистокислого натрия кристаллического ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$) в дистиллированной воде и разбавляют до 1000 cm³. Раствор готовят непосредственно перед использованием;

9) спирт *н*-бутиловый, ч.д.а.;

10) тимолфталеин, спиртовой раствор концентрации 1 g/dm³.

1.3. Проведение испытания

Испытуемую пробу массой (2±0,2) g взвешивают с погрешностью не более 0,0002 g в конической колбе, приливают 10 cm³ *н*-бутилового спирта, прибавляют 1 или 3 капли раствора индикатора и титруют потенциометрическим методом до pH 9,4. Для прозрачных смол допускается титровать раствором гидроокиси натрия до образования голубой окраски. Затем в колбу с помощью пипетки прибавляют 25 cm³ раствора сернистокислого натрия, заранее нейтрализованного раствором серной кислоты с использованием тимолфталеина. Содержимое колбы перемешивают в течение 2 min и титруют сразу раствором серной кислоты до обесцвечивания раствора.

1.4. Обработка результатов

Содержание свободного формальдегида (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0{,}003003 \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем раствора серной кислоты концентрации 0,1 mol/dm³ (точно), израсходованный на титрование испытуемой пробы, cm³;

0,003003 — количество формальдегида, соответствующее 1 cm³ раствора серной кислоты концентрации 0,1 mol/dm³ (точно), g/cm³;

m — масса испытуемой пробы, g.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результат округляют до второго десятичного знака.

Расхождения результатов не должны превышать:

0,1 % — для двух параллельных определений и

0,15 % — для определений в разных лабораториях.

1.5. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

1) наименование, вид, обозначение испытуемого материала;

2) применяемый метод определения;

3) результаты испытания (отдельные и среднее арифметическое значения);

4) обозначение настоящего стандарта СЭВ;
5) дату испытания.

2. МЕТОД Б

2.1. Сущность метода

Метод заключается во взаимодействии свободного формальдегида, содержащегося в смоле, с раствором сернистокислого натрия с образованием формальдегид—водородсульфитного соединения и гидроокиси натрия, и в двойном титровании сернистокислого натрия с помощью раствора йода, при этом на первом этапе титруют излишек сернистокислого натрия, а на втором — сернистокислый натрий, образовавшийся при разложении.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения испытания применяют:

1) колбы конические с притертой пробкой вместимостью 250 cm^3;

2) пипетки вместимостью 25 и 50 cm^3;

3) пипетку вместимостью 5 cm^3 с ценой деления шкалы 0,1 cm^3;

4) бюретку автоматическую вместимостью 10 или 50 cm^3 с ценой деления шкалы 0,02 или 0,1 cm^3 соответственно;

5) баню ледяную;

6) весы с погрешностью взвешивания не более 0,0002 g;

7) натрий сернистокислый, ч.д.а., раствор концентрации $c\ (Na_2SO_3) = 0{,}1\ mol/dm^3$;

8) натрий углекислый, ч.д.а., раствор концентрации $c\ (Na_2CO_3) = 1\ mol/dm^3$;

9) йод, ч.д.а., раствор концентрации $c\ (\frac{1}{2}J_2) = 0{,}1\ mol/dm^3$;

10) кислоту соляную, ч.д.а., раствор концентрации $c\ (HCl) = 0{,}3\ mol/dm^3$;

11) кислоту уксусную, ч.д.а., раствор концентрации $c\ (CH_3COOH) = 1\ mol/dm^3$;

12) крахмал, раствор концентрации 10 g/dm^3;

13) четыреххлористый хлороформ или углерод, ч.д.а.;

14) тимолфталеин, спиртовой раствор концентрации 1 g/dm^3.

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Объем растворителя должен составлять:

25 cm^3 — при массе пробы от 0,1 до 5,0 g;

50 cm^3 — при массе пробы 5,0 g и выше.

2.3.2. Пробу испытуемой смолы взвешивают в колбе и добавляют органический растворитель и 25 cm^3 дистиллированной воды, охлажденной в ледяной бане. Колбу встряхивают в течение 5—10 min и оставляют для отстаивания и разделения слоев. Затем в колбу добавляют от 2 до 3 cm^3 раствора сернистокислого

натрия и несколько капель раствора тимолфталеина. Непосредственно после этого по каплям добавляют соляную кислоту до получения pH 8,5 (изменение окраски тимолфталеина). Раствор оставляют в ледяной бане на 7—8 min, после чего добавляют 5 cm^3 уксусной кислоты для получения pH 4,5 и несколько капель раствора крахмала. Излишек сернистокислого натрия титруют раствором йода Формальдегид-водородсульфитное соединение разлагается с помощью 25 cm^3 углекислого натрия, после чего голубая окраска тимолфталеина восстанавливается. Свободный сернистокислый натрий титруют раствором йода. Во время титрования окрашивается только водный слой. Незначительная окраска слоя органического растворителя не оказывает влияния на результат определения.

Проводят контрольный опыт с добавкой только органического растворителя, результат которого вычитают из результата испытания пробы.

24. Обработка результатов

Содержание свободного формальдегида (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}0015013 \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора йода концентрации 0,1 mol/dm^3 (точно), израсходованный для вторичного титрования испытуемой пробы, cm^3;

V_1 — объем раствора йода концентрации 0,1 mol/dm^3 (точно), израсходованный для вторичного титрования в контрольном опыте, cm^3;

0,0015013 — количество формальдегида, соответствующее 1 cm^3 раствора йода концентрации 0,1 mol/dm^3 (точно), g/cm^3;

m — масса испытуемой пробы, g.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Результат округляют до третьего десятичного знака.

Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание свободного формальдегида, %	Расхождения, %	
	для двух параллельных определений	для определений в разных лабораториях
До 0,1	0,003	0,005
Св 0,1	0,03	0,05

2.5. Протокол испытания

Протокол испытания — по п. 1.5.

Конец

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация ЧССР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области химической промышленности.
2. Тема — 14.630 21—81.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 54-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны — члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ	Июль 1985 г.	Январь 1986 г.
ВНР	Январь 1986 г.	Январь 1986 г.
СРВ		
ГДР	—	—
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1986 г.	Январь 1986 г.
СРР	—	—
СССР	Январь 1986 г.	—
ЧССР	Январь 1986 г.	Январь 1986 г.

5. Срок проверки — 1989 г.
6. Использованные международные документы по стандартизации: стандарт ИСО 4614—77.

Сдано в наб. 27.03.84 Подп. в печ. 14.06.84 0,375 п. л. 0,375 усл. кр.-отт. 0,32 уч.-изд. л.
Тир. 860 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1028

gost.e-ecolog.ru