

**СМОЛЫ  
ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА**

Издание официальное

БЗ 12—2004



Москва  
Стандартинформ  
2006

## СМОЛЫ ФЕНОЛОФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

## Методы определения свободного формальдегида

Phenolformaldehyde resins. Methods for determination  
of free formaldehyde contentГОСТ  
16704—71МКС 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:  
рН-метр — милливольтметр рН-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<sup>3</sup>;  
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<sub>2</sub>OH · HCl) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) или гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор концентрации  $c$  (1/2 NH<sub>2</sub> (OH)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (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).

© Стандартиформ, 2006

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.);  
 натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c$  (NaOH) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (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 рН-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<sup>3</sup>.

Т а б л и ц а 1

| Предполагаемая массовая доля<br>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<sup>3</sup> спирта, после чего добавляют 40 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Навеску водорастворимой смолы растворяют в 60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

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

Навеску водорастворимой смолы растворяют в 55 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и добавляют 5 см<sup>3</sup> 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 рН-метре со стеклянным и проточным хлорсеребряным электродами, для этого в стакан с раствором смолы или лака погружают электроды рН-метра и при непрерывном перемешивании нейтрализуют содержимое до рН, равного 3,5, после чего добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.).

Параллельно ставят контрольный опыт, для чего 60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды или 20 см<sup>3</sup> спирта и 40 см<sup>3</sup> дистиллированной воды (в зависимости от растворителя навески) нейтрализуют до рН, равного 3,5, и добавляют гидроксиламин гидрохлорид или сернокислый гидроксиламин. Через 10 мин измеряют рН контрольной пробы и титруют основную пробу раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) до значения рН контрольной пробы.

3.2. Определение свободного формальдегида методом 2 проводят на рН-метре — милливольтметре рН-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 рН-метра и при перемешивании титруют раствором гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) до скачка потенциала (когда стрелка не вернется в крайнее левое положение).

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

0,003 — масса формальдегида, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) или 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина гидрохлорида или сернокислого гидроксиламина концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (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.

Т а б л и ц а 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. Кабацова*  
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