



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

**С М О Л Ы**  
**ФЕНОЛО-ФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ**  
**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОГО ФОРМАЛЬДЕГИДА**  
**ГОСТ 16704—71**

**Москва**

## СМОЛЫ ФЕНОЛО-ФОРМАЛЬДЕГИДНЫЕ

## Методы определения свободного формальдегида

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

ГОСТ  
16704—71\*

ОКСТУ 2209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 18 февраля 1971 г. № 275 срок введения установлен

с 01.07.71

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 11.12.85 № 3891 срок действия продлен

до 01.01.97

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на вододispersионные и водорастворимые феноло-формальдегидные 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 воднодисpersионные фенолоформальдегидные смолы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, № 2).

## 1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения свободного формальдегида должны применяться:

\* Переиздание (март 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1975 г., декабре 1980 г., декабре 1985 г. (ИУС 3—75, 3—81, 3—86)

pH-метр — милливольтметр pH-340 или другого аналогичного типа;

мешалка магнитная типа MM-2 или другого типа;

бюретка 6—2—2 по ГОСТ 20292—74;

пинетки 2—1—5 и 2—1—10 по ГОСТ 20292—74;

стаканы В-1—150 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—72;

гидрохлорид гидроксилamina по ГОСТ 5456—79, раствор концентрации  $c$  ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) или гидроксилamin сернокислый по ГОСТ 7298—79, раствор концентрации  $c$  ( $1/2 \text{NH}_2(\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) и раствор концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.);

кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.);

натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c$  ( $\text{NaOH}$ ) 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) и раствор с массовой долей 30%;

калия гидроксид 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 pH-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>.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля 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 водоземulsionной 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 мл дистиллированной воды.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.4. При определении содержания свободного формальдегида методом 2 навеску водоземulsionной 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). 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 гидроксилamina гидрохлорида или сернокислого гидроксилamina 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 гидроксилamina гидрохлорида или сернокислого гидроксилamina концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.), г;

$m$  — масса навески смолы, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и средние квадратические отклонения при доверительной вероятности  $P=0,95$  указаны в табл. 2.

Таблица 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

4.1. 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).