

酚醛模塑制品中游离酚
的测定 碘量法

UDC 678.632.067
: 678.012

GB 7130—86

Determination of free phenols in phenol-
formaldehyde mouldings—Iodometric method

本标准等效采用国际标准ISO 119—1977《酚醛模塑制品中游离酚的测定——碘量法》。

1 适用范围

本标准规定了半定量测定酚醛模塑制品中游离酚量的碘量法。

注：本标准不提供游离酚的绝对量的测定。

模塑制品中游离酚量主要受固化度影响。当必须考虑由于与模塑制品接触而引起食品或其他物料污染时，测定游离酚量也是有意义的。

2 原理

用热水从粉末试样中提取游离酚。提取液在四硼酸钠存在下用碘溶液碘化。酸化，然后立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的碘，用淀粉溶液作指示剂。假定六个碘原子同每一分子苯酚反应，计算结果。

3 试剂

在分析中只用公认的分析纯试剂、蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 四硼酸钠，十水合物 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)。

3.2 硫酸，2 N溶液。

3.3 碘，约0.05 N溶液。

在约40 ml的500 g/L碘化钾溶液中溶解6.35 g碘，用水稀释到1000 ml。

3.4 硫代硫酸钠，0.05 N标准滴定溶液。

3.5 淀粉，约2.5 g/L溶液。

4 仪器

普通实验室仪器和下述设备。

4.1 将模塑制品制成粉末的设备。

4.2 筛子，孔径 $250\mu\text{m}$ ¹⁾。

4.3 天平，准确到0.01 g。

4.4 具塞磨口玻璃烧瓶，容量250 ml。

4.5 具塞磨口玻璃碘量瓶，容量250 ml。

4.6 烧结玻璃坩埚，或带微孔大小为 $40 \sim 90\mu\text{m}$ 烧结板的过滤漏斗。也可以使用带硬化的中速滤纸

采用说明：

1) ISO 565规定了筛子孔径为 $250\mu\text{m}$ ，现改为国产的65目筛子，其孔径为 $250\mu\text{m}$ 。

的过滤漏斗。

4.7 移液管，容量为5和10ml。

4.8 滴定管，容量为25ml。

5 试样的制备

用锉、铣、磨、车或钻的方法将有充分代表性的模塑制品制成粉末，务必不要使物料过热。用筛子（4.2）过筛得到粉末，把筛下的部分保持在塞紧的烧瓶中待用。

用水提取（见6.3条）应在模塑制品磨碎后一小时内开始。

注：制成粉末的方法能影响试验结果。在有争议的情况下或者为了仲裁，制成粉末的方法应由有关双方之间商定。

6 步骤

6.1 试样

称取过筛的粉末（见第5章） $5 \pm 0.1\text{g}$ ，准确到0.01g。

6.2 空白试验

用5ml水代替5ml水提取液（6.3），按6.4条所述的方法进行空白试验。

6.3 制备试验溶液

将试样（6.1）放入烧瓶（4.4）中并加入10倍于试样重量的水，水温为 $90 \sim 100^\circ\text{C}$ 。烧瓶加塞并摇动，以便充分润湿粉末。在室温下冷却1h并不时摇动。然后用无负压的过滤漏斗或烧结玻璃坩埚（4.6）过滤烧瓶内的物料。

6.4 测定

用移液管（4.7）将相当于0.5g粉末的5ml滤过的提取液转移到碘量瓶（4.5）中。加入10ml碘溶液（3.3）和3~4g四硼酸钠（3.1），用水稀释到约100ml。立即塞住碘瓶。让混合物放置10min。然后加入20~30ml硫酸溶液（3.2）。

立即用硫代硫酸钠溶液（3.4）滴定游离碘，接近终点时加入2ml淀粉溶液（3.5）作为指示剂，继续滴定到淀粉/碘蓝色消失。在滴定终点时可能呈现出由模塑制品引起的残余淡色。

7 结果的表示

游离酚的含量由下式得出，表示为苯酚（ $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ ）的质量百分数。

$$\text{游离酚含量} = \frac{(V_1 - V_2) \times T \times 0.0157 \times 100}{0.5} = \frac{(V_1 - V_2) \times T \times 1.57}{0.5}$$

式中： V_1 ——空白试验（6.2）中所用的硫代硫酸钠溶液（3.4）的体积，ml；

V_2 ——测定（6.4）中所用的硫代硫酸钠溶液（3.4）的体积，ml；

T ——硫代硫酸钠溶液（3.4）的当量浓度；

0.0157 ——相当于1ml刚好为1N的硫代硫酸钠的苯酚重量，g；

0.5 ——相当于5ml滤过的提取液（6.4）的粉末样品的重量，g。

如果 $T = 0.05\text{N}$ ，则计算游离酚含量的公式简化成：

$$\text{游离酚含量} = 0.157 (V_1 - V_2)$$

8 试验报告

试验报告应包括以下几项：

a. 注明按照本国家标准；

b. 被鉴别试样所需的完整细节；

- c. 将模塑制品制成粉末所用的方法;
 - d. 游离酚量;
 - e. 试验日期。
-

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出, 由全国塑料标准化技术委员会化学方法分会归口。

本标准由上海塑料厂负责起草。

本标准主要起草人汪兆樑。

www.bzxz.net

免费标准下载网