



中华人民共和国国家标准

GB/T 5543—2006
代替 GB/T 5543—1985 GB/T 5544—1985 GB/T 5545—1985

树脂整理剂 总甲醛含量、游离甲醛含量 和羟甲基甲醛含量的测定

Resin finishing agent—Determination of total formaldehyde content, free
formaldehyde content and methylol formadehyde content

2006-01-23 发布

2006-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5543—1985《树脂整理剂中总甲醛含量的测定方法》、GB/T 5544—1985《树脂整理剂中游离甲醛含量的测定方法》、GB/T 5545—1985《树脂整理剂中羟甲基甲醛含量的测定方法》。

本标准与 GB/T 5543—1985、GB/T 5544—1985、GB/T 5545—1985 相比主要变化如下：

——将三个标准整合为一个标准《树脂整理剂 总甲醛含量、游离甲醛含量和羟甲基甲醛含量的测定》(本标准的标题)；

——增加了试验报告的内容(本标准的 7)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位：沈阳化工研究院、大连理工大学精细化工国家重点实验室。

本标准主要起草人：姬兰琴、彭孝军。

《树脂整理剂中总甲醛含量的测定方法》、《树脂整理剂中游离甲醛含量的测定方法》、《树脂整理剂中羟甲基甲醛含量的测定方法》均于 1985 年首次发布。

树脂整理剂 总甲醛含量、游离甲醛含量 和羟甲基甲醛含量的测定

1 范围

本标准规定了树脂整理剂中总甲醛含量、游离甲醛含量和羟甲基甲醛含量的测定方法。

本标准适用于树脂整理剂中总甲醛含量、游离甲醛含量和羟甲基甲醛含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试液方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

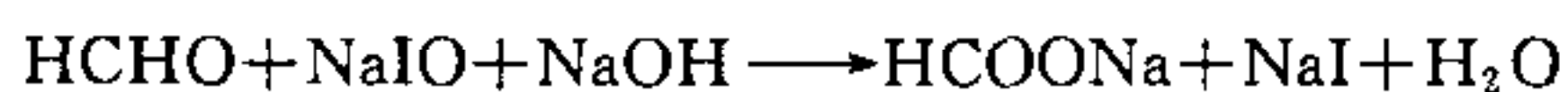
3 试验方法

3.1 树脂整理剂中总甲醛含量的测定

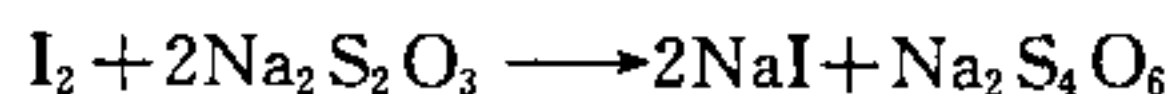
3.1.1 原理

树脂整理剂中总甲醛[一般包括羟甲基甲醛($-\text{CH}_2\text{OH}$)、甲撑式甲醛($-\text{CH}_2-$)、烷基化甲醛($-\text{CH}_2\text{OR}$)及未反应甲醛]在磷酸介质中蒸馏时被分解成甲醛和缩醛,蒸出后用水吸收,并采用碘量法测定。

碘在碱存在下生成次碘酸钠,把吸收液中的甲醛和缩醛全部氧化为甲酸。过量的碘用硫代硫酸钠滴定,即可定量测出总甲醛含量。反应式如下:



过量的次碘酸钠使碘析出,用硫代硫酸钠滴定:



3.1.2 试剂和溶液

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液及制剂、制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。

- 磷酸;
- 碘溶液: $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{ mol/L}$;
- 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$;
- 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=2\text{ mol/L}$;
- 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{ mol/L}$;
- 淀粉指示液:10 g/L。

3.1.3 仪器和设备

- a) 分析天平:感量 0.1 mg;
- b) 蒸馏瓶:250 mL;
- c) 滴液漏斗:100 mL;
- d) 碘量瓶:250 mL;
- e) 移液管:20 mL、25 mL;
- f) 量筒:25 mL;
- g) 容量瓶:250 mL;
- h) 酸式滴定管:50 mL;
- i) 温度计:0~150℃;
- j) 直管冷凝器:长 30 cm;
- k) 蒸馏接引管。

3.1.4 分析步骤

称取 1 g(精确至 0.000 1 g)试样放入 250 mL 蒸馏瓶中,装上滴液漏斗和温度计,接上冷凝器,连接冷凝器的接引管插入已预先加入 20 mL 蒸馏水的 250 mL 容量瓶中。由滴液漏斗加入 25 mL 磷酸和 25 mL 蒸馏水到蒸馏瓶内(先加有几小块沸石)。加热至沸腾,为保持蒸馏瓶内液量一定,可适当地由滴液漏斗在不使沸腾终止的情况下滴加蒸馏水。蒸馏液收集于 250 mL 容量瓶中,蒸至约 200 mL 为止。用少量蒸馏水冲洗冷凝器和接引管,一并加入容量瓶中,然后用蒸馏水稀释至刻度备用。

用移液管吸取上述溶液 20 mL,放入 250 mL 碘量瓶中,用移液管加入 25 mL 碘溶液和 10 mL 氢氧化钠溶液,在室温下放置 15min 后,加 15 mL 硫酸。析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,以淀粉作指示剂,同时做空白试验。

3.1.5 结果计算

总甲醛含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)c_1 \times 0.015\ 01}{m_1 \times 20/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_0 ——空白滴定耗用硫代硫酸钠溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——试样滴定耗用硫代硫酸钠溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

0.015 01——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的甲醛的质量。

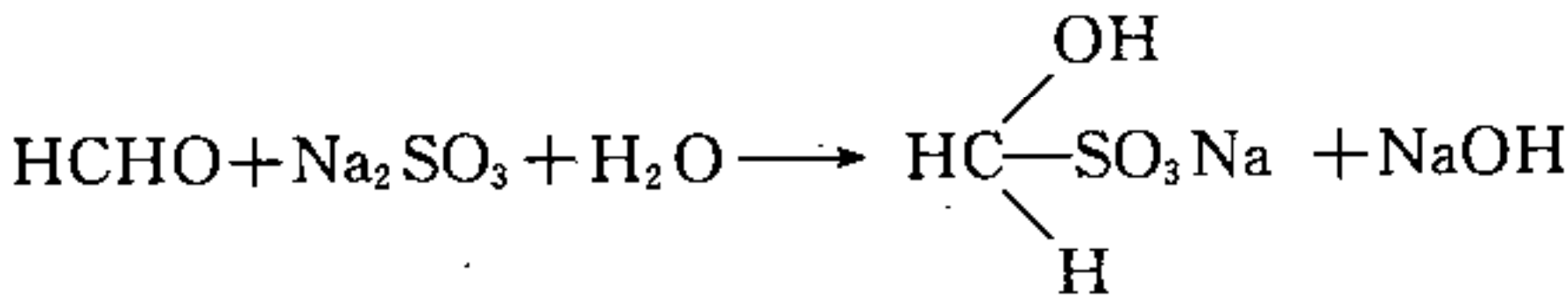
计算结果表示到小数点后两位。

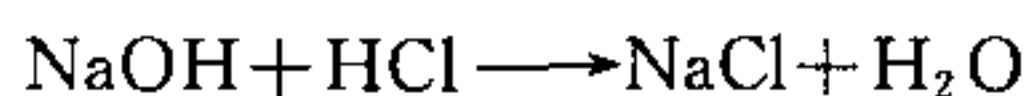
三次平行测定结果相对误差不大于 1%(质量分数),取其算术平均值。

3.2 树脂整理剂中游离甲醛含量的测定

3.2.1 原理

甲醛能和亚硫酸钠起加成反应,生成“甲醛合亚硫酸钠”和氢氧化钠。用已知浓度的酸滴定释出的氢氧化钠,从而求得甲醛的含量。反应式如下:





3.2.2 试剂和溶液

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 的规定制备与标定。

- a) 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$;
- b) 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$;
- c) 无水亚硫酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{SO}_3)=1.0 \text{ mol/L}$;
- d) 百里酚酞指示液:0.5 g 百里酚酞溶于 100 mL 体积分数为 90% 的乙醇中(pH 值范围 9.3~10.5,从无色至蓝色)。

3.2.3 仪器和设备

仪器和设备应符合 GB/T 2374—1994 中第 5 章的有关规定。

- a) 分析天平:感量 0.1 mg;
- b) 量筒:25 mL;
- c) 酸式滴定管:50 mL;
- d) 碘量瓶:250 mL。

3.2.4 分析步骤

称取 5 g 左右(精确至 0.000 2 g)试样放入 250 mL 碘量瓶中,用蒸馏水稀释至 50 mL 左右,加入 5 滴百里酚酞指示剂,当树脂液 pH 值 <9.3 或 pH 值 >10.5 时,可分别用氢氧化钠溶液或盐酸调至极微蓝色。加入亚硫酸钠溶液 50 mL 后,立即以盐酸标准滴定溶液从蓝色快速滴定至极微蓝色为终点。

以同样方法进行空白试验。

3.2.5 结果计算

游离甲醛含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_2 - V_1)c_2 \times 0.030\ 03}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_1 ——空白滴定耗用盐酸标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试样滴定耗用盐酸标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

0.030 03——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的甲醛的质量。

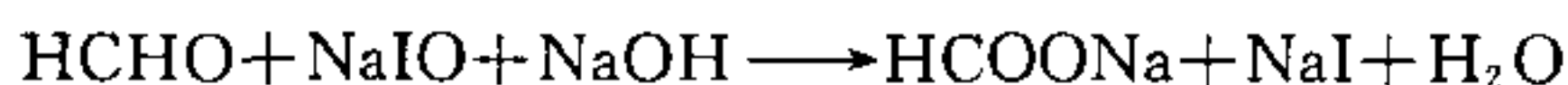
结算结果表示到小数点后两位。

平行测三次,绝对误差不大于 0.04% (质量分数),取其算术平均值。

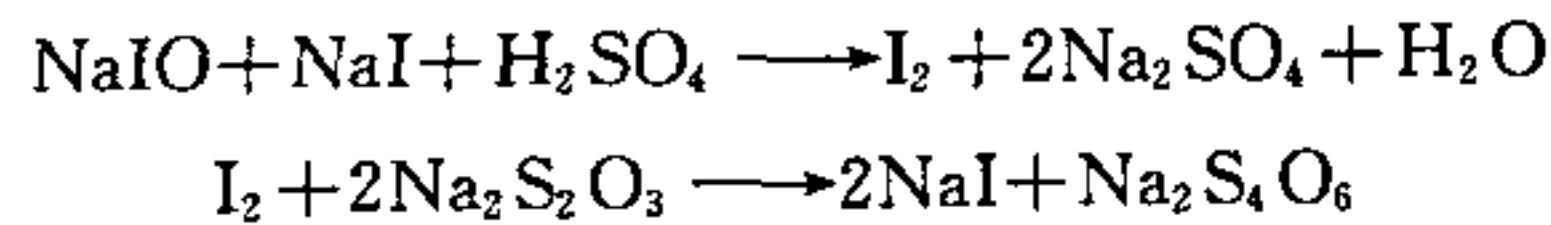
3.3 树脂整理剂中羟甲基甲醛含量的测定

3.3.1 原理

碘在碱存在下生成次碘酸钠,把羟甲基甲醛和游离甲醛氧化为甲酸。过量的碘用硫代硫酸钠反滴定,即可定量测出羟甲基甲醛和游离甲醛总含量,减去游离甲醛含量,即得到羟甲基甲醛含量。反应式如下:



过量的次碘酸钠使碘析出,用硫代硫酸钠滴定:



3.3.2 试剂和溶液

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液及制剂、制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。

- a) 碘溶液:0.1 mol/L;
- b) 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.1 mol/L;
- c) 氢氧化钠溶液:2 mol/L;
- d) 硫酸溶液:2 mol/L;
- e) 淀粉指示液:10 g/L。

3.3.3 仪器和设备

- a) 电热恒温水浴;
- b) 碘量瓶:250 mL;
- c) 移液管:25 mL;
- d) 酸式滴定管:50 mL;
- e) 量筒:10 mL、50 mL。

3.3.4 分析步骤

称取 0.1 g 左右试样(精确至 0.000 1 g)置于 250 mL 碘量瓶中,用移液管加入 25 mL 碘溶液和 10 mL 氢氧化钠溶液,盖上瓶塞,水封。放在 50℃±1℃ 恒温水浴中保温 15 min,取出冷却到 20℃ 以下,然后加入 15 mL 硫酸。析出的碘用硫代硫酸钠滴定,用淀粉作指示剂,同时作空白试验。

3.3.5 结果计算

羟甲基甲醛含量与游离甲醛总含量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_3 - V_4)c_3 \times 0.015\ 01}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V_3 ——空白滴定耗用硫代硫酸钠标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_4 ——试样滴定耗用硫代硫酸钠标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_3 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m_3 ——试样的质量数值,单位为克(g);

0.015 01——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的甲醛的质量。

计算结果表示到小数点后两位。

三次平行测定结果相对误差不大于 1%(质量分数),取其平均值作结果。

从上式中减去游离甲醛含量 w_2 即为羟甲基甲醛含量。游离甲醛含量的测定按本标准 3.2 的规定进行。

4 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 被测树脂整理剂的名称;
- b) 本标准编号、年代号;
- c) 试验条件;

- d) 使用仪器的名称、型号；
 - e) 测试结果；
 - f) 在测试过程中的特殊情况；
 - g) 与本方法的差异；
 - h) 试验日期。
-