



中华人民共和国国家标准

GB/T 5474—2016/ISO 120:1977
代替 GB/T 5474—1985

塑料 酚醛模塑制品 游离氨 和铵化合物的测定 比色法

Plastics—Phenol formaldehyde mouldings—Determination of free ammonia
and ammonium compounds—Colorimetric comparison method

(ISO 120:1977, IDT)

2016-06-14 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 5474—1985《酚醛模塑制品游离氨和铵化合物的测定 比色法》，与 GB/T 5474—1985 相比，主要技术变化如下：

- 标准名称修改为《塑料 酚醛模塑制品 游离氨和铵化合物的测定 比色法》；
- 增加了“前言”；
- 删除了标准正文中“本标准等效采用国际标准 ISO 120:1977《塑料 酚醛模塑材料 游离氨和铵化合物的测定 比色法》”(见 1985 年版)；
- 删除了“采用说明”(见 1985 年版 4.2)；
- 增加了“7.1 试样”(见 7.1, 1985 年版第 6 章)；
- 对计算公式做了适当的修改，以适应我国的技术条件，具体修改如下：

用公式“ $w_a = \frac{m \times D}{10}$ ”代替公式“ $\frac{m \times D}{10}$ ”(见第 8 章, 1985 年版第 7 章)；

- 删除了标准的附加说明。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 120:1977《塑料 酚醛模塑制品 游离氨和铵化合物的测定 比色法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 6005—2008 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸 (ISO 565:1990, MOD)
- GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管 (eqv ISO 648:1997)

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会热固性塑料分技术委员会 (SAC/TC 15/SC 11) 归口。

本标准起草单位：上海欧亚合成材料有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心、常熟东南塑料有限公司、沙县宏盛塑料有限公司、山东圣泉化工股份有限公司。

本标准主要起草人：陈则凌、刘勇、赵平、齐丽华、罗建峰、魏莹、王永桂。

本标准于 1985 年 10 月首次发布，本次为第一次修订。

塑料 酚醛模塑制品 游离氨 和铵化合物的测定 比色法

1 范围

本标准规定了半定量测定酚醛模塑制品中氨含量的比色法。

注：本标准不适用氨的绝对量的测定。

当必须考虑由于与模塑制品接触而引起金属嵌件的腐蚀或食物污染时，测定模塑制品氨的含量尤为重要。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 565 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板 筛孔的基本尺寸（Test sieves—Woven metal wire cloth and perforated plate—Nominal sizes of apertures）

ISO 648 实验室玻璃仪器 单标线吸量管（Laboratory glassware—One-mark pipettes）

3 原理

用热水从粉末试样中抽提游离氨。在高锰酸钾和氢氧化钠溶液存在下蒸馏此水抽提液。馏出物与纳氏（Nessler）试剂反应而显色，将此显色液与一组标准溶液逐一比色。

4 试剂

在分析中仅使用公认的无氨化学纯试剂、无氨的蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 高锰酸钾。

4.2 氢氧化钠：质量分数为 2% 的溶液。

4.3 对比标准贮备溶液：每升含 10 mg 氨。

在 1 000 mL 水中溶解 31.5 mg 氯化铵。

4.4 纳氏试剂。

5 仪器

普通实验室仪器和下列仪器：

5.1 将模塑制品制成粉末的设备。

5.2 试验筛：筛孔尺寸 250 μm ，符合 ISO 565 的规定。

5.3 天平：感量 0.01 g。

5.4 具塞磨口玻璃烧瓶：容量 250 mL。

5.5 蒸馏装置：磨口烧瓶：容量 250 mL、防溅球和直型冷凝管。

5.6 过滤漏斗和中速定性滤纸。

5.7 单标线吸量管:容量 2 mL 和 10 mL,满足 ISO 648 的规定。

5.8 纳氏比色管:容量 50 mL。

6 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,制粉过程中务必不要使物料过热。然后将粉末过筛(5.2),筛下的部分即为试样,将其保存在烧瓶中,并用塞子塞紧,待用。

用热水抽提试样(7.1)应在模塑制品磨碎后 1 h 内进行。

注:制成粉末的方法可能影响试验结果。在有争议或仲裁的情况下,制粉的方法应由有关双方商定。

7 操作步骤

7.1 试样

称取试样(第 6 章)5 g±0.1 g,精确至 0.01 g。

7.2 试验溶液的制备

将试样(7.1)置于烧瓶(5.4)中,加入 10 倍于试样质量的水,水温为 90 °C~100 °C。烧瓶加塞并摇动,以充分润湿粉末。在室温下冷却 1 h,并不断摇动。然后用无负压的过滤漏斗(5.6)进行过滤。再用单标线吸量管(5.7)吸取相当于 1 g 粉末的 10 mL 滤过的抽提液,移至蒸馏装置(5.5)的烧瓶中。

注:蒸馏装置使用前,应将蒸馏装置中存在的氨通过蒸出一定量的蒸馏水而除去。直至蒸出的 50 mL 馏出物中,加入 2 mL 纳氏试剂(4.4)后不显示任何颜色为止。

于烧瓶中加入 0.1 g 高锰酸钾(4.1)和 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2),缓慢地进行蒸馏,将最初 15 mL 的馏出液收集在纳氏比色管(5.8)中,并用水稀释至 50 mL。

7.3 测定

用单标线吸量管(5.7)将 2 mL 纳氏试剂(4.4)移至纳氏比色管(5.8)中,再将试验溶液(7.2)与一组对比标准溶液逐一比色,以测定氨的含量。纳氏试剂应同时加至对比标准溶液和试验溶液中。为了配置一组对比标准溶液,用刻度吸管将 1、2、3、4、5 和 6 mL 对比标准储备溶液(4.3)分别加至 6 个纳氏比色管(5.8)中,并用水稀释至 50 mL。它们相当于 0.01、0.02、0.03、0.04、0.05 和 0.06 mg 氨。

注:若 15 mL 的馏出液的氨含量大于 0.06 mg,则应将 10 mL 滤过抽提液适当稀释后,再吸取 10 mL 稀释的滤过抽提液进行蒸馏。结果的计算中应使用相应的稀释系数。

8 结果表示

游离氨和铵化合物的含量以氨(NH₃)的质量分数 w_a 计,数值以%表示,按下列公式计算:

$$w_a = \frac{m \times D}{10}$$

式中:

w_a ——氨的质量分数含量,%;

m ——与对比标准溶液相对应的氨的质量的准确数值,单位为毫克(mg);

D ——稀释系数,按下列公式计算:

$$D = \frac{V_2}{V_1}$$

式中：

V_2 ——滤过抽提液稀释后的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1 ——滤过抽提液稀释前的体积的数值，单位为毫升(mL)($V_1=10$ mL)。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 注明采用本标准；
 - b) 样品的详细信息；
 - c) 将样品磨成粉末的方法；
 - d) 游离氨量；
 - e) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 酚醛模塑制品 游离氨
和铵化合物的测定 比色法
GB/T 5474—2016/ISO 120:1977

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2016年7月第一版

*

书号: 155066 • 1-53778

版权专有 侵权必究



GB/T 5474-2016