



中华人民共和国国家标准

GB/T 7130—2016/ISO 119:1977
代替 GB/T 7130—1986

塑料 酚醛模塑制品 游离酚的测定 碘量法

Plastics—Phenol-formaldehyde mouldings—
Determination of free phenols—Iodometric method

(ISO 119:1977, 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 7130—1986《酚醛模塑制品中游离酚的测定 碘量法》，与 GB/T 7130—1986 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 游离酚的测定 碘量法》；
- 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 119:1977《塑料 酚醛模塑材料 游离酚的测定 碘量法》”(见 1986 年版)；
- 修改了试剂浓度的单位，用“摩尔浓度”代替“当量浓度”(见第 3 章，1986 年版第 3 章)；
- 删除了试验筛的采用说明(见 4.2，1986 年版 4.2)；
- 修改了公式(见第 7 章，1986 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 119:1977《塑料 酚醛模塑制品 游离酚的测定 碘量法》。

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 12805—2011 实验室玻璃仪器 滴定管(ISO 385:2005, NEQ)
- 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、王永桂、李文强、朱春宇、陈基伟、陈玲。

本标准于 1986 年 12 月首次发布，本次为第一次修订。

塑料 酚醛模塑制品 游离酚的测定 碘量法

1 范围

本标准规定了半定量测定酚醛模塑制品中游离酚含量的碘量法。

注：本标准不提供游离酚的绝对量的测定。

模塑制品中游离酚含量主要受固化度的影响。当必须考虑由于与模塑制品接触而引起食品或其他物料的污染时，测定游离酚含量也是很重要的。

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 385 滴定管(Burettes)

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酚。抽提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滴定溶液滴定过量的碘，以淀粉溶液作指示剂。假定六个碘原子与每一个分子的苯酚反应，计算其结果。

4 试剂

在分析中仅使用公认的分析纯试剂、蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 四硼酸钠： $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ 。

4.2 硫酸： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$ 。

4.3 碘： $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)=0.025\text{ mol/L}$ 。

在约 40 mL(500 g/L)的碘化钾溶液中溶解 6.35 g 碘，用水稀释至 1 000 mL。

4.4 硫代硫酸钠：标准滴定溶液， $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.05\text{ mol/L}$ 。

4.5 淀粉溶液：2.5 g/L。

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 , 满足 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 具塞磨口玻璃碘量瓶:容量 250 mL。
- 5.6 烧结玻璃坩埚,或带微孔为 40 μm ~90 μm 烧结板的过滤漏斗。也可使用带中速定性滤纸的过滤漏斗。
- 5.7 吸量管:容量 5 mL 和 10 mL,符合 ISO 648 的规定。
- 5.8 滴定管:符合 ISO 385 的规定。

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,务必不要使物料过热。然后将粉末过筛(5.2),筛下的部分保存在密闭的烧瓶中待用。

用水抽提试样(7.3)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 $\pm$ 0.1 g,精确至 0.01 g。

7.2 空白试验

用 5 mL 水代替 5 mL 抽提液(7.3),按 7.4 所述的方法进行空白试验。

7.3 试验溶液的制备

将试样(7.1)置于烧瓶(5.4)中,加入 10 倍于试样质量的热水,水温为 90 $^{\circ}\text{C}$ ~100 $^{\circ}\text{C}$ 。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或烧结玻璃坩埚(5.6)过滤烧瓶内的物料。

7.4 测定

用吸量管(5.7)吸取相当于 0.5 g 粉末的 5 mL 滤过的抽提液,移至碘量瓶中(5.5)。加入 10 mL 碘溶液(4.3)和 3 g~4 g 四硼酸钠(4.1),用水稀释至约 100 mL,塞上塞子,放置 10 min。然后加入 20 mL~30 mL 硫酸溶液(4.2)。

立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4)滴定游离碘,近终点时加入 2 mL 淀粉溶液(4.5)作为指示剂,继续滴定至蓝色消失。在滴定终点时可能呈现出由模塑制品引起的残余淡色。

8 结果表示

游离酚含量以苯酚($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$)的质量分数 w_a 计,数值以%表示,按下列公式计算:

$$w_a = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0157 \times 100}{0.5} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 1.57}{0.5}$$

式中:

w_a —— 苯酚含量的数值, %;

V_1 —— 空白试验(7.2)中硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 —— 测定(7.4)中硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4)浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

0.015 7 —— 与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的苯酚的质量;

0.5 —— 相当于 5 mL 滤过的抽提液(7.4)的试样的质量的数值, 单位为克(g)。

若 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/L}$, 则游离酚含量的计算公式可简化为:

$$w_a = 0.157(V_1 - V_2)$$

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) 游离酚含量;
 - 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 酚 的 测 定 碘 量 法

GB/T 7130—2016/ISO 119:1977

*

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 • 1-53747

版权专有 侵权必究



GB/T 7130-2016