



中华人民共和国国家标准

GB/T 33317—2016

塑料 酚醛树脂 六次甲基四胺含量 的测定 凯氏定氮法、高氯酸法和盐酸法

Plastics—Phenolic resins—Determination of
hexamethylenetetramine content—
Kjeldahl method, perchloric acid method and hydrochloric acid method

(ISO 8988:2006, MOD)

2016-12-13 发布

2017-07-01 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。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 8988:2006《塑料 酚醛树脂 六次甲基四胺含量的测定 凯氏定氮法、高氯酸法和盐酸法》。

本标准与 ISO 8988:2006 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(⊥)进行了标示。

本标准与 ISO 8988:2006 的主要技术性差异及其原因如下:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用非等效采用国际标准的 GB/T 12805 代替 ISO 385;

——统一了标准中对质量及分析天平精密度要求的单位,统一为 g;因为国际标准原文中质量单位不统一,有的用 mg,有的用 g,不方便使用;

——修改了计算公式,采用溶液的实际浓度进行计算(见 3.6、5.6);因为国际标准中溶液浓度直接采用 0.10 和 0.20 代入计算,而实际配制浓度时会有偏差,采用溶液的实际浓度可提高结果准确度;

——将国际标准 3.7 中的再现性在本标准中列出并予以说明(见 3.7);因为凯氏定氮法未获得实验室间相关数据。

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:山东圣泉新材料股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、上海欧亚合成材料有限公司、常熟东南塑料有限公司、沙县宏盛塑料有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、北京利尔高温材料股份有限公司、枣阳华联摩擦材料有限公司、湖北飞龙摩擦密封材料股份有限公司。

本标准主要起草人:唐惠、徐玉莲、王永桂、陈则凌、崔惠民、陈基伟、赵平、刘丽、张前文、周国勇。

塑料 酚醛树脂 六次甲基四胺含量 的测定 凯氏定氮法、高氯酸法和盐酸法

1 范围

本标准规定了酚醛树脂中六次甲基四胺含量的三种测定方法。这三种方法是等效的。第3章规定的凯氏定氮法不适用于含其他氮化合物的酚醛树脂。第4章和第5章规定的高氯酸法和盐酸法不适用于含有其他酸性或碱性物质的酚醛树脂。如果树脂中含有可被高氯酸氧化的添加剂,则只能使用第5章规定的盐酸法。

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。

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—2011,ISO 385:2005,NEQ)

3 凯氏定氮法

警告——为了安全起见,凯氏定氮法必须在通风良好的通风橱内进行。

3.1 一般规定

本条款规定了酚醛树脂中以六次甲基四胺计的总氮含量的测定方法。本方法适用于六次甲基四胺含量 $\geq 0.5\%$ (质量分数)的酚醛树脂。

3.2 原理

在催化剂存在下,试样中的六次甲基四胺在浓硫酸中降解转变为硫酸氢铵。硫酸氢铵与氢氧化钠反应生成硫酸钠和氨。氨被蒸出并收集在盐酸溶液中。过量的盐酸在指示剂存在下用氢氧化钠标准溶液滴定。

3.3 试剂

除非另有说明,分析过程中所用试剂均为不含氮的分析纯试剂,所用水为蒸馏水或纯度相当的水。

3.3.1 浓硫酸:分析纯。

3.3.2 凯氏混合催化剂:由 97 g 十水硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)、1.5 g 五水硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)和 1.5 g 硒(Se)组成。

3.3.3 氢氧化钠:30%(质量分数)水溶液。

3.3.4 盐酸标准溶液:浓度为 0.10 mol/L。

3.3.5 氢氧化钠标准溶液:浓度为 0.10 mol/L。

3.3.6 混合指示剂溶液:60 mg 甲基红和 40 mg 亚甲基蓝溶解于 100 mL 乙醇中。

3.4 仪器

实验室普通仪器及以下仪器: