



中华人民共和国国家标准

GB/T 27593—2011

纺织染整助剂 氨基树脂整理剂中 游离甲醛含量的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—
Determination of free formaldehyde content of amino resin agent

(ISO 11402:2004, Phenolic, amino and condensation resins—Determination of
free formaldehyde content, MOD)

2011-12-05 发布

2012-03-01 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 11402:2004《酚醛树脂、氨基树脂及缩合树脂中游离甲醛含量的测定》(英文版),其中 ISO 11402:2004 中涉及酚醛树脂、呋喃树脂及缩合树脂游离甲醛含量的测定部分不适用于纺织染整助剂行业。

本标准在结构上与 ISO 11402:2004 相比有较多调整,为了方便比较,在附录 A 中列出了本标准与国际标准章条编号的对照一览表。

本标准与国际标准相比存在技术性差异,这些差异所涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单标线(∟)进行了标示。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准还作了以下编辑性修改:

——“本国际标准”改为“本标准”;

——删除国际标准的前言;

——删除了国际标准的资料性附录 A 和资料性附录 B。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会(SAC/TC 134/SC 1)归口。

本标准起草单位:浙江传化股份有限公司、传化富联精细化工有限公司、浙江工业大学。

本标准主要起草人:陈红梅、瞿少敏、赵梅、郑衍瑜、李祖光。

纺织染整助剂 氨基树脂整理剂中 游离甲醛含量的测定

1 范围

本标准规定了纺织染整助剂氨基树脂整理剂中游离甲醛含量的测定方法。

本标准适用于用尿素、三聚氰胺与甲醛、乙二醛、乙二胺等合成的氨基树脂整理剂中游离甲醛含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中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。

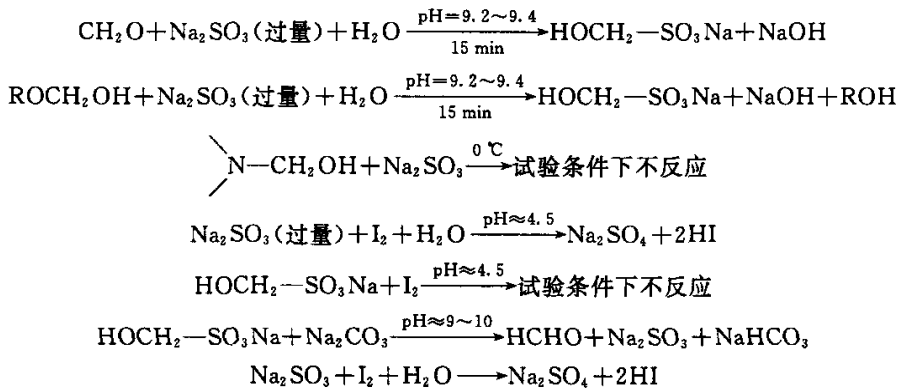
GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(MOD ISO 3696:1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试样中的游离甲醛、半缩醛与过量的亚硫酸钠溶液在 0℃ 反应,生成羟甲基磺酸盐。用碘溶液滴定过量的亚硫酸钠后,用碳酸钠溶液使羟甲基磺酸盐分解,再用碘溶液滴定分解得到的亚硫酸钠。由消耗碘液的体积计算得游离甲醛含量。其反应方程式如下:



4 试剂材料

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和合格化学品以及 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

4.1 亚硫酸钠溶液, $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.2 乙酸溶液, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.3 碳酸钠溶液, $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3)=100 \text{ g/L}$ 。

4.4 硼酸缓冲溶液,用少量蒸馏水溶解 12.37 g 硼酸加入到 1 000 mL 容量瓶中,再加入 100 mL 浓度为 1 mol/L 的氢氧化钠溶液,用蒸馏水稀释至刻度,混合均匀。使用前应冷却至 0℃。

4.5 碘标准滴定溶液, $c(\text{I}_2)=0.05 \text{ mol/L}$,称取 40 g 碘化钾,用 25 mL 水溶解,再称取 12.69 g 升华碘,边搅拌边缓慢加入至已溶解的碘化钾溶液中,使其完全溶解,用蒸馏水稀释定容至 1 000 mL 的棕色容量瓶中,储存于暗处,按照 GB/T 601—2002 的规定用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液标定。

4.6 10 g/L 淀粉溶液,称取 2 g 可溶性淀粉,加入 20 mL 蒸馏水,搅拌下注入微沸的蒸馏水至 200 mL,煮沸 2 min,冷却待用。

4.7 冰水混合物。

4.8 冰沫。

5 仪器设备

5.1 磁力搅拌器。

5.2 冰浴。

5.3 分析天平,精确至 0.000 1 g。

5.4 滴定管或微量滴定管:5 mL,25 mL,50 mL。

5.5 量筒:10 mL,25 mL,50 mL。

6 测试步骤

6.1 通则

测试时需同时进行两个试样的平行测试。

6.2 试样

称取适量的试样(见表 1)。如果不能估计试样中游离甲醛含量,取大约 1 g 试样(精确至 0.000 1 g)至 600 mL 的碘量瓶中进行初步测试。

表 1 取样质量

游离甲醛质量分数范围/%	试样质量/g
≤0.5	3.0
0.5~1	1.5
1~2	1.0
2~3	0.5
3~5	0.25

6.3 测定

将试样迅速溶于 150 mL 由 25 mL 的硼酸缓冲溶液(4.4),10 g 冰沫(4.8)以及冰水(4.7)组成的混合溶液中。将碘量瓶放入冰浴(5.2)中,用磁力搅拌器搅拌碘量瓶中的混合物,在持续搅拌的过程中,用

滴定管加入 2 mL 的亚硫酸钠溶液(4.1),继续搅拌 15 min,加入 10 mL 乙酸溶液(4.2)和 3~4 滴淀粉溶液(4.6),用碘标准滴定溶液(4.5)滴定至出现灰蓝色或紫色并稳定至少 10 s。加入 30 mL 碳酸钠溶液(4.3),用碘标准滴定溶液(4.5)滴定反应释放出来的亚硫酸钠,直到出现蓝色,并至少稳定 1 min,记录滴定释放出的亚硫酸钠所消耗的碘标准滴定溶液的体积 V 。

7 结果表示

试样中游离甲醛含量以质量分数 w 计,数值以%表示,按照下式计算:

$$w = \frac{V \times 1.5 \times 0.001 \times f}{m} \times 100$$

式中:

V ——滴定释放出的亚硫酸钠所消耗的碘标准滴定溶液的体积 V ,单位为毫升(mL);

f ——校正因子,为碘标准滴定溶液的标定后的实际浓度与标称浓度(0.05 mol/L)之比;

1.5——相当于 1.00 mL 的 $c(I_2) = 0.05$ mol/L 碘标准滴定溶液中甲醛的质量,单位为毫克(mg/mL);

0.001——转换系数;

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

两次重复测定的结果如超出 8.1 的规定,则需要按照第 6 章重新进行测定,取两次有效测定结果的算术平均值,按照 GB/T 8170—2008 中的数值修约规则修约至 0.1% 为最终结果。

8 精密度

8.1 重复性

用标准试验方法,在同一个实验室,使用同样材料与样品在较短时间间隔内进行两个平行测定得到两个测定结果,当测试样甲醛含量不大于 1% 时,两个游离甲醛含量测试结果之差小于 0.06%,当试样游离甲醛含量大于 1% 时,两个结果之差小于其算术平均值的 6%。

产生这样结果的概率为 95%。

8.2 再现性

用同一样品,采用本标准规定的同样材料,在不同试验室里的两次独立测试,对同一试样平行测定两次并将所得结果进行算术平均。当试样游离甲醛含量不大于 1% 时,两次测定结果之差小于 0.1%,当试样游离甲醛含量大于 1% 时,两次测定结果之差应小于其算术平均值的 10%。

产生这样结果的概率为 95%。

9 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样的描述;
- b) 使用本标准的编号;
- c) 试验结果,精确到 0.1%;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

本标准章条号与 ISO 11402:2004 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条号与 ISO 11402:2004 章条号对照一览表。

表 A.1 本标准章条号与 ISO 11402:2004 章条编号对照

本标准章条编号	对应国际标准章条编号
1	1(b)
2	2
3	4.3.1
4	4.3.2
4.1	4.3.2.1
4.2	4.3.2.2
4.3	4.3.2.3
4.4	4.3.2.4
4.5	4.3.2.5
4.6	4.3.2.7
4.7	4.3.2.8
4.8	4.3.2.9
5	4.3.3
5.1	4.3.3.1
5.2	4.3.3.2
5.3	4.3.3.4
5.4	4.3.3.5
5.5	—
6	4.3.4
6.1	4.3.4.1
6.2	4.3.4.2
6.3	4.3.4.3
7	4.3.5
8	4.3.6
8.1	4.3.6.1
8.2	4.3.6.2
9	5

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 11402:2004 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 11402:2004 的技术性差异及其原因一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 11402:2004 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
1	删除了范围中对于酚醛树脂、呋喃树脂和缩合树脂的适用性描述,仅保留对于氨基树脂的适用性。	纺织染整助剂中主要应用的是氨基树脂整理剂,基本不存在其他类树脂,其他类树脂主要用于塑料加工。
2	删除了部分规范性引用文件,保留了 ISO 3696 对应的国家标准,增加 GB/T 601—2002 化学试剂标准滴定溶液的制备。	根据我国国家标准 GB/T 20000.2—2009 标准化工作指南 第 2 部分:采用国际标准中 6.2.2 描述,“对于国际标准规范性引用的国际文件,可以用适用的我国文件代替,在此情况下,应在国家标准的规范性引用文件一章中列出这些适用的我国文件,对于其中与国际文件有一致性对应关系的我国文件,应表示与国际文件的一致性程度标识”。
4,6	删除了对酚醛树脂、呋喃树脂与缩和树脂中游离甲醛含量的测试步骤及相关试剂。	该类树脂不属于纺织染整助剂的范围,根据适用范围删减。
5	增加分析天平。 原标准中的移液管改为量筒。	按照标准中要求需要精确称样。 量取碳酸钠等溶液都为粗溶液,可用量筒代替。
	删除了非水溶性呋喃树脂样品测试时用到的乳化装置“高速搅拌机”。	根据适用范围删减。
7	增加“测试结果保留两位小数”的规定。	原标准中仅规定在报告中结果精确值 0.1%,为了增加对有效结果的判定,特增加此规定。
9	删除了“注明选择的测试程序”。	按照标准规定的测试程序 4.2 盐酸羟胺法是适用于酚醛树脂的,4.4 KCN 法适用于酚醛-脲醛树脂等缩合树脂的,本标准不涉及这两个测试程序,不存在选择程序问题。
	删除了“抽样日期”。	原标准中引用 ISO 15528《色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样》,本标准不涉及该内容。