

# YB

## 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4131—2005

---

### 耐火材料用酚醛树脂

Phenolic resin for refractories

2005-04-11 发布

2005-08-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会归口。

本标准由济南圣泉海沃斯化工有限公司负责起草。

本标准主要起草人：唐路林、张吉瑞、孟祥金、薛斌、刘献丽。

# 耐火材料用酚醛树脂

## 1 范围

本标准规定了耐火材料用酚醛树脂的分类、型号、技术要求、试验方法、质量评定程序、包装、标志、运输、贮存和合格证书。

本标准适用于耐火材料用固体和液体酚醛树脂。

## 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。凡是注明日期的引用文件，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—2002	化学试剂滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB/T 603—2002	化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 606—2003	化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
GB/T 2794—1995	胶粘剂粘度的测定
GB/T 3723—1999	工业用化学品采样安全通则
GB/T 6678—2003	化工产品采样总则
GB/T 6682—1992	分析试验室用水规格和试验方法
GB/T 9722—1988	化学试剂 气相色谱法通则

## 3 分类和型号

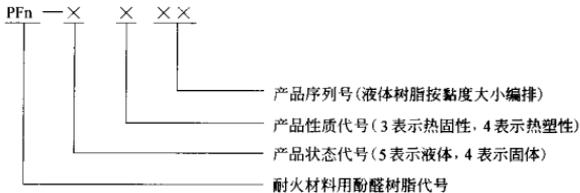
### 3.1 分类

耐火材料用酚醛树脂，按树脂状态分为固体和液体两类，按树脂性质又分为热固性和热塑性两类。

### 3.2 型号

产品型号由酚醛树脂代号、产品状态代号、产品性质代号、产品序列号组成。

产品型号示例：



## 4 技术要求

耐火材料用酚醛树脂性能应符合表1、表2、表3的规定。

表1 热固性液体树脂性能

型号	技术指标							
	外观	黏度(25℃), Pa·s	水分, %	固体含量, %	残碳量, %	游离酚, %	pH值	游离醛, %
PFn-5300	棕黄、 棕褐色 透明	0.1~1	≤6	≥60	≥30	≤14	6.5~7.5	由供需双方协商
PFn-5301		1~3		≥65	≥35			
PFn-5303		3~6		≥70	≥40			
PFn-5306		6~9	≤4			7~12		
PFn-5309		9~15						
PFn-5315		15~19		≥75	≥42			
PFn-5319		19~25						
PFn-5325		25~30						

表2 热塑性液体树脂性能

型号	技术指标						
	外观	黏度(25℃), Pa·s	水分, %	固体含量, %	残碳量, %	游离酚, %	pH值
PFn-54W	棕黑 色透明	6~30	≤0.5	≥70	≥30	≤5	6.5~7.5
PFn-5401		1~5	≤6.5	≥75	≥40	≤12	4~7.5
PFn-5405		5~10					
PFn-5410		10~15					
PFn-5415		15~20					
PFn-5420		20~25					
PFn-5425		25~30					

注:型号中带W表示无水树脂。

表3 热塑性固体树脂性能

型号	技术指标							
	外观	水分, %	流动度, mm	聚速, s	游离酚, %	软化点, °C	细度(0.106mm筛网)	残碳量, %
PFn-4401	白色 至黄色 粉末	≤2.0	20~40	50~90	2.0~4.5	95~105	80%以上通过	37~40
PFn-4402				45~90	2.0~4.0	105~120		
PFn-4403L				40~65	≤2.5	—	95%以上通过	
PFn-4404L		≤1.5		—				

注:型号中带L表示已加入六次甲基四胺。

## 5 试验方法

- 5.1 外观:目测。
- 5.2 水分的测定按 GB/T 606—2003 进行。
- 5.3 黏度的测定按 GB/T 2794—1995 进行。
- 5.4 游离酚、游离醛、软化点、残碳量、固体含量、pH值、流动度、聚速和细度的测定按附录 A 进行。

## 6 质量评定程序

### 6.1 组批

酚醛树脂应按每一反应釜生产的产品数量,或多釜混合并批后的产品数量组成的均一体为一检验批,最大批量不超过 20t。

### 6.2 抽样

6.2.1 采用随机抽样法自桶内或袋内抽样,采样单元数按 GB/T 6678—2003 第 7.6.1 的规定。采样安全应符合 GB/T 3723—1999 中有关规定。

6.2.2 液体样品抽取试样量不得少于 250mL,保留样不得少于 100mL,分别装入干燥洁净的留样瓶中。

6.2.3 固体样品取样时自袋内上、中、下取具有代表性的样品混匀,装入洁净干燥的塑料样品袋中,立即封口。样品每批抽取试样量不得少于 200g,保留样不得少于 100g。

6.2.4 装样的瓶(袋)上应粘贴标签,标明型号、批号、抽样时间。

6.2.5 固体留样在室温下保存 2 个月,液体留样在 10℃以下保存 2 个月。

### 6.3 合格判定与复检规则

6.3.1 合格批的每一项检验结果均应符合技术要求的规定。如果检验结果不合格项超过一项时,则判定该批为不合格。

6.3.2 检验结果有一项不合格时,应重新自抽样单元中取两倍样进行复检。复检结果合格,则判定该批合格,否则为不合格。

### 6.4 合格评定形式

合格评定可采用供货方声明、使用方认定或第三方认证的形式进行。

## 7 包装、标志、运输、贮存和合格证书

### 7.1 包装

液体酚醛树脂装入洁净、干燥的铁桶,或内衬干燥塑料内胆的塑料桶内,拧紧桶盖确保密封良好,防止树脂渗出和水分渗入。固体树脂用内衬塑料内胆的编织袋或三层复合牛皮纸袋包装,塑料内胆要严密,包装时将袋内空气排出后,扎紧封口,防止吸潮。编织袋或牛皮纸袋用封包机封口,并用封口胶带贴牢。也可根据用户要求进行包装。

### 7.2 标志

酚醛树脂包装上应印有产品标志,内容包括:商标、产品名称、厂名称、产品标准号、产品型号、批号、净重等。

### 7.3 运输

酚醛树脂在运输装卸过程中,严禁使用铁钩等锐利工具,不得抛掷以免损坏包装物。运输时,不得曝晒或雨淋,不得与强酸、强碱性物质接触。敞车运输必须盖上篷布,车厢内要清洁、干燥。

### 7.4 贮存

7.4.1 酚醛树脂应贮存在干燥、阴凉的仓库内。固体酚醛树脂需堆放在防潮架上,堆放平整,垛高最多不超过 7 层。

7.4.2 固体树脂应在 25℃以下储存,储存期 6 个月。

7.4.3 液体树脂应在 25℃以下储存,热固性液体树脂储存期 2 个月,热塑性液体树脂储存期 6 个月。

7.4.4 对温度敏感的树脂,供需双方可议定保质期,树脂应在保质期内使用。保质期内不能用完的液体树脂,应放于温度 5℃~10℃冷库内。

### 7.5 合格证书

产品出厂应附有质量合格证书,内容包括:产品名称、型号、生产日期、批号、检验结果等。

附录A  
(规范性附录)  
试验方法

A.1 通则

下列试验方法中所用试剂和水在没有注明的条件下,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水或同等纯度的水。

试验中所有标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002, GB/T 603—2002 之规定制备。

A.2 游离酚的测定

A.2.1 气相色谱法(仲裁法)

A.2.1.1 原理

将试样溶解在无水乙醇中,加入内标,用气相色谱法测定游离酚含量。

A.2.1.2 试剂和材料

A.2.1.2.1 无水乙醇,分析纯。

A.2.1.2.2 间甲酚,化学纯。

A.2.1.2.3 苯酚,色谱纯。

A.2.1.2.4 高纯氮气,含量 $\geq 99.999\%$ 。

A.2.1.2.5 氢气,含量 $\geq 99.999\%$ 。

A.2.1.2.6 净化空气。

A.2.1.3 仪器与设备

A.2.1.3.1 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器,灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722—1988 的规定。

A.2.1.3.2 毛细管柱,HP-5,15m $\times$ 0.53mm $\times$ 1.5 $\mu$ m。

A.2.1.3.3 微量进样器,1.0 $\mu$ L。

A.2.1.3.4 色谱数据工作站或数据处理机。

A.2.1.3.5 空气压缩机或无油空气发生器。

A.2.1.3.6 比色管,50mL。

A.2.1.3.7 烧杯,100mL。

A.2.1.3.8 电子天平,分度值 0.0001g。

A.2.1.3.9 封闭式电炉,1000W。

A.2.1.4 操作步骤

A.2.1.4.1 色谱仪分离条件

- a) 汽化室温度:180 $^{\circ}$ C;
- b) 毛细管柱温度:100 $^{\circ}$ C;
- c) 检测器温度:200 $^{\circ}$ C;
- d) 载气:氮气;
- e) 燃气:氢气;
- f) 助燃气:空气。

A.2.1.4.2 数据处理参考条件

峰宽 5,斜率 70,漂移 0,量程 20,衰减 4,时间锁定 0,最小面积 100,终止时间 10,计算方式:内标法。  
具体条件应根据具体仪器说明书作适当调整。

A.2.1.4.3 校正因子的测定

## A.2.1.4.3.1 校正液的配制

准确称取 0.10g~0.14g 间甲酚(精确至 0.0001g)6 份,置于编号为 1、2、3、4、5、6 的 50mL 比色管中,分别称取色谱纯苯酚 0.02g、0.06g、0.12g、0.18g、0.24g、0.30g(精确至 0.0001g)置于上述比色管中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

## A.2.1.4.3.2 校正因子测试

按 A.2.1.4.1 色谱仪分离条件开启色谱仪,待仪器稳定后用清洁的微量进样器吸取上述校正液 0.4 $\mu$ L 迅速注入气相色谱仪,直至各组分出峰完毕,记录苯酚和间甲酚的峰面积。

## A.2.1.4.3.3 校正因子的计算

$$F_{2/1} = \frac{A_1 \times m_2}{m_1 \times A_2} \quad (\text{A.1})$$

式中:

$m_1$ ——间甲酚质量,单位为克(g);

$m_2$ ——苯酚质量,单位为克(g);

$A_1$ ——间甲酚峰面积;

$A_2$ ——苯酚峰面积。

按校正因子实际检测结果输入仪器的峰鉴定表。例如:

序号	名称	保留时间, min	时间窗, %	浓度	面积	校正因子	备注
0	乙醇	0.50	5	0	0	0	溶剂峰
1	苯酚	1.50	5	0	0	1.005	
2	间甲酚	2.10	5	0	0	1	内标峰

校正因子应定期测定。

## A.2.1.4.4 试样的测定

A.2.1.4.4.1 称取 1g~2g(精确至 0.0001g)试样置于 100mL 烧杯中,加入无水乙醇 25mL,在电炉上低温加热溶解。转移至 50mL 比色管中,加 0.10g~0.14g(精确至 0.0001g)间甲酚于比色管中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。

A.2.1.4.4.2 按 A.2.1.4.1 色谱仪分离条件启动色谱仪,待仪器稳定后,用清洁的微量进样器,吸取试液(A.2.1.4.4.1)0.4 $\mu$ L 迅速注入色谱仪中,待各组分出峰完毕采用内标法计算游离酚百分含量。

## A.2.1.5 结果的计算

游离酚含量用质量分数  $\omega_{\text{酚}}$  计,数值以 % 表示,按式(A.2)计算:

$$\omega_{\text{酚}} = \frac{A_2 \times m_1}{A_1 \times m_2} \times F_{2/1} \times 100 \quad (\text{A.2})$$

式中:

$m_1$ ——间甲酚质量,单位为克(g);

$m_2$ ——试样质量,单位为克(g);

$A_1$ ——内标(间甲酚)峰面积;

$A_2$ ——试样峰面积;

$F_{2/1}$ ——相对校正因子。

平行测定结果的偏差大于平均值的 5% 时,取其算术平均值为测定结果,否则应重新测定。

## A.2.2 化学法

## A.2.2.1 原理

酚醛树脂中的游离酚,用水蒸气蒸馏时与水一起馏出,用溴量法测定。

## A.2.2.2 试剂与材料

- A.2.2.2.1 乙醇,分析纯。
- A.2.2.2.2 盐酸,分析纯。
- A.2.2.2.3 碘化钾溶液(20%)。
- A.2.2.2.4 硫代硫酸钠标准溶液: $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ 。
- A.2.2.2.5 溴酸钾-溴化钾 $[\text{KBrO}_3\text{-KBr}]$ 溶液:称取 2.83g  $\text{KBrO}_3$  和 37.5g  $\text{KBr}$ ,用蒸馏水溶解在 1000mL 容量瓶中。
- A.2.2.2.6 溴液:取 25mL 溴酸钾-溴化钾溶液,加入 5mL 盐酸混匀。
- A.2.2.2.7 淀粉指示剂(10g/L)。
- A.2.2.3 仪器与设备
- A.2.2.3.1 平底烧瓶,1000mL。
- A.2.2.3.2 容量瓶,1000mL。
- A.2.2.3.3 冷凝器(蛇形),长 600mm。
- A.2.2.3.4 移液管:100mL,50mL,10mL,5mL。
- A.2.2.3.5 电子天平,分度值 0.0001g。
- A.2.2.3.6 电炉。
- A.2.2.3.7 蒸汽发生器,长颈平底烧瓶 5000mL。

#### A.2.2.4 操作步骤

用已知重量的硫酸纸称取试样 1.5g(精确至 0.0001g),放入 1000mL 平底烧瓶中,加入 25mL 乙醇使试样溶解,再加入 50mL 蒸馏水。然后连接蒸汽发生器、冷凝器及容量瓶,开始蒸馏。蒸馏液收集于 1000mL 容量瓶中,直至馏出物遇溴液不发生混浊为止。蒸馏液用蒸馏水稀释至刻度。移取 100mL 蒸馏液于带塞磨口瓶中,加入 50mL 溴酸钾-溴化钾溶液,5mL 盐酸,迅速盖上瓶塞,摇匀,放置 10min。然后再加入 10mL 碘化钾溶液,摇匀再放置 5min。用硫代硫酸钠标准溶液滴定,滴定至近终点时,加入 2mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失为终点。同时进行空白试验。

#### A.2.2.5 结果计算

游离酚含量用质量分数  $\omega_{\text{酚}}$  计,数值以 % 表示,按式(A.3)计算:

$$\omega_{\text{酚}} = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 0.01568}{m \times \frac{100}{1000}} \times 100 \quad (\text{A.3})$$

式中:

$V_1$ ——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$C$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.01568——每毫摩尔硫代硫酸钠标准溶液相当于苯酚的摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mol);

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

### A.3 固体含量的测定

#### A.3.1 仪器

A.3.1.1 鼓风干燥箱,室温~300℃。

A.3.1.2 电子天平,分度值 0.0001g。

A.3.1.3 电子天平,分度值 0.01g。

A.3.1.4 硫酸纸小盒,底面积 4cm×4cm。

#### A.3.2 热塑性树脂试样的准备

称取 18.0g(精确至 0.01g)热塑性树脂样品和 2.0g(精确至 0.01g)六次甲基四胺于 100mL 烧杯中混匀作为试样。

#### A.3.3 测定

称取 1.5g~2.5g(精确至 0.0001g)试样于已恒量的硫酸纸小盒中,轻轻摇动小盒,使其均匀分布在盒底,然后将小盒放于 150℃(含乙二醇的树脂为 205℃)的干燥箱中,干燥 2h,然后,取出小盒放入干燥器中,冷却至室温后称量。

#### A.3.4 结果计算

固体含量用质量分数  $\omega_{固}$  计,数值以%表示,按式(A.4)计算:

$$\omega_{固} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (\text{A.4})$$

式中:

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$m_1$ ——干燥后试样质量,单位为克(g)。

平行测定结果的绝对差值应不大于 1%,取其算术平均值为测定结果。

### A.4 流动度的测定

#### A.4.1 原理

成形树脂片在一定温度和一定倾斜角度下流动 20min 的流程。

#### A.4.2 仪器

A.4.2.1 恒温干燥箱,室温~300℃,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

A.4.2.2 流动度测定板。

A.4.2.3 游标卡尺。

A.4.2.4 电子天平,分度值 0.01g。

#### A.4.3 试样的制备

称取 9.25g 树脂样品和 0.75g 六次甲基四胺于小磨粉机中磨粉(细度为 0.075mm 筛 95.0%以上通过)。

#### A.4.4 测定

准确称取 0.5g(精确至 0.01g)试样于圆柱小片成形机内,制成厚度  $4.8\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ ,直径为  $12.6\text{mm} \pm 0.3\text{mm}$  的试片。将试片放于已在  $125^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  恒温 30min,且处于水平位置的流动度测定板上,两个试片至少间隔 10mm,保持 3min,然后迅速将流动度测定板在 5s 内翻转至  $60^\circ \pm 1^\circ$  的角度,处于倾斜位置 20min。从干燥箱内取出流动度测定板,冷却后用游标卡尺测量每个试片流动的最大长度(精确至 1mm)。

平行测定结果的绝对差值应不大于 3mm,取其算术平均值为测定结果。

### A.5 pH 值的测定

#### A.5.1 仪器

A.5.1.1 酸度计。

A.5.1.2 量筒或量杯,50mL。

A.5.1.3 烧杯,100mL。

#### A.5.2 测定

量取 50mL 树脂样品于烧杯中,用已校正的酸度计测其 pH 值。

#### A.5.3 结果计算

酸度计指示数值即为树脂的 pH 值。

### A.6 粉状树脂粉细度的测定

#### A.6.1 设备

A.6.1.1 真空筛。

A.6.1.2 筛子,筛网孔径 0.106mm。

A.6.1.3 电子天平,分度值 0.01g。

A.6.1.4 小毛刷,天平刷。

## A.6.1.5 橡胶锤。

## A.6.2 测定

## A.6.2.1 真空筛法

A.6.2.1.1 将筛子准确称量,并记下数值为  $m_1$ ,并放在真空筛上。

A.6.2.1.2 称取 10g(精确至 0.01g)树脂粉,均匀地撒在已放好的筛子上,盖上盖,定时 3min,启动真空筛,每 60s 用小锤轻轻敲打上盖一次,真空筛自动关闭后,取下筛子称量,记下数值为  $m_2$ 。

## A.6.2.2 手筛法

A.6.2.2.1 将筛子准确称量,并记下数值为  $m_1$ 。

A.6.2.2.2 称取 10g(精确至 0.01g)的树脂粉,均匀地撒在分样筛上,用手轻轻振动筛子,使树脂粉从筛子上落下,然后用小毛刷轻轻的刷扫筛子里的树脂粉,直至树脂粉不再通过筛子为止,称量筛子和剩余树脂的总质量,记下数值为  $m_2$ 。

## A.6.3 结果计算

细度用树脂粉通过 0.106mm 筛网的通过率  $W$  计,数值以 % 表示,按式(A.5)计算:

$$W = \frac{10 - (m_2 - m_1)}{10} \times 100 \quad (\text{A.5})$$

式中:

$m_1$ ——筛子质量,单位为克(g);

$m_2$ ——未通过筛子的树脂及筛子质量,单位为克(g)。

平行测定值的绝对差值应不大于 0.2%,取其算术平均值为测定结果。

## A.7 软化点的测定

## A.7.1 试剂

丙三醇,分析纯。

## A.7.2 设备

A.7.2.1 沥青软化点测定仪。

A.7.2.2 电炉。

A.7.2.3 电热铁板。

A.7.2.4 秒表。

A.7.2.5 温度计,150℃,分度值 0.1℃。

## A.7.3 测定

A.7.3.1 将铜环放在铁板上预热,使其温度与熔化的树脂相同。

A.7.3.2 将试样放在铁板上,边搅拌边加热(避免局部过热和产生气泡),使树脂熔化。

A.7.3.3 将预热的铜环移至另一光洁的铁板上,把熔化的树脂立即倾入铜环中(自熔化开始至倾入铜环为止的时间不得超过 5min)。稍冷,以清洁的刮刀刮去环面多余的树脂,冷却。

A.7.3.4 将铜环、铜套放在软化点测定仪的支架上,插入温度计,将钢球放在铜环中心。

A.7.3.5 将软化点测定仪的支架放入盛有丙三醇的烧杯中,加热,控制升温速度 5℃/min,钢球落至支架底板时的温度即为树脂的软化点。

平行测定值的绝对差值应不大于 2℃,取其算术平均值为测定结果。

## A.8 聚速的测定

## A.8.1 试剂

六次甲基四胺。

## A.8.2 设备

A.8.2.1 铁板装置,带有直径为 50mm 中心槽和测温孔的厚度为 25mm 的铁板,用电炉加热,温度保持在 150℃±1℃。

A.8.2.2 秒表。

A. 8.2.3 研钵。

A. 8.2.4 电子天平,分度值 0.01g。

A. 8.2.5 刮刀,宽约 10mm,长 100mm~150mm。

A. 8.3 操作步骤

A. 8.3.1 试样制备

称取 9.0g(精确至 0.01g)树脂样品和 1.0g(精确至 0.01g)六次甲基四胺,置于研钵中研磨均匀作为试样。

A. 8.3.2 测定

准确称取 1.0g(精确至 0.01g)试样,将其均匀分布于预先加热到  $150^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  铁板的中心槽内,待试样完全熔化后按动秒表,用刮刀随时向上拉丝,直至拉不成丝时,立即停止秒表,记录时间即为酚醛树脂的聚速。

平行测定值的绝对差值应不大于 5s,取其算术平均值为测定结果。

A. 9 残碳量的测定

A. 9.1 原理

将一定量的酚醛树脂置于瓷坩埚中,经高温灼烧后,称量,计算其残碳量。

A. 9.2 仪器和试剂

A. 9.2.1 电子天平,分度值 0.0001g。

A. 9.2.2 高温电阻炉,带温度控制器。

A. 9.2.3 瓷坩埚,50mL。

A. 9.2.4 干燥器。

A. 9.3 热塑性液体树脂试样的准备

称取 18.0g(精确至 0.01g)热塑性树脂样品和 2.0g(精确至 0.01g)六次甲基四胺于 100mL 烧杯中混匀作为试样。

A. 9.4 测定

A. 9.4.1 称取 1.8g~2.2g(精确至 0.0001g)试样,置于已知质量并于  $800^{\circ}\text{C}$  恒量的坩埚中(不含六次甲基四胺的粉状树脂直接按 A. 9.4.3 操作)。

A. 9.4.2 将坩埚放在低温电炉上,待坩埚内无挥发物冒出时,取下。

A. 9.4.3 盖上盖放到  $800^{\circ}\text{C}$  的高温炉中灼烧 7min 取出,在空气中稍冷,移入干燥器中,冷却至室温称量。

A. 9.5 结果计算

残碳量用质量分数  $\omega_c$  计,数值以%表示,按(A. 6)式计算:

$$\omega_c = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (\text{A. 6})$$

式中:

$m$ ——试样质量,单位为克(g);

$m_1$ ——试样灼烧后质量,单位为克(g)。

平行测定值的绝对差值应不大于 2%,取其平均值为测定结果。

A. 10 游离醛的测定

A. 10.1 原理

树脂中游离甲醛与盐酸羟胺反应,生成等摩尔的酸,然后用氢氧化钠中和生成的酸。



A. 10.2 仪器

A. 10.2.1 磁力搅拌器。

- A. 10.2.2 烧杯, 250mL。  
 A. 10.2.3 移液管, 25mL。  
 A. 10.2.4 滴定管, 50mL(酸式), 50mL(碱式)。  
 A. 10.2.5 酸度计。  
 A. 10.2.6 电子天平, 分度值 0.01g。  
 A. 10.3 试剂  
 A. 10.3.1 甲醇, 分析纯。  
 A. 10.3.2 硫酸, 0.1mol/L。  
 A. 10.3.3 盐酸羟胺溶液(10%), 称取 10g 盐酸羟胺(分析纯)溶解于 90mL 的蒸馏水中。  
 A. 10.3.4 氢氧化钠标准溶液,  $C(\text{NaOH})=0.2\text{mol/L}$ 。  
 A. 10.4 测定

称取 4.5g~5.5g(精确至 0.01g)样品于 250mL 烧杯中, 加入 100mL 甲醇, 并在磁力搅拌器上搅拌, 搅拌时加入 50mL 蒸馏水, 用 0.1mol/L 的硫酸溶液滴定至 pH3.5, 加入 25mL 10% 的盐酸羟胺溶液, 并搅拌 30s, 静置 15min, 用 0.2mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至 pH3.5 为终点。同时作空白实验。

#### A. 10.5 结果计算

游离醛含量用质量分数  $\omega_{\text{醛}}$  计, 数值以%表示, 按式(A.7)计算:

$$\omega_{\text{醛}} = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 0.03003}{m} \times 100 \quad (\text{A.7})$$

式中:

$V_1$ ——滴定试样所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$V_2$ ——空白试验所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$C$ ——氢氧化钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

0.03003——每毫摩尔氢氧化钠标准溶液相当于甲醛的摩尔质量, 单位为克每毫摩尔(g/mol);

$m$ ——试样质量, 单位为克(g)。