

С С С Р	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 8728—66
Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР	ПЛАСТИФИКАТОРЫ Plasticizers	Взамен ГОСТ 8728—58 Группа Л27

Настоящий стандарт распространяется на пластификаторы, представляющие собой эфиры различных спиртов и дикарбоновых кислот.

I. МАРКИ

1.1. В зависимости от исходного сырья и физико-химических свойств пластификаторы должны выпускаться следующих марок:

ДМФ—диметилфталат—сложный эфир

метилового спирта и ортофта-

левой кислоты,

эмпирическая формула—

$C_6H_4(COOCH_3)_2$,

молекулярный вес—194,19*;

ДЭФ—диэтилфталат—сложный эфир

этилового спирта и ортофта-

левой кислоты,

эмпирическая формула—

$C_6H_4(COOC_2H_5)_2$,

молекулярный вес—222,24*;

ДБФ—дибутилфталат—сложный эфир

нормального бутилового спир-

та и ортофталевой кислоты,

эмпирическая формула—

$C_6H_4(COOC_4H_9)_2$,

молекулярный вес—278,35*;

ДОФ—диоктилфталат—сложный эфир

2-этилгексилового спирта и

ортофталевой кислоты,

эмпирическая формула—

$C_6H_4(COOC_8H_{17})_2$,

молекулярный вес—390,57*;

Внесен Министерством
химической
промышленности СССР

Утвержден Комитетом стандартов,
мер и измерительных приборов
при Совете Министров СССР
22/X 1966 г.

Срок введения
1/1 1968 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

ДАФ-789

(бывшая ВСФ)—диалкилфталат—сложный эфир смеси нормальных спиртов C_7-C_9 и ортофталевой кислоты, эмпирическая формула— $C_6H_4(COOR)_2$, где R—радикал с 7, 8, 9 атомами углерода, средний молекулярный вес—390,57*;

ДКФ—дикаприлфталат—сложный эфир вторичного октилового спирта (метилгексилкарбинол) и ортофталевой кислоты, эмпирическая формула— $C_6H_4(COOC_8H_{17})_2$, молекулярный вес—390,57*;

ДБС—дибутилсебацинат—сложный эфир нормального бутилового спирта и себациновой кислоты, эмпирическая формула— $C_8H_{16}(COOC_4H_9)_2$, молекулярный вес—314,47*;

ДОС—диоктилсебацинат—сложный эфир 2-этилгексилового спирта и себациновой кислоты, эмпирическая формула— $C_8H_{16}(COOC_8H_{17})_2$, молекулярный вес—426,68*.

2. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

2.1. Пластификаторы должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

2.2. Готовая продукция должна быть принята техническим контролем предприятия-поставщика. Поставщик должен гарантировать соответствие всех выпускаемых пластификаторов требованиям настоящего стандарта.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Пластификаторы должны поставляться партиями. За партию принимают количество пластификаторов одной марки и сорта, однородного по всем качественным показателям и сопровождаемого одним удостоверением о качестве. При отгрузке пластификатор-

* По международным атомным весам 1961 г.

ров в железнодорожных цистернах каждую цистерну считают партией.

3.2. Для контрольной проверки потребителем качества пластификатора, а также соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта должны применяться правила отбора проб и методы испытаний, указанные ниже.

3.3. Для контрольных испытаний отбирают пробы от каждой цистерны или от 10% бочек, бидонов или бутылей, но не менее чем из трех мест при малых партиях. При партии менее трех бочек, бидонов или бутылей пробы отбирают от каждого места.

Пробу отбирают пробоотборником или чистой стеклянной трубкой в равных количествах на разных уровнях тары.

Наименование показателей	Нормы			
	ДМФ	ДЭФ	ДБФ	I сорт
1. Внешний вид	Прозрачная однородная маслянистая			
2. Цвет по йодометрической шкале не темнее номера	0,5	0,5	1	1
3. Цвет по кобальтовой шкале не темнее номера	Не опре			
4. Плотность при 20°C в г/см³, не менее	1,189	1,117	1,045	0,982
5. Кислотное число в мг КОН на 1 г пластификатора, не более	0,10	0,10	0,15	0,10
6. Кислотное число после прогрева в мг КОН на 1 г диметилфталата, не более	0,4			
7. Число омыления в мг КОН на 1 г пластификатора, в пределах что должно соответствовать содержанию пластификатора в %, не менее	571—583	499—509	399—407	284—290
8. Температура вспышки в °C, не менее	99	99	99	99
9. Удельное объемное электрическое сопротивление при 20°C в ом·см, не менее	Не определяется		168	205
10. Стабильность дибутилсебацината при сплавлении с поливинилбутирам	Не определяется			
	1 · 10¹¹			
	Не опре			

П р и м е ч а н и я:

- Кислотное число после прогрева определяется только при поставке
- По согласованию с потребителем показатель удельного объемного элек ДАФ-789 не определяется.
- Стабильность дибутилсебацината при сплавлении с поливинилбутирам винилбутиральной пленки.
- Пластификаторы II сорта поставляются по согласованию с потребите

Общий объем отобранный пробы должен быть не менее 0,5 л.

3.4. Пробу тщательно перемешивают и помещают в чистую сухую плотно закрываемую склянку. На склянку наклеивают этикетку с обозначением: наименования предприятия-поставщика, наименования пластификатора, сорта, номера партии и даты отбора пробы. Склянку с пробой передают в лабораторию для проведения испытания.

3.5. Определение внешнего вида

В стеклянную химическую пробирку диаметром 25 мм (ГОСТ 10515-63) наливают пластификатор и просматривают его в проходящем свете. Пластификатор должен соответствовать требованиям п. 1 таблицы.

для марок								
ДОФ		ДАФ-789		ДКФ	ДБС		ДОС	
II сорт	I сорт	II сорт			I сорт	II сорт	I сорт	II сорт
жидкость без механических примесей, со слабым специфическим запахом								
6	3	9	Не определяется	0,5	0,5	3	10	
делается			10		Не определяется			
0,982	0,975	0,975	0,965	0,933	0,933	0,913	0,913	
0,10	0,10	0,15	0,35	0,10	0,15	0,15	0,20	
Не определяется								
284—290	280—300	280—300	284—290	353—360	353—360	261—270	261—270	
99	Не определяется		99	99	99	99	99	
203	200	195	180	183	183	215	212	
5·10 ¹⁰	5·10 ¹⁰	3·10 ¹⁰	Не определяется			5·10 ¹⁰	5·10 ¹⁰	
делается			По п. 3.13 настоящего стандарта			Не определяется		

диметилфталата для производства ацетилцеллюлозного этрола.
трического сопротивления при 20°C для пластификатора марок ДОФ и
определяется только при поставке дибутилсебацинаты для получения поли-
лем.

3.6. Определение цвета по йодометрической и кобальтовой шкале

3.6.1. Применяемые реактивы и растворы:

йод по ГОСТ 4159—64, возгонный;

калий йодистый по ГОСТ 4232—65, концентрированный раствор и 10%-ный раствор;

кислота серная по ГОСТ 4204—66;

кобальт сернокислый по ГОСТ 4462—48;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—65;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53.

3.6.2. Приготовление йодометрической шкалы

0,2 г йода взвешивают с точностью до 0,0002 г и помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, содержащую небольшое количество концентрированного раствора йодистого калия. После растворения йода объем раствора в колбе доводят 10%-ным раствором йодистого калия до метки и взбалтывают.

Полученный раствор соответствует № 100 йодометрической шкалы. Для предохранения раствора от обесцвечивания в него добавляют несколько капель серной кислоты.

Растворы, соответствующие № 0,5; 1; 2 и т. д. йодометрической шкалы, готовят следующим способом: 0,5; 1; 2 мл и т. д. раствора, соответствующего № 100 йодометрической шкалы, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора в колбе 10%-ным раствором йодистого калия до метки и перемешивают.

Получают растворы, соответствующие № 0,5; 1; 2 и т. д. йодометрической шкалы.

Растворы йодометрической шкалы наливают в стеклянные химические пробирки диаметром 12 ± 1 мм (ГОСТ 10515—63).

3.6.3. Приготовление кобальтовой шкалы

0,2 г сернокислого кобальта взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и растворяют в небольшом количестве воды. После растворения приливают туда же 15 мл раствора, приготовленного растворением 0,05 г двухромовокислого калия в 100 мл воды. Объем раствора доводят водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор соответствует № 9 кобальтовой шкалы.

Разбавлением водой раствора № 9 получают: в 1,5 раза—раствор № 8, в 2 раза—раствор № 7.

Разбавлением водой раствора № 7 получают: в 1,5 раза—раствор № 6, в 2 раза—раствор № 5.

Разбавлением водой раствора № 5 получают: в 1,5 раза—раствор № 4, в 2 раза—раствор № 3.

Разбавлением водой раствора № 3 получают: в 1,5 раза—раствор № 2, в 2 раза—раствор № 1.

Дистиллированную воду принимают за нулевой номер кобальтовой шкалы. При получении раствора темнее раствора № 9 для

каждого последующего нечетного номера шкалы берут сернокислого кобальта и двухромовокислого калия в 2 раза больше, чем для предыдущего нечетного номера, а для четных номеров—в 1,5 раза больше. Так для получения раствора соответствующего № 10 шкалы берут 0,3 г сернокислого кобальта и 0,075 г двухромовокислого калия.

Раствор готовят так же, как раствор № 9.

Растворы кобальтовой шкалы наливают в стеклянные химические пробирки диаметром 20—22 мм (ГОСТ 10515—63).

3.6.4. Проведение испытания

Пластификатор наливают в стеклянную химическую пробирку такого размера, как и пробирка с раствором той шкалы, по которой определяют цвет. Сравнивают интенсивность окраски пластификатора с цветом растворов соответствующей шкалы.

3.7. Определение плотности

Испытуемый пластификатор хорошо перемешивают, наливают в измерительный цилиндр вместимостью 250 мл (ГОСТ 1770—64) и помещают в термостат с водой, имеющей температуру 20°C. Уровень воды в термостате после погружения цилиндра должен быть выше уровня пластификатора в цилиндре на 15—20 мм. Когда пластификатор в цилиндре достигнет температуры 20°C, в него свободно погружают денсиметр типа I (ГОСТ 1300—57).

Показания денсиметра отсчитывают по нижнему мениску.

3.8. Определение кислотного числа

3.8.1. Применяемые реагенты и растворы:

спирт этиловый ректифицированный (гидролизный) высшей очистки;

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 0,05 н раствор;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1 %-ный спиртовой раствор;

колба коническая по ГОСТ 10394—63, вместимостью 250 мл;

микробюретка по ГОСТ 1770—64 типа II, вместимостью 10 мл.

3.8.2. Проведение испытания

50 г пластификатора взвешивают в конической колбе с точностью до 0,01 г и приливают к нему 50 мл этилового спирта, предварительно нейтрализованного 0,05 н раствором едкого кали до появления слабо-розовой окраски. При цвете пластификатора темнее № 3 вместо 50 мл спирта приливают 100 мл.

Полученный раствор титруют из микробюретки в присутствии фенолфталеина 0,05 н раствором едкого кали до появления слабо-розового окрашивания.

Кислотное число в миллиграммах КОН на 1 г пластификатора (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 2,805}{G},$$

где:

V — объем точно 0,05 н раствора едкого кали, пошедший на титрование пробы пластификатора, в мл;

G — навеска пластификатора в г;

2,805 — количество едкого кали, содержащееся в 1 мл точно 0,05 н раствора KOH, в мг.

3.9. Определение кислотного числа после прогрева

3.9.1. Применяемые реагенты и приборы:

спирт этиловый ректифицированный (гидролизный) высшей очистки;

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 0,05 н раствор;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор;

глицерин химически чистый по ГОСТ 6259—52;

баня с внутренним диаметром не менее 150 мм и высотой не менее 180 мм, снабженная крышкой с отверстиями в центре для термометра и мешалки и симметрично расположенным отверстиями для пробирок. Мешалка представляет собой стержень с проволочным кольцом, находящимся в пространстве между пробирками и стенками бани;

электрическая плитка с закрытым обогревом;

термометры со шкалой на 250°C типа А по ГОСТ 2823—59;

стеклянные пробирки диаметром 21 ± 1 мм и высотой 200 ± 5 мм, со стеклами толщиной $1 \pm 0,3$ мм, снабженные резиновыми кольцами для опоры;

стеклянные конические колбы (с притертой пробкой) по ГОСТ 10394—63, вместимостью 200—300 мл;

микробюretки по ГОСТ 1770—64 типа II, вместимостью 10 мл.

3.9.2. Проведение испытания

В три чистые сухие пробирки наливают по 25 мл диметилфталата. В одну из пробирок через отверстие в резиновой пробке вставляют термометр так, чтобы шарик ртути погружался в диметилфталат на 25 мм. Другие две пробирки закрывают пробками. В пробках, закрывающих пробирки, должны быть отверстия для выхода воздуха. Все пробирки должны быть обернуты оловянной фольгой.

Все пробирки помещают в предварительно нагретую до 207—210°C глицериновую баню так, чтобы уровень глицерина превышал уровень диметилфталата на 25—30 мм, причем температура бани при погружении пробирок не должна падать ниже 200°C. Скорость нагрева глицериновой бани регулируется так, чтобы температура, показываемая термометром в диметилфталате, достигала 205°C за 8—10 мин. Затем диметилфталат прогревают при 205 ± 2 °C.

Через 40 мин с момента погружения пробирок пробы вынимают, охлаждают на воздухе до комнатной температуры. Затем отбирают из всех пробирок 50 г диметилфталата и определяют кислотное число по п. 3.8.2.

3.10. Определение числа омыления и содержания пластификатора

3.10.1. Применяемые реагенты и приборы:

спирт этиловый ректифицированный (гидролизный) высшей очистки;

калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 4203—65, 0,5 н спиртовой раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118—67, 0,5 н раствор;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—51, 1%-ный спиртовой раствор;

колба коническая по ГОСТ 10394—63, вместимостью 250 мл;

холодильник по ГОСТ 9499—60 типа III, на шлифах;

бюretка по ГОСТ 1770—64 типа I, вместимостью 50 мл;

пипетка по ГОСТ 1770—64 типа I, вместимостью 50 мл.

3.10.2. Проведение испытания

1 г испытуемого пластификатора взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и приливают туда 50 мл 0,5 н спиртового раствора едкого кали. Колбу соединяют с пришлифованным к ней обратным холодильником и нагревают в течение 2 ч на кипящей водяной бане. После охлаждения до комнатной температуры раствор в колбе титруют 0,5 н раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до обесцвечивания.

Параллельно ставят контрольный опыт. Определение производят в тех же условиях, но без пластификатора.

Число омыления в миллиграммах КОН на 1 г пластификатора (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 28,05}{G},$$

Содержание пластификатора (X_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,00025M \cdot 100}{G},$$

где:

V —объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование контрольного опыта, в мл;

V_1 —объем точно 0,5 н раствора соляной кислоты, пошедший на титрование испытуемого раствора, в мл;

28,05—количество едкого кали, соответствующее 1 мл точно 0,5 н раствора соляной кислоты, в мг;

G —навеска пластификатора в г;

0,00025M—количество пластификатора (эфира дикарбоновой кислоты), соответствующее 1 мл точно 0,5 н раствора едкого кали, в г, где M—молекулярный вес пластификатора.

3.11. Температуру вспышки пластификатора определяют по ГОСТ 4333—48.

3.12. Удельное объемное электрическое сопротивление определяют по ГОСТ 6581—66 при напряжении 1000 в.

3.13. Определение стабильности дибутилсебацината при сплавлении с поливинилбутиралем

3 г поливинилбутираля взвешивают в лоточке с точностью до 0,1 г, туда же добавляют 5 мл дибутилсебацината. Смесь тщательно перемешивают и ее выдерживают в терmostате при $135 \pm 1^{\circ}\text{C}$ в течение 3,5 ч.

Пластификатор считается стабильным, если после извлечения лоточек из терmostата нет пожелтения массы по всей толщине слоя, что проверяется путем разрезания лоточка.

Допускается легкое пожелтение поверхности массы.

Лоточки готовят из пергамента или подпергамента. Берут лист бумаги размером 130×80 мм, перегибают по краям на расстоянии 20×25 мм, края загибают и скрепляют.

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Пластификаторы разливают в стеклянные бутыли вместимостью до 60 л, в бидоны, бочки, железнодорожные цистерны или контейнеры, изготовленные из алюминия.

Тара для упаковки пластификаторов должна быть чистой и сухой. Бутыли закупоривают стеклянными притертymi пробками. Пробку и горло бутыли покрывают тканью, пергаментом, целлофаном или полиэтиленовой пленкой и обвязывают шпагатом. Бутыли помещают в корзины, ящики или решетки, изготовленные из дерева или металла и выложенные внутри мягким упаковочным материалом. Наружная ограждающая тара для бутылей должна быть выше бутыли с пробкой не менее чем на 20 мм.

Бидоны, бочки и железнодорожные цистерны должны быть закупорены герметично с применением уплотнительных прокладок из асбеста, прессшпана или других материалов, на которые не действуют пластификаторы.

Диоктилфталат, применяемый для медицинского пластика, должен транспортироваться только в стеклянных бутылях с маркировкой «для ПМ».

Диметилфталат с 1 октября по 15 апреля транспортируют только в алюминиевых бочках.

4.2. На бутыли, бидоны, крышки люка цистерны или контейнеры прикрепляют бирку с обозначениями:

- а) наименования организации, в систему которой входит предприятие-изготовитель;
- б) наименования и сорта пластификатора;
- в) номера партии;
- г) веса брутто и нетто;
- д) номера настоящего стандарта.

На бочки при помощи трафарета наносят те же обозначения несмываемой краской.

4.3. Каждую поставляемую партию пластификатора сопровождают документом, удостоверяющим качество продукта.

Документ должен содержать:

- а) наименование продукта, марку и сорт;
- б) дату изготовления пластификатора;
- в) номер партии, количество мест в партии;
- г) вес брутто и нетто;
- д) показатели качества пластификатора по проведенным испытаниям или подтверждение о соответствии пластификатора требованиям настоящего стандарта;
- е) номер настоящего стандарта.

4.4. Пластификаторы должны храниться в герметично закрытой алюминиевой таре, а также в таре из нержавеющей стали или в стеклянных бутылках, защищенных от воздействия прямых солнечных лучей.

4.5. Гарантийный срок хранения пластификаторов—шесть месяцев со дня их изготовления при соблюдении требований пп. 4.4 и 4.6.

4.6. При транспортировании пластификаторов и хранении их должны быть приняты меры, обеспечивающие защиту от попадания влаги во внутрь тары.

Замена

ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46
ГОСТ 6581—66 введен взамен ГОСТ 6581—53