УДК 547.56

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 4803—84
	ТРИСАРАЛКИЛФЕНИЛФОСФИТ	Группа Л29

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на продукт алкилирования фенола стиролом, применяемый в качестве антиоксиданта для полимерных материалов, поставляемый под торговым названием антиоксидант 6 (АО 6)

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Показатели качества трисаралкилфенилфосфита должны соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма
1. Кинематическая вязкость при 50°С, 10^4 m^2/s, не более	5,5
2. Содержание фосфора, %	От 3,2 до 4,0
3. Содержание хлора, %, не более	0,1
4. Содержание железа, %, не более	0,05
5. Кислотное число, mg KOH/g, не более	0,8
6. Цвет по Гарднеру, °Г, не более	5

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Общие положения

Для приготовления растворов применяют дистиллированную воду и реактивы квалификации ч. д. а.

2.2. Пробы

2.2.1. Пробы отбирают из каждой пятой единицы упаковки, а при поставках до пяти единиц упаковки — из каждой отдельной упаковки.

2.2.2. Точечные пробы отбирают любым ручным пробоотборником, обеспечивающим отбор пробы по всей высоте слоя продукта.

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Варшава, декабрь 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

Пробоотборник должен быть изготовлен из материала, не оказывающего влияния на свойства испытуемого продукта.

2.2.3. Точечные пробы соединяют в равных количествах и тщательным перемешиванием готовят объединенную пробу. Из объединенной пробы отбирают не менее 200 g в качестве лабораторной пробы, которую помещают в сосуд с пришлифованной пробкой и используют для испытания.

2.3. Определение кинематической вязкости

Кинематическую вязкость определяют по СТ СЭВ 1494—79 при температуре 50°С на капиллярном вискозиметре типа Оствальда (Канон-Фенске).

2.4. Определение содержания фосфора

2.4.1. *Сущность метода*

Метод заключается в образовании окрашенного молибденово-ванадиево-фосфорного комплекса и фотометрическом измерении оптической плотности комплексного соединения при длине волны 467 nm.

2.4.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

2.4.2.1. Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

2.4.2.2. Холодильник воздушный.

2.4.2.3. Колба с притертой пробкой вместимостью 50 cm^3.

2.4.2.4. Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 cm^3.

2.4.2.5. Закрытый электронагревательный прибор.

2.4.2.6. Кислота серная, 98%-ная.

2.4.2.7. Кислота азотная, 65%-ный раствор.

2.4.2.8. Натрия гидроокись, 30%-ный раствор.

2.4.2.9. Фосфор, основной раствор, готовят по СТ СЭВ 810—77; соответствующим разбавлением готовят раствор сравнения, содержащий 0,05 mg фосфора в 1 cm^3.

2.4.2.10. Натрий ванадиевокислый, 0,25%-ный раствор; готовят следующим образом: взвешивают 2 g пятиокиси ванадия с погрешностью не более 0,01 g, размешивают в 50 cm^3 воды, добавляя 30 cm^3 раствора гидроокиси натрия. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 cm^3 и доливают водой до метки.

2.4.2.11. Аммоний молибденовокислый, 5%-ный раствор, готовят следующим образом: взвешивают 50 g молибденовокислого аммония с погрешностью не более 0,01 g, растворяют в воде температурой 40—45°С, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 cm^3 и доливают водой до метки.

2.4.2.12. Фенолфталеин, 0,1%-ный спиртовой раствор; готовят по СТ СЭВ 809—77.

2.4.3. *Подготовка к испытанию*

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 cm^3 помещают 5, 10, 15, 20, 25 cm^3 раствора сравнения, добавляют 30 cm^3 воды и 2 cm^3 серной кислоты,

затем нейтрализуют раствором гидроокиси натрия, применяя в качестве индикатора 1 каплю фенолфталеина (при большем количестве фенолфталеина появляется помутнение), добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты. Раствор оставляют для охлаждения до комнатной температуры. После охлаждения в раствор добавляют 10 $см^3$ аммония молибденовокислого и 5 $см^3$ натрия ванадиевокислого и доводят объем водой до метки. Одновременно в колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают все вышеперечисленные растворы, кроме раствора сравнения, и доводят объем водой до метки. Через 30 min измеряют оптическую плотность по отношению к раствору, приготовленному в той же последовательности, но без раствора сравнения, при длине волны 467 nm.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержание фосфора в растворах сравнения в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

2.4.4. *Проведение испытания*

0,1 g испытуемой пробы взвешивают с погрешностью не более 0,0002 g и помещают в колбу с пришлифованной пробкой для минерализации. Добавляют к испытуемому раствору 3 $см^3$ серной кислоты и 2 $см^3$ азотной кислоты, к колбе присоединяют воздушный холодильник и содержимое колбы минерализуют при постепенном нагревании на закрытом электронагревательном приборе до тех пор, пока раствор не станет прозрачным.

В охлажденный раствор добавляют 10 $см^3$ воды и выпаривают остаток двуокиси азота. Раствор должен быть бесцветным и прозрачным. Содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем водой до метки, 10 $см^3$ полученного раствора отбирают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ воды и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (как указано в п. 2.4.3), затем добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты, 10 $см^3$ аммония молибденовокислого и 5 $см^3$ натрия ванадиевокислого, доводят объем водой до метки. Раствор оставляют на 30 min и затем поступают, как указано в п. 2.4.3.

Одновременно готовят контрольный раствор в той же последовательности, используя те же реактивы и в тех же количествах, но без испытуемой пробы.

Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 1 cm и по градуировочному графику находят содержание фосфора в миллиграммах.

2.4.5. *Обработка результатов испытания*

2.4.5.1. Содержание фосфора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_1\cdot 100\cdot 100}{m\cdot 1000\cdot 10}=\frac{m_1}{m}, \qquad (1)$$

где m_1 — содержание фосфора в испытуемом растворе, найденное по градуировочному графику, mg;

m — масса пробы, взятая для испытания, g.

2.4.5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов не менее двух параллельных испытаний, расхождение между которыми не должно превышать 0,1%.

2.5. Определение содержания хлора

2.5.1. *Сущность метода*

Метод заключается в отщеплении хлора при гидролизе и титровании его раствором роданистого калия в присутствии азотнокислого серебра по Фольгарду. Этим методом определяется общее содержание хлора в образце.

2.5.2. *Аппаратура, реактивы и растворы*

2.5.2.1. Баня водяная.

2.5.2.2. Холодильник обратный.

2.5.2.3. Колба вместимостью 250 cm^3.

2.5.2.4. Серебро азотнокислое, раствор концентрации $c\ (AgNO_3)=0{,}1\ mol/dm^3$.

2.5.2.5. Калий роданистый, раствор концентрации $c\ (KCNS)=0{,}1\ mol/dm^3$.

2.5.2.6. Квасцы железоаммонийные, раствор; готовят следующим образом: 0,4317 g железоаммонийных квасцов, взвешенных с погрешностью не более 0.0002 g, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 cm^3, растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 2 cm^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем водой до метки. 1 cm^3 этого раствора содержит 0,05 mg железа.

2.5.2.7. Кислота азотная, раствор 1+1.

2.5.2.8. Кислота соляная, концентрированная.

2.5.2.9. Нитробензол.

2.5.3. *Проведение испытания*

В колбу емкостью 250 cm^3 прибавляют 50 cm^3 азотной кислоты (раствор 1+1), порциями добавляется 8—10 g испытуемой пробы и после перемешивания приливается 40—42 cm^3 дистиллированной воды. Нагревается при подключении обратного холодильника с периодическим перемешиванием около 10 min. Содержимое колбы охлаждают и фильтруют через фильтровальную бумагу с синей полосой в химическом стакане. Первую порцию фильтрата выливают. С другой части отбирают пипеткой в колбу для титрования 50 cm^3 фильтрата, подкисляют концентрированной азотной кислотой (2—3 cm^3), добавляют из бюретки 10 cm^3 раствора азотнокислого серебра, 5 cm^3 нитробензола, 3 cm^3 раствора железоаммонийных квасцов и избыток азотнокислого серебра тит-

руют раствором роданистого калия концентрации c (KCNS) = = 0,1 mol/dm³.

Таким же образом определяют объем азотнокислого серебра, израсходованный на титрование перед гидролизом.

2.5.4. *Обработка результатов испытания*

2.5.4.1. Содержание хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003545 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}7090}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем точно 0,1 mol/dm³ раствора азотнокислого серебра, причем V является также разностью в cm³ азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = = 0,1 mol/dm³, и роданистого калия концентрации c (KCNS) = 0,1 mol/dm³;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование перед гидролизом, cm³;

0,003545 — количество хлора, соответствующее 1 cm³ раствора азотнокислого серебра концентрации точно 0,1 mol/dm³, g;

m — масса пробы, взятая для испытания, g.

2.5.4.2. Точность метода — 0,005%, расхождение между двумя параллельными испытаниями — 0,01%.

2.6. Определение содержания железа

Содержание железа определяют по СТ СЭВ 1748—79 роданидным методом со следующими добавлениями:

1) при приготовлении пробы для испытания около 5 g продукта взвешивают с погрешностью не более 0,01 g в конической колбе вместимостью 200 cm³, добавляют 25 cm³ толуола и содержимое перемешивают до растворения пробы, добавляют 15 cm³ бутилового спирта, 3,5 cm³ соляной кислоты, подсоединяют обратный холодильник и раствор кипятят в течение 30 min. Затем раствор промывают 3 раза в делительной воронке 20 cm³ воды. При втором и третьем промывании используют подкисленную соляной кислотой воду (на 20 cm³ воды добавляют 0,5 cm³ кислоты). Водные экстракты сливают в мерную колбу вместимостью 100 cm³;

2) приготовление контрольного раствора проводят аналогично приготовлению пробы, применяя те же количества реактивов (без пробы);

3) содержание железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \qquad (3)$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, mg;

m — масса пробы, взятая для испытания, g.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов не менее двух параллельных испытаний, расхождение между которыми не должно превышать 0,0003%.

2 7 Определение кислотного числа

2 7 1. *Сущность метода*

Метод заключается в нейтрализации гидроокисью калия испытуемого раствора в присутствии бромкрезолового зеленого в качестве индикатора.

2 7 2 *Реактивы и растворы*

2.7 2 1. Смесь хлороформ-этиловый спирт 1+1.

2 7.2.2 Калия гидроокись, раствор концентрации c (KOH) = =0,1 mol/dm³.

2 7 2.3. Бромкрезоловый зеленый, 0,2%-ный спиртовой раствор.

2 7 3 *Проведение испытания*

В колбу вместимостью 250 cm³ отмеряют 80 cm³ смеси хлороформ-этиловый спирт, добавляют 2—3 капли бромкрезолового зеленого и раствор нейтрализуют раствором гидроокиси калия до появления сине-зеленой окраски. Затем добавляют 10 g продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 g, перемешивают до полного растворения и титруют раствором гидроокиси калия.

2 7 4. *Обработка результатов испытания*

2 7 4 1 Кислотное число (X_3) в mg KOH/g вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{5{,}61\ V}{m}, \qquad (4)$$

где V — объем гидроокиси калия, израсходованный на титрование, cm³;

m — масса пробы, взятая для испытания, g;

5,61 — количество гидроокиси калия, соответствующее 1 cm³ раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 mol/dm³, mg.

2 7 4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов не менее двух параллельных испытаний, расхождение между которыми не должно превышать 0,02 mg KOH/g.

2 8 Определение цвета по Гарднеру

2 8.1. *Сущность метода*

Метод заключается в визуальном сравнении окраски продукта с цветовой шкалой (растворами сравнения).

2.8 2. *Аппаратура и растворы*

2.8.2.1. Набор, содержащий 18 бесцветных пробирок внутренним диаметром (0,75±0,003) mm, внешним диаметром 12,3 mm и длиной 112 mm.

2.8.2.2. Подставка для пробирок.

2.8.2.3. Железо хлористое (III) шестигидрат, основной раствор; готовят смешением 5 вес. ч. железа хлористого (III) шестигидрата и 1,2 вес. ч. 2%-ного раствора соляной кислоты. Раствор по цвету полностью соответствует цвету 3%-ного раствора хромовокислого ванадия в концентрированной серной кислоте, который применяют для контроля основного раствора. Применяемые сосуды для серной кислоты не могут содержать восстанавливающее загрязнение, поскольку уже самое низкое количество загрязнений вызывает изменение окраски.

2.8.2.4. Кобальт хлористый шестигидрат, основной раствор; готовят смешением 1 вес. ч. кобальта хлористого шестигидрата и 3 вес. ч. 2%-ного раствора соляной кислоты.

2.8.3. *Подготовка к испытанию*

Раствор сравнения по Гарднеру готовят смешением определенного количества основных растворов и 2%-ного раствора соляной кислоты — по табл. 2.

Таблица 2

Номера раствора сравнения по Гарднеру	Содержание в растворе сравнения, % по массе		
	основного раствора $CoCl_2$	основного раствора $FeCl_3$	HCl, 2%-ный раствор
1	0,13	0,19	99,68
2	0,19	0,29	99,52
3	0,29	0,43	99,28
4	0,43	0,65	98,92
5	0,65	0,97	98,38
6	1,00	1,30	97,70
7	1,70	1,70	96,60
8	2,50	2,00	95,50
9	3,30	2,60	94,10
10	5,10	3,60	91,30
11	7,50	5,30	87,20
12	10,80	7,60	81,60
13	16,60	10,00	73,40
14	22,20	13,30	64,50
15	29,40	17,60	53,00
16	37,80	22,80	39,40
17	51,30	25,60	23,10
18	100,00	0	0

Раствор сравнения хранят в бесцветных заплавленных стеклянных пробирках.

2 8 4 *Проведение испытания*

Число цветовой шкалы Гарднера определяют визуально в проходящем свете сравнением образца трисаралкилфенилфосфита в пробирке с растворами по Гарднеру

3. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

3 1 Трисаралкилфенилфосфит поставляют в оцинкованных бачках с двумя сливными отверстиями или в цистернах. Упаковка должна предохранять продукт от попадания влаги.

3 2 Маркировку груза производят в соответствии с СТ СЭВ 258—81 со следующим дополнением:

1) наименование продукта;

2) обозначение настоящего стандарта СЭВ,

3) номер партии и единицы упаковки.

3 3. Трисаралкилфенилфосфит транспортируют в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими для данного вида транспорта

3 4 Трисаралкилфенилфосфит хранят в сухих и крытых складах Расстояние между упаковками и от стены помещения должно быть не менее 0,5 m

Конец

ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ

ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О ТРИСАРАЛКИЛФЕНИЛФОСФИТЕ

1 Трисаралкилфенилфосфит является высокоэффективным, не дающим пятен, незначительно окрашивающим или совсем не окрашивающим стабилизатором для синтетических каучуков и пластмасс

2 Трисаралкилфенилфосфит представляет собой прозрачную, светло-желтую вязкую сильно гигроскопическую жидкость, с плотностью (1,08—1,18) $kg/m^3 \cdot 10^{-3}$ при 50°С плохо растворимую в ацетоне Растворяется неограниченно в бензоле, толуоле В форме водной эмульсии в умеренно щелочной среде продукт является стабильным

3 Трисаралкилфенилфосфит может быть использован в соответствии с международными правилами ВОЗ и при производстве упаковочных материалов, предназначенных для пищевых продуктов

4 Трисаралкилфенилфосфит не вызывает проявляющихся со временем изменений в организме

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 Автор — делегация ЧССР в Совете международной отраслевой организации по сотрудничеству в области малотоннажной химической продукции «Интерхим»

2. Тема — 35 600 06—79

3 Стандарт СЭВ утвержден на 56-м заседании ПКС.

4 Сроки начала применения стандарта СЭВ:

Страны—члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ		
ВНР	Январь 1987 г	
СРВ		
ГДР		
Республика Куба		
МНР		
ПНР		
СРР	—	—
СССР	Июль 1986 г.	—
ЧССР	Январь 1987 г.	Январь 1987 г

5 Срок проверки — 1993 г.

Сдано в наб. 19 03 85 Подп в печ 15 07 85 0,625 усл п. л 0,63 усл кр -отт 0,59 уч -изд л.
Тир. 850 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., Зак. 397