

Группа Л27.

Изменение № 2 ГОСТ 5728—76 Трикрезилфосфат технический

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.83
№ 2558 срок введения установлен**

с 01.11.83

Наименование стандарта дополнить словами: «Технические условия»;
«Specifications».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 24 9332.

По всему тексту стандарта заменить слово и единицы измерения: «содержание» на «массовая доля»; мл на см³; л на дм³.

(Продолжение см. стр. 168)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5728—76)

Пункт 1.2 дополнить абзацем: «Код по Общесоюзному классификатору промышленной и сельскохозяйственной продукции трикрезилфосфата высшего сорта — ОКП 24 9332 0101, первого сорта — ОКП 24 9332 0102».

Пункт 1.2. Таблицу и примечания изложить в новой редакции:

(Продолжение см. стр. 169)

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
1. Внешний вид	Прозрачная однородная маслянистая жидкость без видимых механических примесей	По п. 3.3
2. Цветность по платино-кобальтовой шкале, ед. Хазена, не более: высший сорт первый сорт	100 350	По ГОСТ 18522—73 и п. 3.4 настоящего стандарта
3. Плотность, г/см ³	1,174—1,195	По ГОСТ 18329—73 и п. 3.5 настоящего стандарта
4. Кислотное число, мг КОН/г, не более	0,08	По п. 3.6
5. Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,1	По п. 3.7
6. Температура вспышки, °С, не менее	228	По ГОСТ 12.1.021—80
7. Массовая доля золы, %, не более	0,1	По п. п. 3.8
8. Массовая доля свободного трикрезола, %, не более	0,08	По пп. 3.9 и 3.10
9. Удельное объемное электрическое сопротивление, Ом·см, не менее	1·10 ⁸	По ГОСТ 6581—75

Примечание. Удельное объемное электрическое сопротивление определяют только для трикрезилфосфата, предназначенного для кабельного пластика».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.3: «1.3. Пример условного обозначения трикрезилфосфата технического:

Трикрезилфосфат технический ГОСТ 5728—76».

Пункт 2.1 дополнить абзацем (после первого): «Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

массу нетто;

количество упаковочных единиц;

дату изготовления;

номер партии;

результаты проведенных испытаний или подтверждение о соответствии требованиям настоящего стандарта;

обозначение настоящего стандарта».

Пункт 3.1. Заменить слово: «Разовую» на «Точечную».

Пункт 3.2. Заменить слова: «разовые» на «точечные», «средней» на «объединенной».

Пункт 3.4 изложить в новой редакции: «3.4. Цветность по платино-кобальтовой шкале определяют по ГОСТ 18522—73. При фотометрическом методе

(Продолжение см. стр. 170)

определения испытуемую пробу наливают в стеклянную кювету слоем толщиной 50 мм и измеряют оптическую плотность относительно дистиллированной воды при длине волны 460 нм. Срок годности градуировочного графика 6 мес.

Пункты 3.6—3.6.3 изложить в новой редакции:

«3.6. Определение кислотного числа

Сущность определения заключается в титровании спиртового раствора испытуемого продукта раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора фенолового красного.

3.6.1. *Применяемые реактивы и посуда:*

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 10300—80, сорт высший или первый;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч. или ч. д. а., 0,1 н. раствор; калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч. или ч. д. а., 0,1 н. раствор; феноловый красный по ГОСТ 4599—73, раствор в этиловом спирте 0,2 г/дм³. Готовят следующим образом: в 2,85 см³ 0,05 н. раствора гидроокиси натрия и 5 см³ 95 % (по объему) этилового спирта помещают 50 мг фенолового красного нагревают до растворения и разбавляют 20 %-ным (по объему) этиловым спиртом до 250 см³;

колба КиКШ-250—29/72 ТС по ГОСТ 10394—72;

бюретка 1—2—10—0,05 по ГОСТ 20292—74.

3.6.2. *Проведение испытания*

100 г трикрезилфосфата взвешивают в конической колбе, приливают 50 см³ этилового спирта, предварительно нейтрализованного 0,1 н. раствором гидроокиси калия по феноловому красному. Полученный раствор титруют из бюретки 0,1 н. раствором гидроокиси калия в присутствии 0,5 см³ раствора фенолового красного до изменения цвета.

3.6.3. *Обработка результатов*

Кислотное число (X) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 5,61}{m},$$

где V — объем 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование пробы, см³;

5,61 — эквивалентная масса гидроокиси калия;

m — масса пробы, взятая для анализа, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 5 % относительно среднего значения.

Пункт 3.7.1. Заменить слова: «по ГОСТ 2823—73» на «на 200 °С с ценой деления 2 °С».

Пункт 3.8.1. Заменить ссылку: ГОСТ 19908—74 на ГОСТ 19908—80.

Пункт 3.9 дополнить словами: «бромидброматным методом».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.10—3.10.5: «3.10. Определение массовой доли свободного трикрезола методом УФ-спектроскопии

3.10.1. *Применяемые приборы, посуда и реактивы:*

спектрофотометр СФ-26 или другого аналогичного типа;

колбы 2—25—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770—74;

делительные воронки ВД1—50ХУ-1 по ГОСТ 8613—75;

пилетки 6—1—10, 7—1—10 по ГОСТ 20292—74;

натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, 0,5 %-ный раствор, предварительно отфильтрованный;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20289—74;

п-крезол реактивный;

стандартный раствор, содержащий 0,1 мг п-крезола в 1 см³ четыреххлористого углерода. Готовят следующим образом: растворяют примерно 0,0500 г

(Продолжение см. стр. 171)

п-крезола в 25 см³ четыреххлористого углерода в мерной колбе. Рассчитывают содержание п-крезола в 1 см³ раствора. Соответствующим разбавлением полученного раствора четыреххлористым углеродом в мерной колбе готовят рабочий стандартный раствор, содержащий 0,1 мг п-крезола в 1 см³ раствора.

3.10.2. Проведение испытания

Пробу трикрезилфосфата от 0,5 г до 2 г (в зависимости от содержания трикрезола), взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в делительную воронку и растворяют в 10 см³ четыреххлористого углерода.

Добавляют 10 см³ 0,5%-ного раствора гидроокиси натрия и экстрагируют 2 мин круговыми движениями. После расслаивания нижний (органический) слой сливают в другую делительную воронку для повторной экстракции, верхний (водно-щелочной) слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³.

После повторной экстракции органический слой отбрасывают, а водно-щелочной слой переливают в ту же мерную колбу, соединяя оба слоя вместе. Доливают до метки 0,5%-ным раствором гидроокиси натрия и перемешивают. Затем раствор фильтруют через плотный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые 2—3 см³ фильтрата. Остальную часть фильтрата помещают в кювету спектрофотометра слоем толщиной 1 см. Определяют оптическую плотность раствора относительно 0,5%-ного раствора гидроокиси натрия при длине волны 293 нм.

3.10.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы в четыреххлористом углероде из исходного стандартного раствора, содержащего 0,1 мг/см³ п-крезола в 1 см³ раствора.

В делительные воронки наливают пипеткой поочередно 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 см³ стандартного раствора, соответствующие 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8 мг п-крезола. Добавляют четыреххлористый углерод до 10 см³ и далее поступают, как указано в п. 3.10.2, последовательно определяя оптическую плотность каждого из полученных водно-щелочных экстрактов.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс значения концентраций от 0,1 до 0,8 мг (с интервалом 0,1 мг) в 25 см³ щелочного экстракта, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

3.10.4. Обработка результатов

Массовую долю свободного трикрезола (X_4) в процентах вычисляют:

а) пользуясь градуировочным графиком по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 25 \cdot 100}{m \cdot 1000} ,$$

(Продолжение см. стр. 172)

где m_1 — масса п-крезола, найденная по графику, мг;

m — масса пробы трикрезилфосфата, г;

б) пользуясь величиной ϵ по формуле

$$X_4 = \frac{A \cdot M \cdot 25 \cdot 100}{\Sigma \cdot m \cdot 1000},$$

где A — оптическая плотность анализируемого щелочного экстракта при 293 нм;

M — молекулярная масса определяемого крезоло, равная 108;

m — масса пробы трикрезилфосфата, г;

ϵ — молярный коэффициент поглощения п-крезола, равный 2260 при длине волны 293 нм.

Величину ϵ для каждого лабораторного прибора вычисляют по формуле

$$\epsilon = \frac{A}{c \cdot l},$$

где A — оптическая плотность стандартных растворов п-крезола по градуировочному графику;

c — концентрация стандартных растворов, найденная по градуировочному графику, моль/дм³;

l — толщина слоя раствора, см.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 10 % относительно среднего значения.

3.10.5. При возникновении разногласий в оценке массовой доли свободного трикрезола определение проводят методом УФ-спектроскопии.

Пункт 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 10674—75 на ГОСТ 10674—82.

Пункт 4.2 после первого абзаца дополнить абзацем: «наименование предприятия-изготовителя или его товарного знака».

Пункт 4.3 исключить.

Пункт 4.4 дополнить словами: «Трикрезилфосфат, упакованный в бочки, транспортируют пакетами в соответствии с ГОСТ 21929—76».

Пункт 5.2. Первый абзац дополнить словами: «и год — при изменении цвета до не более 500 ед. Хаэна».

Пункт 6.1 дополнить абзацем: «Трикрезилфосфат по воздействию на организм человека согласно классификации ГОСТ 12.1.007—76 относится к 2 классу опасности (высокоопасные вещества)».

Пункт 6.3 дополнить абзацем: «Предельно допустимая концентрация паров фенола и крезоло в воздухе производственных помещений составляет 0,3 и 0,5 мг/м³ соответственно».

(ИУС № 9 1983 г.)