

UDC 66.095.253.094.32

**DIPHENOXYETHYLPHTALATES AND
BUTOXYETHYLPHENOXYETHYLPHTALATES NEW PVC
PLASTICIZER**

**ДИФЕНОКСИЭТИЛФТАЛАТЫ И
БУТОКСИЭТИЛФЕНОКСИЭТИЛФТАЛАТЫ - НОВЫЕ
ПЛАСТИФИКАТОРЫ ПОЛИВИНИЛХЛОРИДА**

**A.K. Mazitova, G.K. Aminova, A.R. Maskova,
E.A. Byilova, D.V. Nedopekin**

**FSBEI NPE “Ufa State Petroleum Technological University”,
Ufa, the Russian Federation**

**Мазитова А.К., Аминова Г.К., Маскова А.Р.,
Буйлова Е.А., Недопекин Д.В.**

**ФГБОУ ВПО «Уфимский государственный нефтяной технический
университет», Уфа, Российская Федерация**

e-mail: asunarf@mail.ru

Abstract. To date, polyvinylchloride (PVC) is one of the most widely used large-scale polymers produced both in Russia and abroad. But the number of different types of products manufactured on its basis, undoubtedly, occupies a leading position. The most extensive application of PVC materials is construction. However, throughout the life of building materials and products made of polyvinylchloride (PVC) are exposed to aggressive environments of different origin (atmosphere, soil, acid, alkali, salts and their solutions, mineral and organic substances and etc.). Thus there is a significant change in their mechanical properties. Therefore, further development of PVC production and the constant expansion of the range of its application, primarily determined by the develop-

ment of new chemical additives - plasticizers that meet the demands of modern exploitation. In this regard, relevant and practically significant is the question of creation of competitive formulations of PVC compounds for construction purposes that meet modern technological and operational requirements and with specific properties. This paper presents the obtaining methods and physico-chemical and mechanical properties of new plasticizers – diphenoxyethylphthalates and butoxyethylphenoxyethylphthalates based on ethoxylated alcohols (phenol and butanol) used for obtaining special materials for construction application. The optimal conditions of obtaining them through a two-stage esterification of phthalic anhydride in a single reaction volume ethoxylated alcohols. It was found that PVC formulations adding developed plasticizers by all indicators meet the requirements of the applicable standards and by such indicators as stress at elongation, breaking stress, petrol, oil and heat resistance, even superior to standard samples. Developed phthalates on the basis of ethoxylated alcohols were promising plasticizers of polyvinylchloride.

Аннотация. На сегодняшний день поливинилхлорид (ПВХ) является одним из самых востребованных крупнотоннажных полимеров, производимых как в России, так и за рубежом. Но по количеству различных видов продукции, выпускаемых на его основе, несомненно, занимает лидирующую позицию. Наиболее широкой областью применения поливинилхлоридных материалов является строительство. Однако на протяжении всего срока эксплуатации строительные материалы и изделия из поливинилхлорида (ПВХ) подвергаются воздействию агрессивных сред различного происхождения (атмосфера, почва, кислоты, щёлочи, соли и их растворы, минеральные и органические вещества и т.д.). При этом происходит существенное изменение их механических свойств. Поэтому дальнейшее развитие производства ПВХ и постоянное расширение областей его применения, в первую очередь, определяется разработкой новых химикатов-добавок – пластификаторов, отвечающих современным повышенным требованиям эксплуатации. В связи с этим актуальным и практически значимым явля-

ется вопрос создания конкурентоспособных рецептур ПВХ-пластиков строительного назначения, отвечающих современным технологическим и эксплуатационным требованиям и обладающих специфическими свойствами. В данной работе нами описаны методы получения и некоторые физико-химические свойства новых пластификаторов – дифеноксиэтилфталатов и бутоксиэтилфеноксиэтилфталатов на основе оксиэтилированных спиртов (фенола и бутанола), используемых для получения специальных материалов строительного назначения. Подобраны оптимальные условия их получения путем двухстадийной этерификации фталевого ангидрида в одном реакционном объеме оксиэтилированными спиртами. Было выявлено, что ПВХ-рецептуры с добавлением разработанных нами пластификаторов по всем показателям удовлетворяют требованиям действующих стандартов, а по таким показателям, как напряжение при удлинении, разрушающее напряжение, бензостойкость, маслостойкость и термостойкость, даже превосходят стандартные образцы. Разработанные фталаты на основе оксиэтилированных спиртов представляются перспективными пластификаторами поливинилхлорида.

Key words: diphenoxyethylphthalates, butoxyethylphenoxyethylphthalates, ethoxylated butanol, ethoxylated phenol, PVC compounding, phthalate plasticizers polyvinylchloride, PVC materials of special appointment.

Ключевые слова: бутоксиэтилфеноксиэтилфталаты, дифеноксиэтилфталаты, оксиэтилированный бутанол, оксиэтилированный фенол, ПВХ-рецептура, поливинилхлоридные материалы специального назначения, фталатные пластификаторы поливинилхлорида.

Phthalates display excellent compatibility, required homogenization of the composition and provide performance properties for multiple use, carry out minor modifications due to other types of plasticizers. Phthalate plasticizers have good insulating properties, frost, heat and light resistance [1,2]. Therefore, plas-

tic compounds based on them are widely used in construction, engineering, as well as in agriculture and in household use [3]. Phthalate additives occupy 72 % of the segment of plasticizers. These plasticizers are mainly obtained from available inexpensive raw materials [4, 5].

Currently interest of researchers to develop new phthalic acid ester plasticizers is high.

We have studied the methods of obtaining and properties of some oxyalkylated alcohols phthalates and plastic compounds based on them. Works are carried out in the laboratory of the Department "Applied Chemistry and Physics" USPTU, founded by professor Hamaev V.H.

Experimental part

One of the ways to engage butanol and phenol in the synthesis of effective plasticizers is to obtain oxyethylated alcohols phthalates. Alcohols oxyethylation was performed by well known methods [6]. Reaction of alcohols oxyethylation is well studied and implemented in industrial scale. The process is carried out at temperatures of 110-160 °C by passing through heated alcohol ethylene oxide. As the catalyst most commonly used sodium or potassium hydroxide [7]. Synthesized oxyethylated phenols (1-8) and butanols (9-16) are colorless transparent liquid, readily soluble in water. Their physical and chemical characteristics are listed in Tables 1, 2.

Table 1. Physical and chemical properties of oxyethylated phenols

Indicators	Oxyethylated phenols							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Number of compounding	1	2	3	4	5	6	7	8
Oxyethylation degree, n	1.0	1.3	1.5	1.9	2.2	2.4	2.7	3.2
Density, d_4^{20}	1.1007	1.1045	1.1071	1.1111	1.1139	1.1158	1.1192	1.1251
Refraction index, n_D^{20}	1.5314	1.536	1.5387	1.5434	1.5476	1.5501	1.5532	1.5599
Ester number, mg KOH/g	789	723	683	619	574	552	516	469
Molecular mass, found	142	155	164	181	195	203	217	239
Molecular mass, calculated	138	151	160	178	191	200	213	235

Table 2. Physical and chemical properties oxyethylated butanols

Indicators	Oxyethylated butanols							
	9	10	11	12	13	14	15	16
Number of compounding	9	10	11	12	13	14	15	16
Oxyethylation degree, n	1.0	1.4	1.7	2.0	2.4	2.5	2.9	3.0
Density, d_4^{20}	0.9635	0.9705	0.9761	0.9824	0.9895	0.9912	0.9968	0.9979
Refraction index, n_D^{20}	1.4267	1.4298	1.4315	1.4333	1.4369	1.4376	1.4415	1.4428
Ester number, mg KOH/g	926	800	727	681	615	596	544	533
Molecular mass, found	121	140	154	165	182	188	206	210
Molecular mass, calculated	118	136	149	162	180	184	202	206

Obtained oxyethylated alcohols were subsequently used for the diphenoxyethylphthalates and butoxyethylphenoxyethylphthalates synthesis.

We synthesized diphenoxyethylphthalates (I-VIII) on the basis of oxyethylated phenols (oxyethylation degree ranges from 1.0 to 3.2) and butoxyethylphenoxyethylphthalates (IX-XVI) on the basis of oxyethylated butanols (oxyethylation degree ranges from 1.0 to 3.0) and oxyethylated phenol (oxyethylation degree of 1.0). We selected conditions of phthalic anhydride two step esterification in one reaction volume by oxyethylated alcohols, allowing to obtain the desired products with a maximum yield of [7-10]. Obtained esters are transparent, slightly hygroscopic yellowish oily liquid, highly soluble in organic solvents, but not soluble in water. Their physical and chemical properties are listed in Tables 3, 4. Analysis of physical and chemical parameters of developed plasticizers carried out in accordance to GOST 8728-88. Pour point is determined according to GOST 20287-91, a flash point - in accordance with GOST 4333-87.

Developed plasticizers have been tested in industrial formulations of PVC films (Formulation (weight fraction): PVC - 100; plasticizer - 50; barium stearate – 1.5, calcium stearate – 1.5). The test results are shown in Tables 5-7.

Table 3. Physical-chemical parameters of diphenoxyethylphthalates

Indicators	Diphenoxyethylphthalates								
	18	19	20	21	22	23	24	25	DBP*
Number of compounding	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	
Number of sample	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	
Oxyethylation degree, n	1.0	1.3	1.5	1.9	2.2	2.4	2.7	3.2	0.0
Density, d_4^{20}	1.1086	1.1107	1.1116	1.1135	1.1157	1.1197	1.1219	1.1235	1.0432
Refraction index, n_D^{20}	1.5194	1.5186	1.5182	1.5175	1.5172	1.5165	1.5156	1.5154	1.4904
Acid number, mg KOH/g	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1
Ester number, mg KOH/g	273	257	247	229	217	210	200	186	401
Molecular mass, found	411	436	454	490	515	534	560	603	279
Molecular mass, calculated	406	432	450	485	512	529	556	600	278
Pour point, °C	-40	-40	-39	-38	-39	-37	-40	-39	-40
Volatiles weight fraction (100 °C, 6 h.), %	0.10	0.12	0.11	0.12	0.11	0.10	0.12	0.10	0.30
Flash point, °C	200	198	199	199	200	200	199	198	168

* DBP - Dibutyl Phthalate

Table 4. Physical-chemical parameters of butoxyethylphenoxyethylphthalates

Indicators	Butoxyethylphenoxyethylphthalates								
	26	27	28	29	30	31	32	33	DBP
Number of compounding	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	
Number of sample	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	
Oxyethylation degree, n	1.0	1.4	1.7	2.0	2.4	2.5	2.9	3.0	0.0
Density, d_4^{20}	1.5190	1.5183	1.5180	1.5176	1.5171	1.5170	1.5164	1.5163	1.0432
Refraction index, n_D^{20}	1.1054	1.1081	1.1101	1.1119	1.1140	1.1145	1.1164	1.1167	1.4904
Acid number, mg KOH/g	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
Ester number, mg KOH/g	293	275	266	257	247	246	236	234	401
Molecular mass, found	391	408	421	435	453	455	475	479	279
Molecular mass, calculated	386	404	417	430	448	452	470	474	278
Pour point, °C	-39	-40	-40	-40	-39	-40	-38	-39	-40
Volatiles weight fraction (100 °C, 6 h.), %	0,1	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.11	0.30
Flash point, °C	200	200	200	200	200	200	198	199	168

Table 5. Results of tests of experimental films in the industrial formulation linoleum top layer

Indicators		PVC plastic with the proposed plasticizers								BBP*	Norms 00203312-100-2006
Test sample		I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		
Tensile strength, kgf/cm ²	along	285	280	274	272	273	275	280	286	299	Not less 175
	across	249	228	238	240	241	243	247	251	273	Not less 175
Elongation at break, %	along	260	286	265	270	269	257	261	257	216	Not less 100
	across	241	263	248	257	253	228	247	242	201	Not less 100
Linear change, %		2.4	2.4	2.4	2.2	2.3	2.4	2.3	2.2	2.6	Not more 3.0
Technological parameters											
Heat resistance at 180 °C, min.		1 h 48 min	1 h 36 min	1 h 46 min	1 h 57 min	1 h 56 min	1 h 41 min	1 h 39 min	1 h 37 min	1 h 05 min	With DOP 1 h 45 min
MFR, g/10min/ T=170 °C, P=16,6 kgf		8.0	7.5	7.6	8.2	7.9	7.1	8.0	7.4	7.4	7.1
Brittleness temperature, °C		Maintain									-25
Water adsorption, %		0.437	0.480	0.482	0.488	0.486	0.485	0.451	0.462	0.204	0.195
Extractibility by petrol, %		1.26	1.47	1.37	1.51	1.52	1.56	1.58	1.49	11.72	18.00
Extractibility by oil, %		10.5	10.6	10.7	10.8	10.8	11.0	10.9	10.9	4.35	11.0

* BBP - Butylbenzylphthalate

Table 6. Results of tests of experimental films in the industrial formulation intermediate layer linoleum

Indicators		PVC plastic with the proposed plasticizers								BBP	Norms of 00203312-100-2006
Test sample		I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		
Tensile strength, kgf/cm ²	along	135	146	157	172	174	177	179	174	179	Not less 100
	across	108	115	129	131	142	138	145	139	159	Not less 100
Elongation at break, %	along	192	224	237	240	246	249	250	243	251	Not less 100
	across	173	219	228	232	233	237	232	235	249	Not less 100
Linear change, %		2.4	2.4	2.4	2.3	2.4	2.2	2.3	2.4	2.5	Not more 3.0
Technological parameters											
Heat resistance at 180 °C, min.		1 h 48 min	1 h 37 min	1 h 42 min	1 h 57 min	1 h 57 min	1 h 58 min	1 h 47 min	1 h 59 min	1 h 05 min	With DOP 1 h 37 min
MFR, g/10min/ T=170 °C, P=16,6 kgf		9.0	9.8	9.7	10.0	9.9	9.8	10.0	9.7	9.4	9.9
Brittleness temperature, °C		Maintain								-25	
Water adsorption, %		0.437	0.477	0.479	0.488	0.469	0.460	0.471	0.476	0.204	0.195
Extractibility by petrol, %		1.56	1.57	1.56	1.61	1.58	1.56	1.59	1.61	11.72	18.00
Extractibility by oil, %		10.8	10.8	10.8	10.9	10.8	10.9	11.0	11.0	4.35	11.0

Table 7. Physical and mechanical properties of PVC films

Indicators	DBP	Test samples							
		IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI
Stress at elongation 100 %, MPa	8.6	12.4	12.5	12.3	12.0	12.1	11.8	12.2	12.3
Breaking stress, MPa	18.5	23.4	23.5	23.2	22.9	23.1	22.8	23.4	23.3
Breaking elongation, %	300	291	292	290	287	288	285	291	292
Freezing resistance, °C	-45	37	-38	-37	35	-35	34	-38	-38
Volatility at 130 °C during 6 h., %	15.3	5.1	4.7	3.2	2.9	2.5	2.2	4.1	4.4
Extractibility by water, %	0.283	0.297	0.317	0.322	0.319	0.326	0.323	0.319	0.325
Water adsorption, %	0.412	0.437	0.458	0.477	0.474	0.488	0.485	0.467	0.472
Extractibility by petrol, %	4.95	1.26	1.33	1.47	1.44	1.51	1.48	1.30	1.42
Extractibility by oil, %	15.2	10.5	10.9	11.0	10.7	11.1	10.8	10.8	11.2
MFR, g/10min.	65.4	38.7	39.5	40.3	40.0	40.7	40.4	39.8	40.3
Heat resistance at 180 °C, min	95	172	174	173	170	172	169	173	174
Long-term films storage at 25 °C during 4 month.	Films are good								

Discussion of Results

The test results show that the films obtained with adding in the formulation proposed plasticizers have high oil and petrol resistance, and by such parameters as stress at elongation, breaking stress and heat resistance superior to the standard sample.

The results show the effectiveness of diphenoxyethylphthalates and butoxyethylphenoxyethylphthalates in preparation of flexible PVC of special purpose.

Фталаты проявляют прекрасную совместимость, необходимую гомогенизацию композиции и дают совокупность эксплуатационных свойств для многостороннего использования, осуществляют минимальную модификацию за счет других типов пластификаторов. Фталатные пластификаторы обладают хорошими электроизоляционными свойствами, морозо-, тепло- и светостойкостью [1,2]. Поэтому пластикаты на их основе широко применяются в строительном секторе, технике, а также в сельском хозяйстве и в быту [3]. Фталатные добавки занимают 72% сегмента пластификаторов. Эти пластификаторы, в основном, получают из доступного недорогого сырья [4,5].

В настоящее время не ослабевает интерес исследователей к разработке новых сложноэфирных пластификаторов фталевой кислоты.

Нами проведены исследования методов получения и некоторых свойств фталатов оксиэтилированных спиртов и пластикатов на их основе. Работы проводятся в лаборатории кафедры «Прикладная химия и физика» УГНТУ, основанной профессором Хамаевым В.Х.

Экспериментальная часть

Одним из путей вовлечения бутанола и фенола в синтез эффективных пластификаторов является получение фталатов оксиэтилированных спиртов. Оксиэтилирование спиртов проводили по общеизвестным методикам [6]. Реакция оксиэтилирования спиртов хорошо изучена и осуществлена в промышленном масштабе. Процесс проводят при температурах 110-160 °С, пропуская через нагретый спирт оксид этилена. В качестве катализатора чаще всего применяют гидроксид натрия или калия [7]. Синтезированные оксиэтилированные фенолы (1-8) и бутанола (9-16) представляют собой бесцветные прозрачные жидкости, хорошо растворимые в воде. Их физико-химические показатели приведены в таблицах 1, 2.

Таблица 1. Физико-химические свойства оксиэтилированных фенолов

Показатели	Оксиэтилированные фенолы							
	1	2	3	4	5	6	7	8
№ соединения								
Степень оксиэтилирования, n	1,0	1,3	1,5	1,9	2,2	2,4	2,7	3,2
Плотность, d_4^{20}	1,1007	1,1045	1,1071	1,1111	1,1139	1,1158	1,1192	1,1251
Показатель преломления, n_D^{20}	1,5314	1,5360	1,5387	1,5434	1,5476	1,5501	1,5532	1,5599
Эфирное число, мг КОН/г	789	723	683	619	574	552	516	469
Молекулярная масса, найдено	142	155	164	181	195	203	217	239
Молекулярная масса, вычислено	138	151	160	178	191	200	213	235

Таблица 2. Физико-химические свойства оксиэтилированных бутанолов

Показатели	Оксиэтилированные бутанолы							
	9	10	11	12	13	14	15	16
№ соединения								
Степень оксиэтилирования, n	1,0	1,4	1,7	2,0	2,4	2,5	2,9	3,0
Плотность, d_4^{20}	0,9635	0,9705	0,9761	0,9824	0,9895	0,9912	0,9968	0,9979
Показатель преломления, n_D^{20}	1,4267	1,4298	1,4315	1,4333	1,4369	1,4376	1,4415	1,4428
Эфирное число, мг КОН/г	926	800	727	681	615	596	544	533
Молекулярная масса, найдено	121	140	154	165	182	188	206	210
Молекулярная масса, вычислено	118	136	149	162	180	184	202	206

Полученные оксиэтилированные спирты в дальнейшем были использованы для синтеза дифеноксиптилфталатов и бутоксиэтилфеноксиптилфталатов.

Нами синтезированы дифеноксиптилфталаты (I-VIII) на основе оксиэтилированных фенолов (степень оксиэтилирования варьируется от 1,0 до 3,2) и бутоксиэтилфеноксиптилфталаты (IX-XVI) на основе оксиэтилированных бутанолов (степень оксиэтилирования варьируется от 1,0 до 3,0) и оксиэтилированного фенола (степень оксиэтилирования 1,0). Нами подобраны условия двухстадийной этерификации фталевого ангидрида в одном реакционном объеме оксиэтилированными спиртами, позволяющие получить целевые продукты с максимальным выходом [7-10]. Полученные эфиры представляют собой прозрачные, слегка гигроскопичные маслянистые жидкости желтоватого цвета, хорошо растворимые в органических растворителях, но не растворимые в воде. Их физико-химические показатели приведены в таблицах 3, 4. Анализ физико-химических показателей разработанных пластификаторов проводили в соответствии с ГОСТ 8728-88. Температуры застывания определяли по ГОСТ 20287-91, температуру вспышки – по ГОСТ 4333-87.

Разработанные пластификаторы были испытаны в промышленных рецептурах ПВХ-пленок (Рецептура (масс. ч.): ПВХ – 100; пластификатор – 50; стеарат бария – 1,5; стеарат кальция – 1,5). Результаты испытаний приведены в таблицах 5-7.

Таблица 3. Физико-химические показатели дифеноксиэтилфталатов

Показатели	Дифеноксиэтилфталаты								ДБФ*
	18	19	20	21	22	23	24	25	
№ соединения	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	
№ образца	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	
Степень оксиэтилирования, n	1,0	1,3	1,5	1,9	2,2	2,4	2,7	3,2	0,0
Плотность, d_4^{20}	1,1086	1,1107	1,1116	1,1135	1,1157	1,1197	1,1219	1,1235	1,0432
Показатель преломления, n_D^{20}	1,5194	1,5186	1,5182	1,5175	1,5172	1,5165	1,5156	1,5154	1,4904
Кислотное число, мг КОН/г	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1
Эфирное число, мг КОН/г	273	257	247	229	217	210	200	186	401
Молекулярная масса, найдено	411	436	454	490	515	534	560	603	279
Молекулярная масса, вычислено	406	432	450	485	512	529	556	600	278
Температура застывания, °С	-40	-40	-39	-38	-39	-37	-40	-39	-40
Массовая доля летучих веществ (100 °С, 6 час.), %	0,10	0,12	0,11	0,12	0,11	0,10	0,12	0,10	0,30
Температура вспышки, °С	200	198	199	199	200	200	199	198	168

* ДБФ - дибутилфталат

Таблица 4. Физико-химические показатели бутоксиэтилфеноксиэтилфталатов

Показатели	Бутоксиэтилфеноксиэтилфталаты								ДБФ
	26	27	28	29	30	31	32	33	
№ соединения	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	
№ образца	IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	
Степень оксиэтилирования, n	1,0	1,4	1,7	2,0	2,4	2,5	2,9	3,0	0,0
Плотность, d_4^{20}	1,5190	1,5183	1,5180	1,5176	1,5171	1,5170	1,5164	1,5163	1,0432
Показатель преломления, n_D^{20}	1,1054	1,1081	1,1101	1,1119	1,1140	1,1145	1,1164	1,1167	1,4904
Кислотное число, мг КОН/г	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
Эфирное число, мг КОН/г	293	275	266	257	247	246	236	234	401
Молекулярная масса, найдено	391	408	421	435	453	455	475	479	279
Молекулярная масса, вычислено	386	404	417	430	448	452	470	474	278
Температура застывания, °С	-39	-40	-40	-40	-39	-40	-38	-39	-40
Массовая доля летучих веществ (100 °С, 6 час.), %	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,11	0,11	0,30
Температура вспышки, °С	200	200	200	200	200	200	198	199	168

Таблица 5. Результаты испытаний опытных пленок в промышленной рецептуре верхнего слоя линолеума

Наименование показателя		ПВХ-пластикаты с предложенными пластификаторами								ББзФ*	Нормы СТП 00203312-100-2006
		I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		
Опытные образцы											
Прочность при растяжении, кгс/см ²	вдоль	285	280	274	272	273	275	280	286	299	Не менее 175
	поперек	249	228	238	240	241	243	247	251	273	Не менее 175
Относительное удлинение при разрыве, %	вдоль	260	286	265	270	269	257	261	257	216	Не менее 100
	поперек	241	263	248	257	253	228	247	242	201	Не менее 100
Изменение линейных размеров, %		2,4	2,4	2,4	2,2	2,3	2,4	2,3	2,2	2,6	Не более 3,0
Технологические показатели											
Термостабильность при 180 °С, мин.		1 ч 48 мин	1 ч 36 мин	1 ч 46 мин	1 ч 57 мин	1 ч 56 мин	1 ч 41 мин	1 ч 39 мин	1 ч 37 мин	1 ч 05 мин	Контр. с ДОФ 1 ч 45 мин
ПТР, г/10мин/ T=170 °С, P=16,6 кгс		8,0	7,5	7,6	8,2	7,9	7,1	8,0	7,4	7,4	7,1
Температура хрупкости, °С		выдерживают									-25
Водопоглощение, %		0,437	0,480	0,482	0,488	0,486	0,485	0,451	0,462	0,204	0,195
Экстрагируемость бензином, %		1,26	1,47	1,37	1,51	1,52	1,56	1,58	1,49	11,72	18,00
Экстрагируемость маслами, %		10,5	10,6	10,7	10,8	10,8	11,0	10,9	10,9	4,35	11,0

* ББзФ - бутилбензилфталат

Таблица 6. Результаты испытаний опытных пленок в промышленной рецептуре промежуточного слоя линолеума

Наименование показателя		ПВХ-пластикаты с предложенными пластификаторами								ББзФ	Нормы СТП 00203312-100-2006
Опытные образцы		I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII		
Прочность при растяжении, кгс/см ²	вдоль	135	146	157	172	174	177	179	174	179	Не менее 100
	поперек	108	115	129	131	142	138	145	139	159	Не менее 100
Относительное удлинение при разрыве, %	вдоль	192	224	237	240	246	249	250	243	251	Не менее 100
	поперек	173	219	228	232	233	237	232	235	249	Не менее 100
Изменение линейных размеров, %		2,4	2,4	2,4	2,3	2,4	2,2	2,3	2,4	2,5	Не более 3,0
Технологические показатели											
Термостабильность при 180 °С, мин.		1 ч 48 мин	1 ч 37 мин	1 ч 42 мин	1 ч 57 мин	1 ч 57 мин	1 ч 58 мин	1 ч 47 мин	1 ч 59 мин	1 ч 05 мин	Контр. с ДОФ 37 мин
ПТР, г/10мин/ T=170 °С, P=16,6 кгс		9,0	9,8	9,7	10,0	9,9	9,8	10,0	9,7	9,4	9,9
Температура хрупкости, °С		выдерживают								-25	
Водопоглощение, %		0,437	0,477	0,479	0,488	0,469	0,460	0,471	0,476	0,204	0,195
Экстрагируемость бензином, %		1,56	1,57	1,56	1,61	1,58	1,56	1,59	1,61	11,72	18,00
Экстрагируемость маслами, %		10,8	10,8	10,8	10,9	10,8	10,9	11,0	11,0	4,35	11,0

Таблица 7. Физико-механические показатели ПВХ-пленок

Показатели	ДБФ	Опытные образцы							
		IX	X	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI
Напряжение при удлинении 100 %, МПа	8,6	12,4	12,5	12,3	12,0	12,1	11,8	12,2	12,3
Разрушающее напряжение, МПа	18,5	23,4	23,5	23,2	22,9	23,1	22,8	23,4	23,3
Относительное удлинение при разрыве, %	300	291	292	290	287	288	285	291	292
Морозостойкость, °С	-45	37	-38	-37	35	-35	34	-38	-38
Летучесть в блоке при 130 °С за 6 ч., %	15,3	5,1	4,7	3,2	2,9	2,5	2,2	4,1	4,4
Экстрагируемость водой, %	0,283	0,297	0,317	0,322	0,319	0,326	0,323	0,319	0,325
Водопоглощение, %	0,412	0,437	0,458	0,477	0,474	0,488	0,485	0,467	0,472
Экстрагируемость бензином, %	4,95	1,26	1,33	1,47	1,44	1,51	1,48	1,30	1,42
Экстрагируемость маслами, %	15,2	10,5	10,9	11,0	10,7	11,1	10,8	10,8	11,2
Показатель текучести расплава, г/10 мин.	65,4	38,7	39,5	40,3	40,0	40,7	40,4	39,8	40,3
Термостабильность при 175 °С, мин	95	172	174	173	170	172	169	173	174
Длительное хранение пленок при 25 °С в теч. 4 мес.		пленки хорошие							

Обсуждение результатов

Из полученных результатов видно, что пленки, полученные с введением в рецептуру предложенных нами пластификаторов, обладают повышенной масло- и бензостойкостью, а по таким показателям, как напряжение при удлинении, разрушающее напряжение и термостойкость, превосходят стандартные образцы.

Полученные результаты свидетельствуют о перспективности использования дифеноксиэтилфталатов и бутоксиэтилфеноксиэтилфталатов при получении пластикатов специального назначения.

References

- 1 Tinius K. Plasticizers. Moscow: Khimiya, 1964. 915 p. [in Russian].
- 2 Bartshteyn R.S., Kirillovich V.I., Nosovskii Y.E. Plasticizers for polymers. Moscow: Khimiya, 1982. 196 p. [in Russian].
- 3 Malbiev S.A., Gorshkov V.K., Razgovorov P.B. Polymers in construction. Moscow: Vishaya Shcolal, 2008. 456 p. [in Russian].
- 4 Mazitova A.K., Nafikova R.F., Aminova G.K. Plasticizers PVC. Nauka i epoha: monograph. Voronezh: VSPU, 2011. Ch. XVII, T. 500. Pp. 276-296. [in Russian].
- 5 Maslova I.P. Chemical additives to polymers. Directory. Moscow: Khimiya, 1981. 264 p. [in Russian].
- 6 Hamaev V.H. Synthesis and study of properties of ester compounds and plasticizers and components of synthetic oils development on their basis// PhD dissertation (Tech). Ufa, 1982. 486 p. [in Russian].
- 7 Symmetric and asymmetric phthalates of oxyalkylated alcohols / Aminova G.K., [and other] // Bashkir Khimichesky jurnal. 2011. № 1. Pp. 147-151. [in Russian].
- 8 New types of composite PVC materials of finishing destination/ Aminova G.F. [and other] // Izvestiya KSACU, 2013.3 (25). Pp. 80-85. [in Russian].

9 Aminova G.F. New composite PVC-material for finishing purposes, plasticized by butoxyalkylphenoxyalkylphthalates / G.F. Aminova, A.I. Gabitov, A.R. Maskova, G.G. Yagafarova, L.Z. Rolnik, M.S. Klyavlin // Oil and Gas Business: electronic scientific journal. 2013, Issue 5, pp. 353-362. Available from: http://www.ogbus.ru/eng/authors/AminovaGF/AminovaGF_1.pdf.

10 Aminova G.F. Producing of linoleum with improved physical and mechanical properties / G.F. Aminova, A.I. Gabitov, A.R. Maskova, B.R. Khusnutdinov, L.K. Abdrakhmanova, R.F. Nafikova // Oil and Gas Business: electronic scientific journal. 2013, Issue 6, pp. 508-537. Available from: http://www.ogbus.ru/eng/authors/AminovaGF/AminovaGF_2.Pdf.

Список используемых источников

- 1 Тиниус К. Пластификаторы. М.: Химия, 1964. 915 с.
- 2 Барштейн Р.С., Кириллович В.И., Носовский Ю.Е. Пластификаторы для полимеров. М.: Химия, 1982. 196 с.
- 3 Малбиев С.А., Горшков В.К., Разговоров П.Б. Полимеры в строительстве. М.: Высшая школа, 2008. 456 с.
- 4 Мазитова А.К., Нафикова Р.Ф., Аминова Г.К. Пластификаторы поливинилхлорида. Наука и эпоха: монография. Воронеж: ВГПУ, 2011. Кн.7. С. 276-296.
- 5 Маслова И.П. Химические добавки к полимерам. Справочник. М.: Химия, 1981. 264 с.
- 6 Хамаев В.Х. Синтез и исследование свойств сложноэфирных соединений и разработка на их основе пластификаторов и компонентов синтетических масел: дис.... д-ра техн. наук. Уфа, 1982. 486 с.
- 7 Симметричные и несимметричные фталаты оксиалкилированных спиртов / Г.К. Аминова [и др.]. // Баш. хим. журн. 2011. Т.18, № 1. С. 147-151.

8 Новые типы композиционных ПВХ-материалов отделочного назначения /Г.Ф. Аминова [и др.]. // Известия КГАСУ. 2013. 3(25). С. 80-85.

9 Aminova G.F. New composite PVC-material for finishing purposes, plasticized by butoxyalkylphenoxyalkylphthalates / G.F. Aminova, A.I. Gabitov, A.R. Maskova, G.G. Yagafarova, L.Z. Rolnik, M.S. Klyavlin // Oil and Gas Business: electronic scientific journal. 2013, Issue 5, pp. 353-362. Available from: http://www.ogbus.ru/eng/authors/AminovaGF/AminovaGF_1.pdf.

10 Aminova G.F. Producing of linoleum with improved physical and mechanical properties / G.F. Aminova, A.I. Gabitov, A.R. Maskova, B.R. Khusnutdinov, L.K. Abdrakhmanova, R.F. Nafikova // Oil and Gas Business: electronic scientific journal. 2013, Issue 6, pp. 508-537. Available from: http://www.ogbus.ru/eng/authors/AminovaGF/AminovaGF_2.Pdf.

About the authors

Сведения об авторах

A.K. Mazitova, Doctor of Chemical Sciences, Professor of the Chair “Applied and Natural Science Disciplines” FSBEI NPE USPTU, Ufa, the Russian Federation

Мазитова А.К., д-р хим. наук, профессор кафедры «Прикладные и естественнонаучные дисциплины» ФГБОУ ВПО УГНТУ, г. Уфа, Российская Федерация

G.K. Aminova, Doctor of Engineering Sciences, Professor of the Chair “Applied and Natural Science Disciplines” FSBEI NPE USPTU, Ufa, the Russian Federation

Аминова Г.К., д-р техн. наук, профессор кафедры «Прикладные и естественнонаучные дисциплины» ФГБОУ ВПО УГНТУ, г. Уфа, Российская Федерация

A.R. Maskova, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor of the Chair “Applied and Natural Science Disciplines” FSBEI HPE USPTU, Ufa, the Russian Federation

Маскова А.Р., канд. техн. наук, доцент кафедры «Прикладные и естественнонаучные дисциплины» ФГБОУ ВПО УГНТУ, г. Уфа, Российская Федерация

E.A. Byilova, Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor of the Chair “Applied and Natural Science Disciplines” FSBEI HPE USPTU, Ufa, the Russian Federation

Буйлова Е.А., канд. хим. наук, доцент кафедры «Прикладные и естественнонаучные дисциплины» ФГБОУ ВПО УГНТУ, г. Уфа, Российская Федерация

D.V. Nedopekin, Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor of the Chair “Applied and Natural Science Disciplines” FSBEI HPE USPTU, Ufa, the Russian Federation

Недопекин Д.В., канд. хим. наук, доцент кафедры «Прикладные и естественнонаучные дисциплины» ФГБОУ ВПО УГНТУ, г. Уфа, Российская Федерация

e-mail: asunasf@mail.ru