АО «ПОЛИЭФ»

ОКПД2 20.16.40.170

OKC 83.080.01

СОГЛАСОВАНО ООО «СИБУР» - управляющая организация ПАО «СИБУР Холдинг» Идентификатор в КИС ЕСМ № 29979 от 03.12.2021 г.

ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТ VIVILEN

Технические условия

TY 20.16.40-021-39989731-2021

Дата введения с «<u>14</u>» <u>03</u>2022 г.

Главный технолог

А.А. Гребенщиков

«<u>01</u>» <u>03</u> 2022 г.

Настоящие технические условия распространяются на полиэтилентерефталат VIVILEN (далее по тексту rPET), получаемый по процессу Inmelt с вовлечением вторичного полиэтилентерефталата до 25 % в первичный, полученный путем этерификации терефталевой кислоты этиленгликолем с последующей жидкофазной и твердофазной поликонденсацией. В качестве сомономеров используются изофталевая кислота и диэтиленгликоль.

rPET предназначен для изготовления упаковочной тары для пищевой, косметической продукции и прочих изделий, получаемых методом экструзии и литья под давлением.

В зависимости от физико-химических показателей гРЕТ получают трех марок.

Требования технических условий являются обязательными.

Пример записи продукции в других документах и при заказе: «Полиэтилентерефталат VIVILEN, марка rPET A или rPET, или rPET B, TУ 20.16.40-021-39989731-2021».

1 Технические требования

- 1.1 rPET должен соответствовать требованиям настоящих технических условий и изготавливаться в соответствии с технологическим регламентом, утвержденным в установленном порядке.
- 1.2 По физико-химическим показателям rPET должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	I	Торма для марк	И	Метод испытаний
	rPET A	rPET	rPET B	
1 Внешний вид	Гра	анулы белого ці	вета	По п. 7.2 ГОСТ Р 51695
2 Характеристическая вязкость, дл/г	0,740 - 0,779	0,780 - 0,819	0,820 - 0,860	По п. 6.1 настоящих ТУ
3 Масса 100 гранул, г		1,7±0,2		По п. 6.2 настоящих ТУ
4 Температура плавления, °C		243 - 255		По п. 2 ГОСТ 21553
5 Цвет: - величина L*, не менее - величина b*, не более	75 0		По п. 6.3 настоящих ТУ	
6 Массовая доля ацетальдегида, млн ⁻¹ , не более	1,0		По п. 6.4 настоящих ТУ	
7 Содержание карбоксильных групп, ммоль/кг, не более	35,0		По п. 6.5 настоящих ТУ	
8 Массовая доля влаги, %, не более	0,2		По п. 6.6 настоящих ТУ	
9 Массовая доля пыли, %, не более	0,0100		По п. 6.7 настоящих ТУ	
10 Содержание посторонних включений, %	Не нормируется. Определение обязательно		По п. 6.8 настоящих ТУ	

Окончание таблицы 1

11 Содержание пластин с		По п. 6.9 настоящих
видимыми включениями,		ТУ
%		
- более 2,0 мм	0	
- от 1,0 до 2,0 мм	1	
- от 0,5 до 1,0 мм	3	
12 Мутность, %, не более	3,0	ASTM D1003
13 Содержание лимонена,	20	Термодесорбционная
ррь, не более		газовая
		хроматография-
		масс-спектрометрия

rPET не должен выделять в контактирующие с ним модельные и воздушную среды вещества в количествах, вредных для здоровья человека, превышающих допустимые количества миграции химических веществ, приведенных в соответствующих нормативноправовых актах и стандартах $P\Phi$ и EAЭC.

По органолептическим показателям rPET должен соответствовать следующим требованиям: запах водной вытяжки не более 1 балла, привкус водной вытяжки - не допускается, изменение цвета и прозрачности водной вытяжки - не допускается. Для целей подтверждения безопасности при постановке на производство rPET проводятся санитарно-химические исследования в аккредитованных испытательных центрах Роспотребнадзора РФ.

1.3 Упаковка, маркировка

гРЕТ упаковывают в мягкие специализированные контейнеры из полипропиленовой ткани с полиэтиленовыми вкладыщами типа «Биг-Бег» по ТУ 2297-005-40394291-02 вместимостью до 1300 кг, предназначенные для транспортирования сыпучих грузов и установленные на поддоны, изготовленные по действующей документации поставщика. Горловины полиэтиленовых вкладышей завязывают и укладывают под лепестковое устройство загрузочного люка.

По согласованию с потребителем допускаются другие виды и объемы контейнеров, обеспечивающие герметичность, сохранность качества и количества продукта при транспортировании и хранении.

Транспортная маркировка – по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от влаги», «Беречь от солнечных лучей», «Верх» и предупредительной надписи «Беречь от огня».

rPET относится к неопасным грузам и по ГОСТ 19433 не классифицируется.

На каждую единицу транспортной тары наносят маркировку, содержащую следующие данные:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование страны-изготовителя;
- юридический адрес предприятия-изготовителя;
- наименование и марку продукта;
- номер партии и места;
- массу нетто;
- обозначение настоящих технических условий;
- дату изготовления.
- 1.4 Указания по применению

Перед переработкой рекомендуется провести предварительную осушку rPET.

2 Требования безопасности

2.1 В соответствии с ГОСТ 12.1.044 rPET — твердое горючее вещество. Температура самовоспламенения 500 °C, температура воспламенения около 370 °C [1,2].

Форма выпуска – гранулы белого цвета.

 $2.2~\mathrm{B}$ соответствии с СанПиН $1.2.3685\text{-}21~\mathrm{mo}$ степени воздействия на организм аэрозоль rPET относится к веществам 3-го класса опасности, предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны производственных помещений 5 мг/м³ (вещество умеренно опасное по классификации ГОСТ 12.1.007).

гРЕТ обладает мутагенным действием, но при нормальных условиях не выделяет вредных веществ в концентрациях, превышающих ПДК, и не оказывает вредного влияния на организм человека.

Концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений контролируется методами, утвержденными Минздравом России в установленном порядке.

Периодичность контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005, СП 1.1.1058-01.

2.3 При нарушении технологического режима переработки при температуре свыше 300 °C происходит деструкция rPET.

Предельно допустимые концентрации (ПДК) в воздухе рабочей зоны производственных помещений и класс опасности основных продуктов деструкции rPET в соответствии с СанПиН 1.2.3685-21 приведены в таблице 2.

Таблица2

Наименование	ПДК в	Класс	Действие на организм
вредного вещества	рабочей	опасности	
	зоне, мг/м ³		
Ацетальдегид	5	3	Способен вызвать раздражение слизистых
			оболочек глаз и дыхательных путей
Окись углерода	20	4	Способен вызвать головокружение, шум в
			ушах, чувство слабости
Терефталевая кислота	5,0	3	Способна вызвать раздражение
			центральной нервной системы, слизистой
			оболочки глаз, органов дыхания
Органические кислоты	5	3	Способны вызвать раздражение верхних
(в пересчете на		ļ	дыхательных путей
уксусную)			
Изофталевая кислота	0,2	2	Способна вызвать аллергические
			заболевания в производственных условиях
Диэтиленгликоль	10	3	При попадании в организм способен
			вызвать острое отравление, действует на
			почки, печень
Диметилтерефталат	0,1	2	Вызывает раздражение слизистых
			оболочек глаз и дыхательных путей
Формальдегид	0,5	2	Раздражает слизистые оболочки верхних
			дыхательных путей и глаз, вызывает
			аллергические заболевания. Поражает
			центральную нервную систему, печень,
			почки, органы зрения

^{2.4} Работающие должны быть обеспечены спецодеждой согласно типовым отраслевым нормам (костюмы по ГОСТ 12.4.310, кожаная обувь по ГОСТ 12.4.137), средствами индивидуальной защиты глаз (очки по ГОСТ 12.4.253), кожи рук (рукавицы по ГОСТ 28846, перчатки резиновые по ГОСТ 20010), в случае аварийной ситуации или превышения ПДК — фильтрующие противогазы марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.121, фильтры — по ГОСТ 12.4.245.

^{2.5} При россыпи rPET необходимо собрать его в отдельную тару. Утилизировать согласно требованиям СанПиН 2.1.3684-21 или направить на захоронение.

- 2.6 В помещениях, где проводятся работы с гРЕТ, запрещается обращение с открытым огнем. Искусственное освещение должно быть выполнено во взрывозащищенном исполнении.
- 2.7 Все работающие с rPET должны проходить предварительные, при поступлении на работу, и периодические медицинские осмотры в соответствии с действующими приказами Минздрава России. К работе с rPET допускаются лица не моложе 18 лет после обучения и инструктажа в соответствии с ГОСТ 12.0.004.
- 2.8 При загорании rPET применяют следующие средства пожаротущения: химическая пена, песок, тонкораспыленная вода.
- 2.9 При отборе проб, проведении испытаний и обращении в процессе товаротранспортных и производственных операций с rPET, при хранении и перевозке необходимо соблюдать требования охраны труда.
- 2.10 Организация технологических процессов и производственное оборудование должны ограничивать возможность контакта работающих с вредными веществами путем проведения процесса в непрерывном замкнутом цикле, использования герметичной аппаратуры и соответствовать требованиям СП 2.2.3670-20.

Фланцевые соединения на аппаратах, трубопроводах и коммуникациях должны быть герметичными. Выбор типа фланцевых соединений и материала для прокладок следует производить с учетом свойства продуктов.

Производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной приточновытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021 и СНиП 41-01-2003, а рабочие места — местной вентиляцией, обеспечивающей концентрацию вредных веществ в воздухе рабочей зоны, не превышающую предельно допустимую.

Должны быть предусмотрены механизированные и автоматизированные способы загрузки и разгрузки сырья, материалов и готовой продукции.

2.11 гРЕТ, используемый для производства упаковочной тары для пищевой, косметической продукции и прочих изделий, не должен выделять в контактирующие с ним модельные и воздушную среды вещества в количествах, вредных для здоровья человека, превышающих допустимые количества миграции в соответствии с требованиями ГН 2.3.3.972-00 (таблица 3).

Таблица 3

Контролируемые	Допустимые	ПДК хим. в-в в	Класс	ПДКс.с.	Класс
показатели	количества	питьевой воде,	опас-	мг/м ³	опасно
	миграции	мг/л	ности		сти
	(ДКМ), мг/л				
Ацетальдегид	_	0,200	4	0,010	3
Этиленгликоль	SACROTTS	1,000	3	1,000 (ОБУВ)	-
Диметилтерефталат	Billiotimo	1,500	4	-	-
Формальдегид	0,100	_	2	0,003	2
Спирты:			1 111		
- метиловый	0,200	_	2	0,500	3
- бутиловый	0,500	_	2	0,100	3
- изобутиловый	0,500		2	0,100	4
Ацетон	0,100		3	0,350	4

3 Требования охраны окружающей среды

3.1 Для предотвращения загрязнения окружающей среды, уменьшения пожарной опасности и улучшения условий труда необходимо свести до минимума потери rPET в окружающую среду. Для этого должны быть осуществлены следующие мероприятия:

- а) все оборудование, коммуникации, аппараты, арматура, КИПиА должны быть герметичны;
- б) совершенствование схем, оборудования, условий транспортирования и хранения, исключение рассыпания продукта;
- в) все технологическое оборудование, трубопроводы, электрооборудование должны быть заземлены;
- г) отходы, образующиеся от переработки rPET, рекомендуется направлять на утилизацию и на повторную переработку.
- 3.2 При производстве и переработке rPET необходимо осуществлять контроль за содержанием полиэтилентерефталата и основных продуктов деструкции в объектах окружающей среды (атмосферный воздух, вода), предельно допустимые концентрации и класс опасности которых приведены в соответствии с СанПиН 1.2.3685-21 в таблице 4.

Таблица4

Наименование вредного	ПДК а.в.	Класс	ПДК в воде	Класс
вещества	(м.р./с.с.),	опасности	(мг/л)	опасности
	мг/м ³			
Ацетальдегид	0,01/ -	3	0,2	4
Окись углерода	5,0/3,0	4	-	
Терефталевая кислота	0,01/0,001	1	0,1	4
Органические кислоты (в	0,2/0,06	3	1,0	4
пересчете на уксусную			(по уксусной	
кислоту)			кислоте)	
Изофталевая кислота	0,01(ОБУВ)	-	0,1	4
Диэтиленгликоль	-/0,2	4	1,0	3
Диметилтерефталат	0,05/0,01	2	1,5	4
Полиэтилентерефталат	0,05 (ОБУВ)	-	He	<u>-</u>
			допускается*	
Формальдегид	0,05/0,01	2	0,05	2
* - Содержание в воде взвешенных веществ неприродного происхождения не допускается [2].				

- 3.3 rPET не обладает способностью образовывать токсичные соединения в воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ или факторов.
- 3.4 Контроль выбросов в атмосферу должен осуществляться согласно ГОСТ Р 58577 и ГОСТ 17.2.4.02 с целью обеспечения требований СанПиН 2.1.3684-21.

4 Правила приемки

4.1 rPET принимают партиями.

Партией считается любое количество продукта однородное по показателям качества, сопровождаемое одним документом о качестве.

- 4.2 Документ о качестве должен содержать:
- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- адрес предприятия-изготовителя;
- наименование и марку продукта;
- обозначение настоящих технических условий;
- номер партии и количество мест в партии;
- массу нетто;
- дату изготовления (допускается в партиях, наработанных в переходный период (переход суток/месяца), указывать дату начала формирования партии);
 - гарантийный срок хранения;
 - условия хранения;

- результаты испытаний и подтверждение соответствия качества продукта требованиям настоящих технических условий;
 - ФИО лица, ответственного за результат испытаний.

При формировании документа о качестве в автоматизированных системах не требуется оригинальная подпись и печать производителя.

Допускается вносить в документ о качестве дополнительную информацию.

- 4.3 Для контроля качества продукта на соответствие требованиям настоящих технических условий проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.
- 4.4 Приемо-сдаточные испытания проводят по показателям 1-10 таблицы 1 настоящих технических условий.
- 4.5 При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания по данному показателю на удвоенной выборке, отобранной от той же партии. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.
- 4.6 Периодические испытания изготовитель проводит на партиях rPET, выдержавших приемо-сдаточные испытания, в следующем объеме:
 - органолептические показатели контролируются один раз в два года;
 - мутность один раз в год;
 - содержание пластин с видимыми включениями по требованию потребителя;
 - содержание лимонена один раз в год.
- 4.7 При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель переводит испытания по данному показателю в категорию приемо-сдаточных до получения положительных результатов не менее чем на трех партиях подряд (для каждой марки продукции).

5 Отбор проб

- 5.1 Для контроля качества партии отбирают 10 % единиц упаковки, но не менее, чем три единицы. При объеме партии менее трех единиц пробы отбирают от каждой единицы упаковки. Допускается отбор проб в процессе фасовки продукции.
- 5.2 Точечные пробы из единиц упаковки, отобранных по п. 5.1, отбирают любым пробоотборником из трех точек единицы упаковки. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,2 кг. Масса объединенной пробы не менее 1,5 кг.
- 5.3 Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу, вручную тщательно перемешивают и методом квартования получают среднюю пробу массой не менее 1,0 кг, делят на две равные части и помещают их в чистую сухую, плотно закрываемую тару. Одну единицу тары с содержимым используют для испытаний, вторую следует хранить в сухом крытом помещении в качестве контрольной пробы.

На случай разногласий в оценке качества контрольную пробу хранят в течение 30 суток с даты отгрузки по России и в течение 45 дней с даты отгрузки на экспорт.

На каждую единицу тары наносят обозначения:

- наименование продукта;
- наименование предприятия-изготовителя;
- номер партии и дату отбора пробы;
- должность и фамилия лица, отобравшего пробу;
- срок хранения.

Перед каждым испытанием продукт тщательно перемешивают.

6 Методы испытаний

Допускается применять средства измерений с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже, чем в предусмотренных настоящими техническими условиями методах испытания.

Результаты испытаний округляют и записывают в соответствии со стандартом СТ СЭВ 543.

6.1 Определение характеристической вязкости

6.1.1 Назначение и область применения

Метод предназначен для измерения характеристической вязкости rPET методом капиллярной вискозиметрии.

Диапазон измерений характеристической вязкости от 10 до 100 см 3 /г (от 0,100 до 1,000 дл/г) включительно.

Метод основан на растворении навески rPET в смеси растворителя (фенол: тетрахлорэтан), измерении кинематической вязкости раствора и растворителя в стеклянном капиллярном вискозиметре «Уббелоде» с последующим расчетом характеристической вязкости.

Характеристическую вязкость X^I , в см 3 /г (X, в дл/г) рассчитывают с помощью уравнения Биллмейера:

$$X^{I} = 0.25 \times [(v_{1}/v_{2}) - 1 + 3 \times \ln(v_{1}/v_{2})] / C^{I}$$
(1)

или

$$X = 0.25 \times [(v_1/v_2) - 1 + 3 \times \ln(v_1/v_2)] / C,$$
 (2)

где v_1 – кинематическая вязкость раствора полимера, мм²/с;

 υ_2 – кинематическая вязкость растворителя, мм²/с;

 C^{I} – концентрация раствора гРЕТ, г/см³;

С – концентрация раствора rPET, r/дл.

6.1.2 Средства измерений, оборудование, химическая посуда и реактивы

Система измерения вязкости автоматическая PVS фирмы Lauda с программным обеспечением.

Вискозиметр стеклянный капиллярный Уббелоде тип 1С по ИСО 3105.

Весы лабораторные специального класса точности, диапазон измерений от 0,01 до 610 г, погрешность измерения $\pm 0,0003$ г по ГОСТ Р 53228.

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Термометр тип ТЛ-2М № 3 с диапазоном измеряемых температур от 0 °C до 150 °C с ценой деления 1 °C по ТУ 25-2021.003-88.

Термометр тип ТИН 5 исполнение 3 с диапазоном измеряемых температур от 0 °C до 50 °C с ценой деления 0,2 °C по ГОСТ 400.

Низкотемпературная лабораторная электропечь SNOL 67/350 с диапазоном поддерживаемых температур от 50 °C до 350 °C.

Мельница ультра-центробежная, модель ZM-200 с дистанционным ситом:

- сито с отверстиями 1,0 мм;
- мощность привода 1300 Вт;
- скорость ротора от 6000 до 18000 оборотов/мин.

Термобаня жидкостная модель ТЖ-ТБ-01с диапазоном поддерживаемых температур от $10~^{\circ}\mathrm{C}$ до $100~^{\circ}\mathrm{C}$.

Магнитная система перемешивания тип STIRRING DRYBATH 15-100:

- диапазон от 20 °C до 200 °C;
- скорость перемешивания от 100 до 2000 об/мин;
- мощность перемешивания от 25 % до 100 %.

Дозатор лабораторный «Аквастеп» 1-2-2-50.

Прибор комбинированный Testo 608-H1:

- диапазоном измерения температуры воздуха от 0 °C до 50 °C;
- диапазоном измерения влажности воздуха от 10 % до 95 %.

Колба 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56-80 по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом 1-100, 1-1000 по ГОСТ 25336.

Воронка фильтрующая ВФ-1-40-ПОР ТХС, ВФ-1-60-ПОР 100 ТХС по ГОСТ 25336.

Флакон с навинчивающейся крышкой вместимостью 50 см³.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Склянка СПЖ по ГОСТ 25336.

Шприц одноразовый вместимостью 20 см³.

Игла тупая широкая фирмы Lauda.

Магнитная мешалка длиной 20 мм, диаметр якорька 5 мм.

Бутыль из темного стекла вместимостью 2 дм³ с навинчивающейся крышкой.

Таймер PB-1-60H механический настольный с диапазоном выдержки времени от 1 до 60 мин.

1,1,2,2-тетрахлорэтан, производство Е.И., импорт.

Фенол синтетический технический по ТУ 2632-007-29483781-2008, ч.д.а.

Хлороформ по ТУ 2631-008-00207787-2002, ч.д.а.

Апетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

Азот жидкий по ГОСТ 9293, повышенной чистоты, 1 сорт.

6.1.3 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 15 0 C до 25 0 C;
- влажность окружающего воздуха не более 80% при температуре 25 °C;
- напряжение в сети 220±10 В.
- 6.1.4 Подготовка к выполнению измерений
- 6.1.4.1 Подготовка растворителя
- 6.1.4.1.1 Приготовление растворителя (фенол: тетрахлорэтан)

Растворитель приготовить смешиванием в весовом соотношении 60:40. К $(1,00\pm0,01)$ кг фенола, расплавленного на водяной бане при температуре (50 ± 1) °C, добавляют $(666,67\pm0,01)$ г 1,1,2,2-тетрахлорэтана, перемешивают и отфильтровывают с помощью вакуумного насоса. Хранят в бутыли из темного стекла, в термобане при температуре 30 °C. Срок хранения не ограничен.

6.1.4.1.2 Определение массовой доли воды в растворителе

Содержание воды в растворителе не должно превышать 0,5 %.

Контроль содержания воды проводят при переходе на новую партию реактивов.

Определение воды в растворителе проводят методом электрометрического титрования реактивом Фишера по ГОСТ 14870 п. 2.4 Б. Если содержание воды превышает 0,5 %, то проверяют каждый компонент смеси.

6.1.4.1.3 Определение плотности растворителя

Плотность растворителя, термостатированного при 30 °C, определяют по ГОСТ 3900 п. 2.

- 6.1.4.1.4 Измерение кинематической вязкости растворителя проводят по п. 6.1.5 настоящих технических условий при каждом приготовлении растворителя, при использовании нового вискозиметра, вискозиметра после промывки, при получении неудовлетворительных результатов измерений.
 - 6.1.4.2 Подготовка пробы гРЕТ

6.1.4.2.1 Определение массовой доли влаги в rPET

Массовая доля влаги в исследуемом образце должна быть не более 0,5 %. Определение массовой доли влаги проводить кулонометрическим методом.

В случае превышения массовой доли влаги исследуемый образец rPET промывают ацетоном и сущат в электропечи при (80±1) °C в течение (15÷20) минут.

6.1.4.2.2 Приготовление раствора rPET

rPET измельчить в мельнице, предварительно захолодив жидким азотом.

Взвесить во флаконе $(0,09\div0,12)$ г гРЕТ с точностью до четвертого десятичного знака. Дозирующим устройством во флакон с навеской гРЕТ добавить $(17\div18)$ см³ растворителя и взвесить с точностью до третьего десятичного знака.

Концентрацию раствора rPET, г/дл (г пробы rPET в 100 см 3 растворителя) рассчитать по формуле:

$$C = (m_{\Pi \ni T} / (m_{\Pi \ni T} + m_{p-n_{R}})) \times \rho_{p-n_{R}},$$
 (3)

где трэт – масса навески гРЕТ, взятая для анализа, г;

 $m_{p-ля}$ — масса навески растворителя, г;

 ρ_{p-ng} — плотность растворителя, г/см³.

6.1.4.2.3 Флакон закрывают крышкой и перемешивают на магнитной мешалке при температуре не выше 123 °C до полного растворения навески, но не более 45 минут.

6.1.4.2.4 При наличии механических примесей анализируемую пробу отфильтровывают.

6.1.5 Выполнение измерений

Измерение кинематической вязкости растворителя, кинематической вязкости гРЕТ проводят при 30 °C. Расчет характеристической вязкости исследуемого образца гРЕТ осуществляется в соответствии с программным обеспечением автоматической системы измерения вязкости PVS фирмы Lauda.

Результат измерения, выраженный в дл/г, округляют до четвертого десятичного знака.

Проводят два параллельных измерения с разными навесками и на разных вискозиметрах.

6.1.6 Обработка и оформление результатов измерений

За окончательный результат измерения характеристической вязкости rPET принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до третьего десятичного знака, дл/г:

$$X_{cp} = (X_1 + X_2)/2,$$
 (4)

где X_1 и X_2 - результаты параллельных измерений характеристической вязкости гРЕТ, дл/г;

 X_{cp} - результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики.

Результат измерений характеристической вязкости X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X_{cp} \pm \Delta$$
, дл/г P=0,95, (5)

где Δ - показатель точности методики;

Значение ∆ приведено в таблице 5.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X_{cp} \pm \Delta_{\pi}, \, д\pi/\Gamma P = 0.95,$$
 (6)

при условии $\Delta_n < \Delta$.

 $\pm \Delta_{\text{л}}$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Т а б л и ц а 5 - Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, внутрилабораторной

прецизионности и точности

прецизионности и точн	OCIN		
Диапазон измерений,	Показатель	Показатель	Показатель точности ¹⁾
см ³ /г (дл/г)	повторяемости	внутрилабораторной	(границы
	(относительное значе-	прецизионности	относительной
	ние среднеквадрати-	(относительное значе-	погрешности при
	ческого отклонения	ние среднеквадрати-	доверительной
	повторяемости),	ческого отклонения	вероятности Р=0.95),
	σ _r , %	внутрилабораторной	±Δ, %
		прецизионности),	
		σ Rл, %	
От 10 до 50	5	10	20
(от 0,100 до 0,500)			
вкл.			
Св.50 до 100	1	1	2
(св. 0,500 до 1,000)			
вкл.			
$^{-1)}$ - соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$			

6.1.7 Контроль приемлемости результатов измерений

6.1.7.1 Расхождение двух параллельных измерений (X_1 и X_2) не должно превышать предела повторяемости r,

$$\left| X_1 - X_2 \right| \le r, \tag{7}$$

где г - предел повторяемости.

Значение предела повторяемости при вероятности P=0.95 при двух измерениях для диапазонов от 0.100 дл/г до 1.000 дл/г приведено в таблице 6.

Т а б л и ц а 6 - Диапазон измерений, значения предела повторяемости, внутрилабораторной

прецизионности при доверительной вероятности Р=0,95

Диапазон	Предел повторяемости	Предел внутрилабораторной
измерений,	(относительное значение	прецизионности
см ³ /г (дл/г)	допускаемого расхождения	(относительное
	между двумя результатами	значение допускаемого
	параллельных измерений,	расхождения между двумя
	n=2), r, %	результатами измерений,
	,, ,	полученными в условиях
		внутрилабораторной
		прецизионности, $m^{I}=2$),
	A CONTRACTOR OF THE CONTRACTOR	Rл, %
От 10 до 50	13	29
(от 0,100 до 0,500) вкл.		
Св.50 до 100	2	2
(св. 0,500 до 1,000) вкл.		

При выполнении этого условия приемлемы оба результата единичных измерений, и в качестве результата измерений может быть использовано их среднее арифметическое значение.

При невыполнении условия (6) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата согласно раздела ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.1.7.2 Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл, приведенного в таблице 6.

При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории. Контроль качества результатов измерений обязательно проводить при смене партий реактивов и материалов, при замене или ремонте средств измерений.

- 6.1.8 Контроль точности результатов измерений
- 6.1.8.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:
 - оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).
- 6.1.8.2 Оперативный контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля.

Оперативный контроль погрешности выполнения измерений проводить путем сравнения результата контрольной процедуры K_{κ} с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$K_{\kappa} = X - C, \tag{8}$$

где Х результат контрольного измерения компонента в образце для контроля, дл/г;

С - аттестованное значение образца для контроля, дл/г.

Норматив контроля К рассчитать по формуле

$$K = \Delta''$$
 (9)

где $\Delta^{''}$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, соответствующее аттестованному значению образца для контроля.

Качество контрольной процедуры признать удовлетворительным, при выполнении условия:

$$|\mathcal{K}_{\mathcal{K}}| \le K$$
 (10)

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторить. При повторном невыполнении условия (9) выяснить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устранить их.

6.1.8.3 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений, регламентировать во внутренних документах лаборатории.

6.2 Определение массы 100 гранул

6.2.1 Назначение и область применения

Метод предназначен для измерения массы 100 гранул rPET.

Диапазон измерений составляет от 0,5 г до 10,0 г включительно.

Метод основан на взвешивании 100 гранул rPET и последующим определением их массы.

6.2.2 Средства измерений, химическая посуда и материалы

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Стакан В-1-100 по ГОСТ 25336.

Бумага белая формата АЗ по ГОСТ Р ИСО 9706.

Шпатель угловой, материал нержавеющая сталь.

- 6.2.3 Подготовка к выполнению измерений
- 6.2.3.1 Взвешивают в химическом стакане (30÷40) г средней пробы гранулированного rPET.
 - 6.2.3.2 Пробу помещают на лист белой бумаги.
 - 6.2.3.3 Отсчитывают 100 гранул гРЕТ, исключая попадание несформированных гранул.
 - 6.2.4 Выполнение измерений
- В стакан помещают 100 гранул rPET и взвешивают его с точностью до второго десятичного знака.
 - 6.2.5 Обработка результатов измерений

Результат измерений округляют до первого десятичного знака.

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл.

Значение предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл для двух результатов измерений при вероятности P=0,95 для диапазона измерений от 0,5 г до 10,0 г включительно равно 0,2 г. При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.3 Определение цвета: величина L*, величина b*

6.3.1 Назначение и область применения

Метод предназначен для измерения цвета: величины L^* , величины b^* rPET методом дифференциальной колориметрии. Величина L^* – показатель светлости, характеризует бело – черную яркость. Величина b^* – индекс цветности, характеризует сине – желтый оттенок.

Диапазон измерений составляет:

- для величины L^* от 5 до 99 включительно;
- для величины b^* от минус 2,0 до плюс 2,0 включительно.

Метод основан на измерении интенсивности белого цвета по осям X, Y, Z эллипса рассеяния с последующим расчетом величин L^* и b^* по Международной колориметрической системе СІЕ, введенной в процессор данных прибора.

6.3.2 Средства измерений, оборудование, химическая посуда

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Колориметр дифференциальный трехцветный со стандартным источником света D 65/2.

Калибровочная пластина, применяемая в качестве эталона белого цвета (входит в комплект колориметра).

Ячейка кварцевая измерительная (входит в комплект колориметра).

Стакан Н-1-100 по ГОСТ 25336.

Шпатель из нержавеющей стали.

Пробка корковая, диаметром не менее диаметра кварцевой пластины измерительной ячейки.

- 6.3.3 Подготовка к выполнению измерений
- 6.3.3.1 Включение прибора

Включение прибора проводят согласно руководству по эксплуатации на прибор.

6.3.4 Выполнение измерений

- 6.3.4.1 Поместить в измерительную ячейку ($14 \div 16$) г навески гРЕТ.
- 6.3.4.2 Разровнять шпателем для распределения гранул rPET равномерным слоем. Измерительную ячейку закрыть, перевернуть прозрачной пластиной вниз, установить на корковую пробку и постучать по ней для равномерного распределения и уплотнения гранул rPET.
- 6.3.4.3 Выполнение измерений проводят согласно руководству по эксплуатации на прибор.
 - 6.3.4.4 Записать значения величин L^* и b^* с точностью до второго десятичного знака.
- 6.3.4.5 Снять измерительную ячейку, легко встряхнуть, установить на корковую пробку и постучать по ней, держа ячейку прозрачной пластиной вниз. Затем измерить и записать результат.

Повторить описанные операции с испытуемой навеской rPET пять раз.

- 6.3.4.6 Взвесить другую навеску rPET и провести второе параллельное измерение величин L* и b* по п.п. 6.3.4.1 6.3.4.5. Между параллельными измерениями прозрачную пластину измерительной ячейки протереть сухой чистой салфеткой без ворса.
- $6.3.4.7~{\rm Пo}$ окончании измерений величин L* и b* освободить измерительную ячейку от навески rPET.
 - 6.3.5 Выключение прибора
 - 6.3.5.1 Выключение прибора проводят согласно руководству по эксплуатации на прибор.
- 6.3.5.2 Среднее арифметическое значение пяти измерений записывают с точностью до первого десятичного знака для величины L^* и до второго десятичного знака для величины b^* .
 - 6.3.5.3 Проводят два параллельных измерения с разными навесками.
 - 6.3.6 Обработка результатов измерений

За окончательный результат измерения величин L^* и b^* принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений:

$$X_{cp} = (X_1 + X_2)/2,$$
 (1)

где X_{cp} — среднее арифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до целых чисел для величины L^* и до первого десятичного знака для величины b^* ;

 X_1 и X_2 – результаты параллельных измерений величин L^* и b^* rPET.

Для X_1 и X_2 выполняется следующее условие:

$$|X_1-X_2| \leq r, \tag{2}$$

где г - предел повторяемости.

Значение предела повторяемости при вероятности P=0,95 при двух измерениях величины L^* для диапазона от 5 до 99 включительно равно 0,5.

Значение предела повторяемости при вероятности P=0,95 при двух измерениях величины b* для диапазона от минус 2,0 до плюс 2,0 включительно равно 0,30.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата единичных измерений, и в качестве результата измерений может быть использовано их среднее арифметическое значение.

При невыполнении условия (2) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл.

Значение предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл для двух результатов измерений величины L^* при вероятности P=0,95 для диапазона измерений от 5 до 99 включительно равно 1.

Значение предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) $R_{\rm J}$ для двух результатов измерений величины b^* при вероятности P=0.95 для диапазона измерений от минус 2,0 до плюс 2,0 включительно равно 0,3.

При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.4 Определение массовой концентрации ацетальдегида

6.4.1 Назначение и область применения

Метод предназначен для измерения массовой концентрации ацетальдегида.

Метод основан на выделении ацетальдегида из пробы rPET, которую нагревают в парофазном пробоотборнике газового хроматографа с последующим газохроматографическим анализом с применением капиллярной колонки с пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Диапазон измерений массовой концентрации ацетальдегида составляет:

- от 0,1 мкг/см³ до 0,5 мкг/см³ включительно;
- свыше 0.5 мкг/см^3 до 1.5 мкг/см^3 включительно.
- 6.4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Хроматограф газовый Agilent модели 6890 N с детектором ионизации пламени (ПИД) в комплекте с термостатом, парофазным пробоотборником и программным обеспечением. Относительное среднеквадратическое отклонение выходных сигналов, не более:

- по площадям пиков 3 %;
- по времени удерживания 0,1 %;
- через 8 часов непрерывной работы 3 %.

Весы лабораторные специального класса точности, погрешность измерения $\pm 0,0001~\mathrm{r}$ по ГОСТ 53228.

Мельница Retsch, модель ZM-200:

- выходная мощность 750 Вт;
- скорость ротора от 6000 до 18000 оборотов/мин;
- 12 зубцовый ротор.

Сито с размером ячеек 1,0 мм (входит в комплект мельницы Retsch, модель ZM-200).

Колонка капиллярная, модель HP Innowax:

- длина 30 м;
- внутренний диаметр 0,53 мм;
- толщина покрытия пленки 1,0 микрон.

Микрошприц вместимостью 10 мкл, модель ЦВЕТ МШ 10.

Зажимное устройство, фирма Agilent.

Разжимное устройство, фирма Agilent.

Сосуд криогенный вместимостью 6 л, модель СК-6.

Колба 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Виала 23x75 мм вместимостью 20 см³, фирма Agilent.

Пробка стеклянная по ГОСТ 1770.

Крышка под зажим, фирма Agilent.

Септа силиконовая Tan PTFE/White для виал диаметром 20 мм, фирма Agilent

Кружка №2 вместимостью 500 см³ по ГОСТ 9147.

Ацетальдегид фирмы Agilent, м.д. 99,5 %,

Азот газообразный по ГОСТ 9293, повышенной частоты, 1-й сорт.

Водород технический по ГОСТ 3022, марка А

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

6.4.3 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

- температура воздуха в помещении лаборатории от 15 °C до 25 °C;

- относительная влажность в помещении лаборатории не более 80 % при температуре 25 °C;
 - напряжение сети питания (220±4,4) В;
 - сопротивление заземления не более 4 Ом.
 - 6.4.4 Подготовка к выполнению измерений
 - 6.4.4.1 Подготовка хроматографа к проведению измерений

Хроматограф выводят на рабочий режим в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и следующими рабочими параметрами:

- температура инжектора плюс 250 °C;
- температура детектора плюс 250 °C;
- температура колонки плюс 90 °C;
- время анализа 15 мин;
- газ- носитель азот;
- режим газа носителя разделённый поток;
- общий поток газа носителя 136 мл/мин;
- деление потока 1:10;
- поток газа носителя через колонку 12,2 мл/мин;
- линейная скорость газа- носителя через колонку 85 см/сек;
- добавочный газ азот:
- расход добавочного газа 20 мл/мин;
- расход водорода 30 мл/мин;
- расход воздуха 300 мл/мин;
- масса размолотой пробы rPET, подаваемой в парофазный пробоотборник 1 г;
- температура парофазного пробоотборника 150°С;
- время нагревания пробы в парофазном пробоотборнике 60 мин.
- 6.4.4.2 Приготовление градуировочных растворов
- 6.4.4.2.1 Приготовление стандартного раствора, содержащего 100 мкг/см³ ацетальдегида

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 100 см^3 дистиллированной воды, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем с помощью микрошприца вносят навеску (0.01 ± 0.0002) г ацетальдегида, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Приготовленный градуировочный раствор быстро переливают в виалу и закрывают крышкой под зажим с силиконовой септой.

Для приготовления градуировочных растворов посуду и реактивы используют только в охлажденном виде.

6.4.4.2.2 Для приготовления градуировочных растворов ацетальдегида используют виалы вместимостью 20 см³, в которые с помощью микрошприца помещают навеску стандартного раствора ацетальдегида концентрации 100 мкг/см³, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака. Объемы стандартного раствора, используемого для приготовления градуировочных растворов, и получаемые концентрации приведены в таблице 7.

Таблица7

№ градуировочного раствора	Стандартный раствор ацетальдегида, мкл	Содержание ацетальдегида, мкг/см ³
1	5	0,5
2	10	1,0
3	15	1,5

Каждую из трех виал незамедлительно закрывают крышками под зажим с силиконовыми септами и последовательно анализируют на хроматографе с парофазным проботборником.

6.4.5 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают с помощью градуировочных растворов. Градуировочная характеристика выражается зависимостью площади пика от концентрации ацетальдегида и строится по трем сериям градуировочных растворов.

- 6.4.5.1 Хроматограф газовый Agilent модели 6890 N вывести на режим в соответствии с условиями, описанными в п. 6.4.4.1.
- 6.4.5.2 Измерить времена удерживания ацетальдегида и рассчитать среднее значение площади хроматографических пиков для каждого градуировочного раствора.

Ориентировочное время удерживания ацетальдегида равно 3,685 мин.

При проведении градуировки контролировать приемлемость выходных сигналов площадей пиков ацетальдегида по п. 6.4.9.

Градуировку хроматографа проводят:

- при внедрении настоящей методики;
- при смене хроматографической колонки;
- при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики;
 - при смене реактивов;
- при изменении одного из условий проведения анализа (температуре, давлении, деление потока и т.д.);
 - при ремонте хроматографа.
- 6.4.5.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики рекомендуется проводить не реже одного раза в месяц по результатам двух контрольных растворов, соответствующих градуировочным растворам №1 и №3, приготовленным по п. 6.4.4.2.2

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого из контрольных растворов выполняется условие:

$$\frac{\left|C_{K}-C_{H3M}\right|}{C_{K}}\cdot 100 \leq K ,$$

где C_K – массовая концентрация ацетальдегида в контрольном растворе, мкг/см³;

 $C_{изм}$ – результат измерения в контрольном растворе, мкг/см³;

K — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %, приведен в таблице 8.

Т а б л и ц а 8 – Диапазон измерений, значение норматива оперативного контроля стабильности градуировочной характеристики при доверительной вероятности Р=0,90

-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1	on billion bepositive till 2 0,50
Диапазон измерений,	Норматив оперативного контроля стабильности
мг/дм³	градуировочной характеристики,
	K _{rp.} , %
От 0,10 до 1,5 включительно	7

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного из градуировочных растворов, проводят повторное измерение для этого градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубую ошибку.

При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики выясняют и устраняют причину и проводят градуировку хроматографа.

- 6.4.6 Подготовка пробы
- 6.4.6.1 Навеску rPET измельчают в ультра-центробежной мельнице Retsch с дистанционным ситом с отверстиями 1,0 мм, предварительно захолодив жидким азотом.
- 6.4.6.2 В виалу помещают 1,0 г навески гРЕТ, взвешенной с точностью до четвертого десятичного знака, и незамедлительно закрывают крышкой под зажим с силиконовой септой с помощью зажимного устройства.
 - 6.4.7 Порядок выполнения измерений

При выполнении измерений выполняют следующие операции:

- 6.4.7.1 Измерение массовой концентрации ацетальдегида исследуемого образца rPET проводят в соответствии с программным обеспечением газового хроматографа Agilent.
 - 6.4.8 Обработка и оформление результатов измерений

Результат измерения массовой концентрации ацетальдегида в rPET округляют до первого десятичного знака, мкг/см³.

Результат измерения X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta$$
, P=0,95, MKT/CM³,

где Δ - показатель точности методики.

6.4.9 Контроль приемлемости результатов измерений

6.4.9.1 Диапазон измерений, показатель точности измерений¹⁾, а также значения показателя воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности P=0,95 приведены в таблице 9.

Таблица9

TROMERCE		
Диапазон	Показатель	Показатель
измерений,	воспроизводимости	точности
мкг/см ³	(абсолютное значение	(границы абсолютной погрешности
	среднеквадратического отклонения	при доверительной вероятности
	воспроизводимости),	0,95),
	σr, mkr/cm ³	±Δ, мкг/см ³
От 0,10 до 0,50	0,015	0,03
включ.		
Св. 0,5 до 1,5	0,05	0,1
включ.		

 $^{^{(1)}}$ - соответствует расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k=2.

Т а б л и ц а 10 - Диапазон измерений, значения промежуточной прецизионности, воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0.95

воспроизводимости т	три доверительной вероятности г – 0,33	
Диапазон	Предел промежуточной прецизионности	Предел
измерений,	(абсолютное значение допускаемого	воспроизводимости
мкг/см ³	расхождения	(абсолютное
	Между двумя результатами измерений,	значение
	полученными в условиях промежуточной	допускаемого
	прецизионности),	расхождения
	\mathbf{R} л $_{(T,O)}$, мкг/см ³	Между двумя
		результатами
		измерений,
		полученными в
		разных
		лабораториях),
		\mathbf{R} , MKГ/CM ³
От 0,10 до 0,50	0,04	0,04
включ.		
Св. 0,5 до 1,5	0,1	0,2
включ.		

При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл(т,о) могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.4.9.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 10.

^{6.4.9.2} Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл(т,о), приведенного в таблице 10.

При превышении предела воспроизводимости R могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.5 Определение содержания карбоксильных групп

6.5.1 Назначение и область применения

Метод предназначен для измерения содержания карбоксильных групп в rPET фотометрическим титрованием.

Диапазон измерений моляльной концентрации карбоксильных групп составляет от 5,0 до 100,0 ммоль/кг включительно.

Метод основан на реакции нейтрализации карбоксильных групп, содержащихся в растворенной пробе rPET, раствором гидроокиси калия.

Конечную точку титрования определяют фотометрически в присутствии индикатора бромфенолового синего.

6.5.2 Средства измерений, оборудование, химическая посуда и реактивы

Титратор автоматический универсальный модели Т-5 в комплекте с фототродом DP5 фирмы Mettler Toledo с программным обеспечением.

Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Термометр тип ТЛ-2М № 3 с диапазоном измеряемых температур от 0 °C до 150 °C с ценой деления 1 °C по ТУ 25-2021.003 - 88.

Мельница Retsch, модель ZM-200.

Сито с размером ячеек 1,0 мм, входит в комплект мельницы Retsch, модели ZM-200.

Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий поддержание температуры (50÷350) °C.

Дозатор лабораторный «Аквастеп» 1-2-2-50 вместимостью 50 см³.

Электроплитка лабораторная со стеклокерамическим покрытием SLK1.

Бюретка 1-1-2-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Колба 1-100-2 и 21-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1-50, 1-100, 1-1000 по ГОСТ 1770.

Стакан B-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-100-29/32 и Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Капельница 2-50 XC по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-80 по ГОСТ 25336.

Холодильник XIII-1-400-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Вставка для эксикатора 2-250 по ГОСТ 9147.

Кружка №2 вместимостью 500 см³ по ГОСТ 9147.

Бутыль из темного стекла вместимостью 1 дм³, 2 дм³ с навинчивающейся крышкой.

Фенол по ТУ 2632-007-29483781, чда.

Хлороформ по ТУ 2631-026-78119972-2010, чда.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, хч.

Калий фталевокислый кислый по ТУ 6-09-4433-77, чда.

Кальций хлористый обезвоженный по ТУ 6-09-4711, ч.

Спирт метиловый по ГОСТ 6995, хч.

Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный по ГОСТ Р 55878, сорт «Экстра».

Фенолфталеин по ТУ 6-09-5360-88, чда.

Бромфеноловый синий по ТУ 6-09-5421-90, чда.

Азот газообразный по ГОСТ 9293, 1 сорт, повышенной чистоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

6.5.3 Подготовка к выполнению измерений

6.5.3.1 Приготовление растворителя (фенол: хлороформ)

Растворитель готовят смешиванием фенола и хлороформа в весовом соотношении (1:1). К $(1,00\pm0,01)$ кг фенола, расплавленного на водяной бане при температуре $(50\pm1)^{\circ}$ С, добавляют $(1,00\pm0,01)$ кг хлороформа и перемешивают. Хранят в бутыли из темного стекла. Срок хранения не ограничен.

6.5.3.2 Приготовление 1 % раствора фенолфталеина в этиловом спирте

- $(1,00\pm0,01)$ г фенолфталеина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в 80 см³ этилового спирта и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в местах, защищенных от света до изменения внешнего вида.
- 6.5.3.3 Приготовление раствора калия гидроксида молярной концентрации c(KOH)=0.05 моль/дм³ в метиловом спирте
- $(3,00\pm0,01)$ г кристаллического гидроксида калия растворяют в метиловом спирте в мерной колбе вместимостью 1 дм 3 и доводят до метки метиловым спиртом.

Раствор калия гидроксида в метиловом спирте молярной концентрации $c(\mathrm{KOH})=0.05$ моль/дм³ отстаивают двое суток, после чего определяют коэффициент поправки по бифталату калия.

Раствор калия гидроксида в метиловом спирте молярной концентрации c(KOH)=0.05 моль/дм³ с определенным коэффициентом поправки по ГОСТ 25794.3 хранят в бутыли из темного стекла. Коэффициент поправки проверяют один раз в 14 дней.

- 6.5.3.4 Приготовление 0,1 % раствора бромфенолового синего в метиловом спирте
- (0,10±0,01) г бромфенолового синего помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки метиловым спиртом. Раствор хранят в местах, защищенных от света до изменения внешнего вида.
 - 6.5.3.5 Подготовка образца

Высоковязкий rPET измельчают в ультра-центробежной мельнице Retsch с дистанционным ситом с отверстиями 1,0 мм, предварительно захолодив жидким азотом.

- 6.5.3.6 Подбор температуры растворения пробы осуществляют термометром, опущенным в стакан с раствором полимера, в процессе кипячения на плитке. Оптимальная температура для растворения пробы rPET должна быть от 100 °C до 120 °C.
 - 6.5.3.7 Автоматический титратор Т-5 включают согласно инструкции по эксплуатации.
 - 6.5.4 Выполнение измерений
- 6.5.4.1 Взвешивают в коническую колбу на $100 \text{ см}^3 (1,0000 \pm 0,0003)$ г гРЕТ и добавляют 30 см^3 смеси фенол : хлороформ (1:1).
- 6.5.4.2 Колбу подсоединяют к обратному холодильнику и кипятят на плитке при температуре от 100 °C до 120 °C до полного растворения навески гРЕТ. Время нагрева не должно превышать 45 минут. Более длительное время растворения может привести к химическим изменениям гРЕТ.
- 6.5.4.3 После охлаждения анализируемого раствора содержимое колбы количественно переносят в стакан, омывая $20~{\rm cm}^3$ хлороформа. Добавляют $3\div 4$ капли 0,1~% раствора бромфенолового синего.
- 6.5.4.4 Стакан устанавливают в универсальный автоматический титратор Т-5 и титруют раствором калия гидрооксида в метиловом спирте молярной концентрации c(KOH)=0.05 моль/дм³ при длине волны 590 нм (цвет раствора при этом изменяется от желтого через зеленый до синего).
- 6.5.4.5 Одновременно готовят контрольный раствор. Для этого в коническую колбу на $100~{\rm cm}^3~$ помещают $30~{\rm cm}^3~$ смеси фенол : хлороформ (1:1) и выполняют операции согласно п. п. $6.4.4.2 \div 6.4.4.4$.
- 6.5.4.6 По завершении титрования, немедленно промывают фототрод хлороформом, а затем этиловым спиртом.
- 6.5.4.7 Расчет содержания карбоксильных групп в ммоль/кг осуществляется автоматически, на основе программного обеспечения автоматического титратора Т-5.

При титровании на приборе без программного обеспечения, содержание карбоксильных групп в ммоль/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times K \times 1000}{m},\tag{1}$$

где V - объем раствора гидроксида калия молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы rPET, см³;

 V_0 - объем раствора гидроксида калия молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном растворе, см³;

c — молярная концентрация раствора гидрооксида калия, равная 0.05 моль/дм³;

K — коэффициент поправки раствора гидроксида калия молярной концентрации 0,05 моль/дм³;

т - масса навески гРЕТ, г;

1000 – коэффициент перевода г в кг.

6.5.5 Обработка результатов измерений

Результат измерения содержания карбоксильных групп в rPET округляют до первого десятичного знака, ммоль/кг.

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл.

Значение предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл для двух результатов измерений при вероятности P=0,95 для диапазона измерений от 5,0 до 100,0 ммоль/кг включительно равно 3,0 ммоль/кг. При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.6 Определение массовой доли влаги

6.6.1 Назначение и область применения

Метод предназначен для измерения массовой доли влаги в rPET кулонометрическим методом.

Диапазон измеряемых величин массовой доли влаги в rPET от 0,1 % до 0,5 % включительно.

Метод основан на определении количества влаги, испаряемой в сушильной печи с поверхности гранул rPET, и переносимой потоком воздуха в автоматическую титровальную установку Фишера.

6.6.2 Средства измерений, химическая посуда и реактивы

Титратор автоматический модели C30S в комплекте с автоподатчиком InMotion KF Pro фирмы Mettler Toledo с программным обеспечением.

Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

Электрод генератора без диафрагмы с изогнутой осушительной трубкой (входит в комплект автоматического титратора C30S).

Электрод двойной платиновый DM 143-SC (входит в комплект автоматического титратора C30S).

Ячейка для титрования (входит в комплект автоматического титратора C30S).

Мешалка магнитная (входит в комплект автоматического титратора C30S).

Колба стеклянные с винтовой крышкой вместимостью 10 см³ (входят в комплект автоматического титратора C30S).

Воздушный насос для подачи сухого воздуха в автоподатчик InMotion KF Pro (входит в комплект автоматического титратора C30S).

Стаканчик СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Шприц инъекционный однократного применения вместимостью 1 см³, 10 см³ по ГОСТ Р ИСО 7886-1.

Раствор 1 - Реагент Карла-Фишера CombiCoulomat fritless фирмы Merck.

Раствор 2 - Реагент Hydranal-Couiomat AG (34836) фирмы Riedel-de-Haen.

Hydranal Water Standart KF-Oven 140-160 ⁰С фирмы Fluka.

Hydranal Water Standart KF-Oven 220-230 ⁰С фирмы Fluka.

ГСО 9233-2008, массовая концентрация воды 0,1%.

Сита молекулярные тип 3А (производство Италия).

Силикагель индикаторный, технический (производство Китай).

Воздух сжатый по ГОСТ ИСО 8573-3, предварительно осущенный пропусканием через молекулярные сита и силикагель.

- 6.6.3 Подготовка к выполнению измерений
- 6.6.3.1 Включают автоматический титратор C30S и автоподатчик InMotion KF Pro согласно инструкции по эксплуатации.
- 6.6.3.2 Воздух, поступающий в сушильную печь, пропускается через молекулярные сита и силикатель. Температура печи должна быть в пределах 280 °C.
 - 6.6.4 Выполнение измерений
 - 6.6.4.1 Заполнение ячейки для титрования

В ячейку для титрования с помощью программного обеспечения заливают 100 см³ раствора 1 или раствора 2.

6.6.4.2 Определение содержания влаги в rPET

В колбу стеклянную помещают (1,24÷1,25) г образца, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака и плотно завинчивают крышкой.

Колбу для стабилизации дрейфа устанавливают на поворотный столик автоподатчика InMotion KF Pro в положение дрейфа (1), колбы с холостой пробой и образцами последовательно в положения (2), (3), (4) и начинают титрование в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора. После окончания холостого титрования автоматически продолжается титрование колб с образцами.

Расчет содержания массовой доли влаги осуществляется автоматически, на основе программного обеспечения титратора модели C30S.

6.6.5 Обработка результатов измерений

Результат измерения массовой доли влаги в rPET округляют до первого десятичного знака, %.

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл.

Значение предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) $R_{\rm J}$ для двух результатов измерений при вероятности P=0,95 для диапазона измерений от 0,1 % до 0,5 % включительно равно 15 % относительно среднего значения.

При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.7 Определение массовой доли пыли

6.7.1 Назначение и область применения

Метод основан на извлечении пыли из навески rPET водным раствором этилового спирта и взвешивании сухого остатка на стеклянном пористом фильтре.

6.7.2 Средства измерений, оборудование, химическая посуда и реактивы

Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Термометр тип ТЛ-2М № 3 с диапазоном измеряемых температур от 0 °C до 150 °C с ценой деления 1 °C по ТУ 25-2021.003 - 88.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 2) °C.

Сито лабораторное с размерами ячеек 1,0 мм.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-250, 1-1000 по ГОСТ 1770.

Колба с тубусом 1-1000 по ГОСТ 25336.

Воронка фильтрующая ВФ-2-32-ПОР 40-14/23 XC по ГОСТ 25336.

Воронка В-56-80 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Кружка 3 вместимостью $1000 \text{ см}^3 \Gamma \text{ОСТ } 9147.$

Чашка выпарительная 7 вместимостью 850 см³ по ГОСТ 9147.

Вставка для эксикатора 2-250 по ГОСТ 9147.

Бутыль из темного стекла вместимостью 1 дм³ с навинчивающейся крышкой.

Кальций хлористый по ТУ 6-09-4711-81, ч.

Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный по ГОСТ Р 55878, сорт «Экстра».

Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

- 6.7.3 Подготовка к выполнению измерений
- 6.7.3.1 Воронку со стеклянным пористым фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °C до постоянной массы: первое взвешивание проводят через 1 час, каждые последующее через 30 минут; воронку охлаждают в течение 30 минут в эксикаторе и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.
 - 6.7.3.2. Приготовление раствора этилового спирта
- В бутыль с навинчивающейся крышкой к 250 см³ этилового спирта добавляют 750 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают.
 - 6.7.4 Выполнение измерений
- $6.7.4.1~\mathrm{B}$ фарфоровую кружку емкостью 1 дм³ помещают (500 ± 0.01) г гРЕТ, приливают $500~\mathrm{cm}^3$ разбавленного 1:3 водного раствора этилового спирта и тщательно перемешивают стеклянной палочкой в течение 2-3 минут.
- 6.7.4.2 Содержимое кружки количественно переносят на металлическое сито, установленное в фарфоровую чашку. Остаток промывают дважды $80~{\rm cm}^3$ разбавленного 1:3 водного раствора этилового спирта.
- 6.7.4.3 Суспензию частичек пыли, извлеченных из навески гРЕТ, пропускают под вакуумом через предварительно доведенный до постоянного веса стеклянный пористый фильтр. Для количественного переноса суспензии из фарфоровой чаши используют 80 см³ разбавленного 1:3 водного раствора этилового спирта.
- 6.7.4.4 Остаток на стеклянном фильтре сушат в течение 5 минут на воздухе, затем доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °C. Взвешивание проводят с точностью до четвертого десятичного знака.
 - 6.7.5 Обработка результатов измерений

Массовая доля пыли в гРЕТ (Х, %) определяется по формуле:

$$X=(m_1-m_2)\cdot 100/m,$$
 (1)

где m_1 – масса воронки со стеклянным пористым фильтром с пылью, г;

m₂ – масса воронки со стеклянным пористым фильтром, г;

m – масса rPET, взятая для испытаний, г.

Результат определения массовой доли пыли в rPET округляют до четвертого десятичного знака.

Расхождение между результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности (разные операторы, разное время) не должно превышать предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл.

Значение предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) $R_{\rm J}$ для двух результатов измерений при вероятности P=0,95 для диапазона измерений от 0,0001% до 0,0050% включительно равно 0,0003 % и для диапазонов измерений от 0,0050% до 0,0300 % включительно равно 0,0008 %.

При превышении предела промежуточной (внутрилабораторной прецизионности) Rл могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов испытаний согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

6.8 Измерение содержания посторонних включений

6.8.1 Назначение и область применения

Визуальный метод предназначен для измерения содержания посторонних включений в rPET.

Диапазон измерений составляет от 0 % до 99 %.

6.8.2 Средства измерений, оборудование, химическая посуда, реактивы

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Гигрометр психрометрический ВИТ-2.

Стакан В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Лампа-лупа.

Лупа с линейкой.

Пинцет из нержавеющей стали размером 250 x 2,5 мм.

6.8.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводятся в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха от $15\,^{0}$ С до $25\,^{0}$ С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа.
- 6.8.4 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений навеску rPET используют без предварительного измельчения.

- 6.8.5 Порядок выполнения измерений
- 6.8.5.1 Взвешивают в стакане 100,00 г усредненной пробы с точностью до третьего десятичного знака в соответствии с правилами округления.

Распределяют пробу на листе белой бумаги и пинцетом, используя лампу-лупу и лупу с линейкой, тщательно отбирают все гранулы с посторонними включениями.

Посторонние включения могут быть:

- полимерными (внутри rPET);
- не полимерными (на поверхности гранул).
- 6.8.5.2 Гранулы с посторонними включениями помещают в отдельный стакан и взвешивают на весах.
 - 6.8.6 Обработка и оформление результатов измерений

Содержание посторонних включений определяют по формуле:

$$X = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

где Х - содержание посторонних включений, %;

m₁ - масса пробы с включениями, г;

m₂ - масса пробы, взятой для измерения, г.

Результат измерений округляют с точностью до второго десятичного знака в соответствии с правилами округления.

Метрологические характеристики в виде показателя точности измерений и внутрилабораторной прецизионности результатов измерений не определяются на период набора статистических данных.

6.9 Измерение содержания пластин с видимыми включениями

6.9.1 Назначение и область применения

Визуальный метод предназначен для измерения содержания пластин rPET с видимыми включениями.

Диапазон измерений составляет от 0 % до 99 %.

6.9.2 Средства измерений, оборудование, химическая посуда, реактивы

Весы лабораторные высокого класса точности, диапазон измерений от 0.01 до 6100 г, погрешность измерения ± 0.05 г по ГОСТ Р 53228.

Гигрометр психрометрический ВИТ-2.

Барометр мембранный метеорологический М-67.

Термопластавтомат в комплекте с пресс-формой для получения пластины rPET диаметром около 70 мм, толщиной $(3\pm0,1)$ мм, массой (15 ± 1) г.

Стакан мерный с ручкой, PP, 2000 мл, VITLAB.

Лампа-лупа.

Лупа измерительная, цена деления 0,1 мм.

Пинцет из нержавеющей стали размером 250 х 2,5 мм.

Маркер.

6.9.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводятся в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха от 15 0 C до 25 0 C;
- относительная влажность воздуха не более 80 %;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа.
- 6.9.4 Подготовка к выполнению измерений

Изготовление пластины

Взвешивают усредненную пробу (5000±50) г с точностью до целого значения и помещают в термопластавтомат для получения пластин.

Отбрасывают первоначально полученные пластины в количестве 3 шт.

6.9.5 Порядок выполнения измерений

Отбирают все пластины с видимыми включениями, используя лампу-лупу, и обводят включения маркером.

Измеряют включения, округляя с точностью до первого десятичного знака, используя измерительную лупу и разделяют пластины по группам в соответствии с размером видимых включений:

- более 2,0 мм;

где

- от 1,0 до 2,0 мм;
- от 0,5 до 1,0 мм.

После разделения подсчитывают количество пластин в каждой группе.

6.9.6 Обработка и оформление результатов измерений

Содержание видимых включений каждой группы определяют по формуле:

$$X_n = \frac{m_n}{m_0} \times 100$$

m_n - количество пластин с включениями определенного размера, шт.;

 m_0 – количество пластин, изготовленных из 5000 г rPET без учета отброшенных пластин на промывку, шт.

Результат измерений округляют с точностью до целого числа в соответствии с правилами округления.

Метрологические характеристики в виде показателя точности измерений и внутрилабораторной прецизионности результатов измерений не определяются на период набора статистических данных.

7 Транспортирование и хранение

7.1 гРЕТ, упакованный в контейнеры, транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

7.2 гРЕТ хранят в сухом закрытом складском помещении на поддонах высотой не менее 5 см и на расстоянии не менее 1 м от отопительных приборов, не допуская попадания прямых солнечных лучей. Допускается хранение гРЕТ вне складских помещений в защищенном от влаги и прямых солнечных лучей месте, вдали от источников воспламенения и открытого огня, если это не приводит к ухудшению показателей качества продукта в соответствии с требованиями настоящих технических условий. Допускается складирование в два яруса. Складирование второго яруса допускается на поддоне.

8 Гарантии изготовителя

- 8.1 Изготовитель гарантирует соответствие rPET требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий транспортирования, хранения и применения.
 - 8.2 Гарантийный срок хранения rPET два года с даты изготовления.
- 8.3 По истечении гарантийного срока хранения rPET следует анализировать перед каждым применением на соответствие требованиям технических условий. При установлении соответствия качественных показателей продукт может быть использован потребителем по прямому назначению.

Приложение A (справочное)

Перечень документов, на которые даны ссылки в данных технических условиях

ΓΟCT 12.0.004-2015	ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие
ГОСТ 12.1.005-88	положения. ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к
ГОСТ 12.1.007-76	воздуху рабочей зоны.
10C1 12.1.007-70	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
ΓΟCT 12.4.021-75	ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования.
ΓΟCT 12.1.044-89	ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов.
	Номенклатура показателей и методы их определения.
ГОСТ 12.4.121-2015	ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов
	дыхания. Противогазы фильтрующие. Общие технические
	условия.
ΓΟCT 12.4.137-2001	Обувь специальная с верхом из кожи для защиты от нефти,
	нефтепродуктов, кислот, щелочей, нетоксичной и
	взрывоопасной пыли. Технические услови.
ΓOCT 12.4.253-2013	ССБТ. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие
	технические требования.
ΓOCT 12.4.245-2013	ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов
	дыхания. Фильтры противогазовые и комбинированные.
TO CT 10 4 010 0016	Общие технические условия.
ΓOCT 12.4.310-2016	ССБТ. Одежда специальная для защиты работающих от
	воздействия нефти, нефтепродуктов. Технические
ГОСТ 17.2.4.02-81	требования.
10C1 17.2.4.02-81	Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к
ГОСТ 400-80	методам определения загрязняющих веществ. Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов.
1001 400-80	Технические условия.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры,
10011/7071	мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ГОСТ 2603-79	Ацетон. Технические условия.
ΓΟCT 3022-80	Водород технический. Технические условий
ΓΟCT 3900-85	Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности
ГОСТ 6995-77	Реактивы. Метанол-яд. Технические условия.
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые.
	Технические условия.
ΓOCT 9293-74	Азот газообразный и жидкий. Технические условия.
ΓOCT 14192-96	Маркировка грузов.
ΓOCT 14870-77	Продукты химические. Методы определения воды.
ΓOCT 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка.
ΓΟCT 20010-93	Перчатки резиновые технические. Технические условия.
ΓOCT 21553-76	Пластмассы. Методы определения температуры плавления.
ΓΟCT 24363-80	Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы,
FOCT 25704 2 92	основные параметры и размеры.
ΓOCT 25794.3-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов
	для титрования осаждением, неводного титрования и
ГОСТ 28846-90	других методов.
1 001 20040-30	Перчатки и рукавицы. Общие технические условия.

ГОСТ 29251-91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.
ГОСТ ИСО 8573-3-2006	Сжатый воздух. Часть 3. Методы контроля влажности.
FOCT P 51695-2000	Полиэтилентерефталат. Общие технические условия.
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1.
	Метрологические и технические требования. Испытания.
ΓΟCT P 55878-2013	Спирт этиловый технический гидролизный
	ректификованный. Технические условия.
ΓΟCT P 58144-2018	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ Р 58577-2019	Правила установления нормативов допустимых выбросов
	загрязняющих веществ проектируемыми и действующими
	хозяйствующими субъектами и методы определения этих
	нормативов.
ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и
	результатов измерений. Часть 6. Использование значений
	точности на практике.
ГОСТ Р ИСО 7886-1-2011	Шприцы инъекционные однократного применения
	стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования.
ГОСТ Р ИСО 9706-2000	Информация документная. Бумага для документов.
	Требования к долговечности и методам испытаний.
ГН 2.3.3.972-00	Гигиена питания. Тара, посуда, упаковка, оборудование и
	другие виды продукции, контактирующие с пищевыми
	продуктами. Предельно допустимые количества
	химических веществ, выделяющихся из материалов,
	контактирующих с пищевыми продуктами. Гигиенические
	нормативы.
СП 1.1.1058-01	Общие вопросы. Организация и проведение
	производственного контроля за соблюдением санитарных
	правил и выполнением санитарно - противоэпидемических
	(профилактических) мероприятий. Санитарные правила.
СП 2.2.3670-20	Санитарно-эпидемиологические правила. Санитарно-
	эпидемиологические требования к условиям труда.
СНиП 41-01-2003	Отопление, вентиляция и кондиционирование.
СанПиН 1.2.3685-21	Санитарные правила и нормы. Гигиенические нормативы и
	требования к обеспечению безопасности и (или)
	безвредности для человека факторов среды обитания.
СанПиН 2.1.3684-21	Санитарные правила и нормы. Санитарно-
	эпидемиологические требования к содержанию территорий
	городских и сельских поселений, к водным объектам,
	питьевой воде и питьевому водоснабжению населения,
	атмосферному воздуху, почвам, жилым помещениям,
	эксплуатации производственных, общественных
	помещений, организации и проведению санитарно-
	противоэпидемических (профилактических) мероприятий.
ТУ 6-09-4711-81	Кальций хлористый. Технические условия.
ТУ 6-09-4433-77	Калий фталевокислый кислый. Технические условия.
ТУ 6-09-5360-88	Фенолфталеин. Технические условия.
ТУ 6-09-5421-90	Бромфеноловый синий. Технические условия.
ТУ 25-2021.003-88	Термометры ртутные стеклянные лабораторные.
ТУ 2297-005-40394291-02	Контейнеры мягкие четырехстропные ленточные из
	полипропиленовой ткани для сыпучих продуктов.
ТУ 2631-008-00207787-2002	Хлороформ. Технические условия.
	29

ТУ 20.16.40-021-39989731-2021

ТУ 2631-026-78119972-2010 ТУ 2632-007-29483781-2008 СТ СЭВ 543-77 ISO 3105-2003

ASTM D1003-21

Хлороформ. Технические условия.

Фенол синтетический технический. Технические условия

Числа. Правила записи и округления.

Вискозиметры стеклянные капиллярные для определения кинематической вязкости. Технические условия и

инструкции по эксплуатации.

Стандартные методы испытания для определения мутности и цветопроницаемости прозрачных пластмасс.

Приложение Б **(справочное)**

Библиография

- [1] А.Я. Корольченко. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов и средства их тушения. Справочник в двух частях. 4.2,М.: Асс. «Пожнаука» 2000г.
- [2] Информационная карта потенциально опасного химического и биологического вещества. Поли(окси-1,2-этандиилоксикарбонил-1,4-фениленкарбонил).