

ОКП 22 1131

Группа Л 27



Полипропилен атактический брикетированный

Технические условия
ТУ 2211-001-89007331-2011

Срок действия с 01.11.2019 г.
Без ограничения срока действия

СОГЛАСОВАНО



РАЗРАБОТАНО



Настоящие технические условия распространяются на полипропилен атактический брикетированный, является продуктом переработки полипропилена атактического, появляющегося в виде отходов производства полипропилена и сополимеров пропилена с этиленом методом каталитической полимеризации в среде углеводородного растворителя.

Полипропилен атактический брикетированный представляет собой аморфный термопластичный композиционный материал, проявляющий повышенные адгезионные свойства в расплавленном или растворенном состоянии.

Полипропилен атактический брикетированный предназначается для:

- приготовления полимерных, битумно-полимерных и полимер-минеральных композиций и мастик;
- индивидуальных расплавов и композиций, применяемых в качестве герметизирующих и противокоррозионных покрытий стальных подземных трубопроводов, различных строительных конструкций, сооружений и промышленного оборудования;
- улучшения физико-механических свойств асфальтовых композиций и шпатлевок, используемых в строительстве дорог и крупнопанельных сооружений;
- вязкостных присадок к смазочным маслам;
- добавок к резиновым смесям в резиновой промышленности.

Пример условного обозначения при заказе: «**Полипропилен атактический брикетированный** ТУ 2211-001-89007331-2011».

1. Технические требования

1.1. Основные параметры и характеристики (свойства)

1.1.1. Полипропилен атактический брикетированный (далее – АППБ) должен соответствовать настоящим техническим условиям и изготавливаться по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.1.2. АППБ выпускается в виде брикетов прямоугольной формы размером 500мм*500мм*80мм

1.1.3. По основным физико-химическим показателям АППБ должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1 настоящих технических условий.

Таблица 1. Показатели качества атактического полипропилена брикетированного.

Наименование показателя	Норма	Метод испытаний
1. Внешний вид и цвет	Аморфное вещество от светло-серого до темно-серого цвета	По п.5.2 настоящих ТУ
2. Кажущаяся вязкость по Брукфильду расплава при температуре 180 С, мПа*с, не менее	250	По п.5.3 настоящих ТУ и ГОСТ 25271
3. Температура размягчения по шару и шару, С, в пределах	От 130 до 160	По п. 5.4 настоящих ТУ и ГОСТ 11506
4. Массовая доля изотактической фракции, %, не более	40	По п. 5.5 настоящих ТУ и ГОСТ 26996

Примечания

1. Показатели 1-2 являются приемосдаточными.

2. Показатели 3-4 являются периодическими.

1.1.4. Показатели качества и характеристики АППБ, определение которых не предусмотрено настоящими техническими условиями, указаны в справочном приложении А.

1.1.5. Перечень определяемых показателей качества АППБ, указанный в таблице 1 настоящих технических условий, может быть изменен по требованию заказчика согласно договору.

1.2. Упаковка.

1.2.1. Брикеты АППБ укладывают в контейнеры из полиэтилена или полипропилена по 9 шт (3х3 шт) в упаковку. Контейнеры с брикетами укладывают на деревянные поддоны для дальнейшего транспортирования и хранения.

Упаковка должна обеспечивать сохранность качества продукции при транспортировании и хранении.

1.2.2. По согласованию с заказчиком в соответствии с требованиями договора допускается упаковка в другую тару, обеспечивающую качество продукции.

1.3. Маркировка.

1.3.1. Транспортную упаковку маркируют в соответствии с ГОСТ 14192.

Маркировка должна содержать:

- Наименование, товарный знак предприятия-изготовителя;
- Условное обозначение продукции;
- Номер партии;
- Дату изготовления;
- Массу нетто в килограммах.

1.3.2. По согласованию с заказчиком в соответствии с требованиями договора допускается вкладывать маркировочный ярлык внутрь упаковочного контейнера.

1.3.3. При поставке АППБ на экспорт транспортную тару маркируют в соответствии с требованиями контракта.

2. Требования безопасности.

2.1. По степени воздействия на организм человека АППБ в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к 4 классу опасности. При комнатной температуре АППБ не выделяет в воздух рабочей зоны и окружающую среду токсичных веществ и не оказывает вредного влияния на организм человека при непосредственном контакте. Работа с ним не требует особых мер предосторожности.

Вследствие малой электропроводности АППБ на нем могут возникать заряды статического электричества.

2.2. При нагревании АППБ в процессе переработки до температур выше 140°C возможно выделение в воздух рабочей зоны летучих продуктов термоокислительной деструкции, содержащих согласно ГОСТ 12.3.030 уксусную кислоту, формальдегид, ацетальдегид, оксид углерода.

2.3. Продукты термоокислительной деструкции АППБ в концентрациях, превышающих ПДК, обладают способностью вызывать как острые, так и хронические отравления:

- формальдегид обладает общетоксичным действием, поражает центральную нервную систему, раздражает кожу, слизистые оболочки верхних дыхательных путей и глаз, обладает раздражающим действием;
- ацетальдегид вызывает раздражение кожи, слизистых оболочек дыхательных путей и глаз;
- пары уксусной кислоты раздражают слизистые оболочки верхних дыхательных путей, при попадании на кожу вызывают ожоги;
- оксид углерода вызывает удушье вследствие вытеснения кислорода из оксигемоглобина крови, поражает центральную и периферическую нервную систему.

2.4. Предельно-допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений (ГОСТ 12.1.005), класс опасности (ГОСТ 12.1.007) и методы их определения указаны в таблице 2 настоящих технических условий.

Таблица 2. Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны, класс опасности и методы их определения.

Наименование вредного вещества	ПДК, Мг/м ³	Класс опасности	Метод определения
Формальдегид	0,5	2	МУ 4524-87
Ацетальдегид	5,0	3	МУ 2918-83
Уксусная кислота	5,0	3	ГОСТ 12.1.014-96
Углерод оксид	20,0	4	Техническое описание на газоанализатор Палладий-3
Аэрозоль талька	4,0	3	МУ 4436-87

2.5. Переработка АППБ должна производиться по СП 2.2.2.1327-03 в производственных помещениях, оборудованных местной вытяжной и общеобменной вентиляцией, обеспечивающей чистоту воздуха, в котором концентрация летучих веществ и пыли не должна превышать предельно допустимую. Рабочие места должны быть организованы по ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.2.061. Относительная влажность в рабочих помещениях должна соответствовать ГОСТ 12.1.005.

Переработку АППБ осуществляют по ГОСТ 12.3.030 с соблюдением правил пожаро- и взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.1.010.

Оборудование для переработки АППБ должно соответствовать ГОСТ 12.2.003 и ГОСТ 12.2.049, огражденные устройства и предохранительные приспособления – ГОСТ 12.2.062, средства защиты от статического электричества – ГОСТ 12.1.018 и ГОСТ 12.4.124.

2.6. Средства индивидуальной защиты работающих на переработке АППБ должны соответствовать ГОСТ 12.4.011.

2.7. Лица, работающие на производстве по переработке АППБ, должны проходить предварительный при поступлении на работу и последующие периодические медицинские осмотры в соответствии с приказами Минздрава России.

2.8. Требования пожарной безопасности.

АППБ согласно ГОСТ 12.1.044 относится к группе твердых горючих материалов с высокой дымообразующей способностью.

При контакте с открытым огнем загорается без взрыва и горит коптящим пламенем с образованием расплава и выделением углекислого газа, паров воды и газообразных продуктов, указанных в таблице 2.

Температура воспламенения.....270°C;

Температура самовоспламенения.....400°C.

Пожарная безопасность при переработке, хранении и транспортировании АППБ должна быть обеспечена системами предотвращения пожара и противопожарной защиты, оргтехмероприятиями по ГОСТ 12.1.004.

Для тушения АППБ применяют огнетушители любого типа, воду, огнегасительные пены, инертные газы, песок, асбестовые полотна, войлок (кошму).

По значению показателя токсичности продуктов горения, образующихся в условиях пожара, при необходимости применяют изолирующие противогазы любого типа.

3. Требования охраны окружающей среды

АППБ не обладает способностью образовывать токсичные соединения в воздушной среде и сточных водах в присутствии других веществ при температуре окружающей среды. АППБ не является озоноразрушающим веществом.

Защита окружающей среды при производстве, транспортировании, хранении и применении обеспечивается герметизацией технологического оборудования, транспортной и потребительской тары.

Образующиеся при переработке АППБ отходы нетоксичны, обезвреживания не требуют, подлежат переработке. Непригодные к переработке отходы подлежат захоронению в специально отведенном месте в соответствии с Федеральным законом № 69-ФЗ «Об отходах производства и потребления». При утилизации АППБ не требуется специальных мер безопасности.

Допустимые выбросы вредных веществ промышленными предприятиями в атмосферу устанавливаются в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02.

Согласно Перечню и кодам веществ, загрязняющих атмосферный воздух, предельные допустимые концентрации вредных веществ, которые могут образовываться при переработке АППБ и рассеиваться в атмосферу населенных пунктов, составляют:

Наименование вещества	ПДК максимально-разовая, мг/м ³	ПДК среднесуточная, мг/м ³
Формальдегид	0,035	0,003
Ацетальдегид	0,01	0,01
Уксусная кислота	0,2	0,06
Углерод оксид	5	3

4. Правила приемки

4.1. АППБ принимают партиями. Партией считают любое количество АППБ не более 40 т, сопровождаемое одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

- наименование, товарный знак, юридический адрес предприятия-изготовителя;
- условное обозначение продукции;
- номер партии;
- дату изготовления;
- область применения;
- условия безопасного использования;
- информацию об обязательной сертификации;
- гарантийный срок хранения;
- правила и условия безопасного хранения;
- транспортирование;
- массу нетто;
- результаты проведенных испытаний и подтверждение о соответствии требованиям настоящих технических условий.

4.2. Для проверки качества АППБ отбирают точечные пробы в зависимости от массы партии:

- при массе партии до 15 т включительно.....не менее 4;
- при массе партии свыше 15 т до 25 т включительно.....не менее 6;
- при массе партии свыше 25 т до 40 т включительно.....не менее 8.

4.3. Для проверки качества АППБ на соответствие требованиям настоящих технических условий проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

Приемо-сдаточные испытания проводят по показателям 1-2 таблицы 1.

При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний хотя бы по одному из показателей, проводят повторные испытания по этому показателю на удвоенной выборке, взятой от той же партии.

Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

При неудовлетворительных результатах повторных испытаний партию бракуют.

4.4. Изготовитель проводит периодические испытания по показателям 3-4 таблицы 1 не реже 1 раза в квартал не менее, чем на двух партиях. Периодические испытания проводят на АППБ, участвовавшим в приемо-сдаточных испытаниях.

При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, проверяемых периодически, проводят по нему повторные испытания удвоенной выборки от той же партии.

При получении неудовлетворительных результатов поставка АППБ должна быть прекращена до выяснения и устранения причин несоответствия их требованиям настоящих ТУ и получения удовлетворительных результатов испытаний новых партий АППБ.

5. Методы испытаний

5.1. Методы отбора и подготовки проб

5.1.1. Точечные пробы отбирают путем выемки брикета из упаковки и дальнейшей разрезки брикета на требуемые для испытаний образцы. Допускается отбирать точечные пробы во время изготовления продукции из потока перед бункером или из потока в процессе упаковки продукции.

Количество точечных проб определяют по пункту 4.2 настоящих ТУ. Масса точечной пробы должна быть не менее 200 г.

Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную точечную пробу и перемешивают на чистом поддоне не менее 5 мин.

5.1.2. Объединенную пробу помещают в плотно закрытую чистую сухую тару. На каждую тару наклеивают или вкладывают в нее этикетку с условным обозначением продукта, номером и массы партии, датой и временем составления объединенной пробы.

5.1.3. Подготовка и гомогенизация пробы для испытаний.

Из объединенной пробы случайным образом отбирают не менее 300 г АППБ, который помещают в химический стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см³. Полимер расплавляют на электрической плитке по ГОСТ 14919 при постоянном перемешивании до полной гомогенизации, не допуская перегрева свыше 180°C. Допускается механическое перемешивание с применением мешалки любого типа. Температуру контролируют термометром ТЛ-2 по ГОСТ 28498. Из горячей гомогенизированной пробы отбирают порции в емкости, соответствующие конкретному методу испытаний по показателям 2-4 таблицы 1.

5.2. Определение внешнего вида, цвета.

Внешний вид, цвет АППБ определяют визуальным осмотром объединенной пробы без применения технических средств.

5.3. Определение кажущейся вязкости по Брукфильду расплава при температуре 180°C.

Методика № 30-14-01-98 аттестована в ООО «Томскнефтехим», свидетельство об аттестации №188, сентябрь 2006 г.

Методика устанавливает определение кажущейся вязкости по Брукфильду АППБ в диапазоне от 80 до 10 000 мПа*с при температуре 180°C на вискозиметре Брукфильда с использованием термоячейки «Термосел». Методика применяется совместно с ГОСТ 25271.

5.3.1. Требования к погрешностям и приписанные характеристики погрешности измерений и составляющих.

Методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 3, при условии соблюдения всех регламентируемых требований и проведения измерений в точном соответствии с методикой.

Таблица 3. Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности и повторяемости ВЗН при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений кажущейся вязкости, мПа*с	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости, σ (Δ), мПа*с	Показатель внутрилабораторной прецизионности, σ (Δ), мПа*с	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность результата, $\pm\Delta$, мПа*с	Показатель точности (границы в которых находится погрешность результата), $\pm\Delta$, мПа*с
От 80 до 10 000	$0,05 \cdot X$	$0,06 \cdot X$	$0,11 \cdot X$	$0,16 \cdot X$

включ.				
X – среднее значение результатов, полученных в условиях повторяемости, мПа*с				
X – среднее значение результатов, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности, мПа*с				

5.3.2. Средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы.

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и материалы

Установка для определения кажущейся вязкости по Брукфильду (далее – вязкость), укомплектованная:

- программируемым вискозиметром Брукфильда DV-II+ (далее – прибор), обеспечивающим определение вязкости от 30 до 600 000 мПа*с, приведенная погрешность прибора не более $\pm 1\%$ верхнего предела диапазона измерения в соответствии с таблицей 4:

Таблица 4. Абсолютная погрешность вискозиметра в зависимости от диапазона измерения вязкости.

Скорость вращения шпинделя, 1/мин	Максимальное значение вязкости, мПа*с	(20 – 95)% диапазона шкалы, мПа*с	Абсолютная погрешность прибора, мПа*с
0,5	120 000	24 000 – 114 000	1 200
2,5	24 000	4 800 – 22 800	240
5,0	12 000	2 400 – 11 400	120
10	6 000	1 200 – 5 700	60
20	3 000	600 – 2 800	30
50	1 200	240 – 1 140	12
100	600	120 – 570	6

- шпинделем SC4-34, входящим в комплект вискозиметра, используемым при работе с термоячейкой «Термосел»;

- контроллером температуры модель 106, с погрешностью измерения температуры в диапазоне от минус 100°C до 149°C не более $\pm 1^\circ\text{C}$; в диапазоне (150 – 300)°C не более $\pm 2^\circ\text{C}$;

- термоячейкой «Термосел», предназначенной для поддержания температуры испытания и позволяющей проводить измерение вязкости расплава АППБ в камере объемом не более 10 см³ при повышенных температурах;

Весы технические общего назначения по ГОСТ 24104, допускаемая погрешность при измерении массы по шкале не более ± 100 мг.

Термометр ТЛ-2 по ГОСТ 28498, диапазон (0 – 250)°C, с ценой деления 1°C, допускаемая погрешность $\pm 1^\circ\text{C}$.

Секундомер СОПр – 26-2-010, ТУ 25-1819.0021-90, диапазон (0 – 60) мин, (0 – 30) мин, допустимая погрешность $\pm 0,15\%$ или $\pm 5,4$ с за 60 мин в диапазоне рабочих температур от минус 20°C до 40°C.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919-83.

Стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336-82.

Все вышеперечисленные средства измерения должны быть поверены или откалиброваны.

Вспомогательное оборудование должно быть аттестовано. Допускается использование других средств измерений с метрологическими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

Допускается применение другой лабораторной посуды по классу, не уступающей вышеуказанной.

5.3.3. Метод измерения.

Определение кажущейся вязкости АППБ основано на принципах ротационной реометрии.

Вязкость – мера сопротивления жидкости течению.

Шпиндель соответствующей формы приводится во вращение синхронным двигателем с постоянной скоростью в испытуемом продукте. Вязкое трение жидкости о шпиндель определяется при закручивании приводной калиброванной пружины, которое измеряется датчиком угла вращения.

Сопротивление жидкости вращению шпинделя, зависящее от вязкости анализируемого продукта, обуславливает крутящий момент спиральной пружины.

Кажущаяся вязкость по Брукфильду (в миллипаскаль-секундах) измеряют по крутящему моменту, передающемуся на шпиндель, погруженный в расплав АППБ.

Вязкость АППБ определяют при температуре $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ с применением термоячейки «Термосел», позволяющей проводить измерения точечных проб объемом 10 см³.

5.3.4. Требования безопасности, охраны окружающей среды.

При выполнении определения кажущейся вязкости АППБ по Брукфильду соблюдают правила безопасной работы в соответствии с инструкцией по охране труда, действующей в лаборатории, и инструкциями по эксплуатации вискозиметра и термоячейки.

Все работы проводят в вытяжном шкафу в индивидуальных средствах защиты.

Особые меры безопасности следует соблюдать при работе с оборудованием при повышенных температурах.

Все образующиеся твердые отходы АППБ собирают в мешки для мусора и утилизируют согласно инструкции по охране труда, действующей в лаборатории.

Запрещается выливать отработанные органические жидкости в канализацию. Отработанные жидкости в специальные герметично закрывающиеся стеклянные бутылки и в конце дня выносят в специальный слив химически загрязненной канализации.

5.3.5. Требования к квалификации операторов.

К выполнению измерений допускаются лаборанты 4-5 разрядов согласно Единому тарифно-квалификационному справочнику.

5.3.6. Условия измерений.

При выполнении измерений соблюдают следующие условия, при которых значение характеристики погрешности результата анализа находится на заданном уровне:

- относительная влажность.....от 30% до 80%;
- напряжение питания сети..... (220 ± 22) В;
- температура окружающей среды.....от 10°C до 35°C ;
- атмосферное давление.....не нормируется.

5.3.7. Подготовка к выполнению измерений.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции.

5.3.7.1. Отбор пробы.

По п.5.1 настоящих ТУ.

5.3.7.2. Подготовка прибора к работе.

Настройку прибора проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

Температуру $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ задают на контроллере в соответствии с руководством пользователя.

5.3.8. Выполнение измерений.

При выполнении измерений выполняют следующие операции.

5.3.8.1. Из пробы, подготовленной по п. 5.1.3, отбирают две аликвоты расплава в два стакана 50 ± 5 TC с отметкой 10 см³.

5.3.8.2. Одну аликвоту АППБ повторно нагревают до вязкотекучего состояния и переливают в камеру термоячейки. Камеру помещают в термоячейку и проводят процедуры в соответствии с руководством пользователя.

5.3.8.3. После выдерживания системы (камера-шпиндель-аликвота) при температуре $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ температуру фиксируют по табло) в течение 30 минут, включают двигатель вискозиметра и проводят измерение вязкости при скорости вращения, выбранной в соответствии с разделом 4 ГОСТ 25271 и таблицей 4 настоящих ТУ.

По достижении стабильных значений вязкости, не выключая двигатель, считывают с табло результат измерения кажущейся вязкости в миллипаскаль-секундах.

5.3.8.4. Двигатель отключают. Через 2 минуты двигатель включают и проводят повторное измерение вязкости. Время между повторами фиксируют секундомером. Измерения повторяют до тех пор, пока относительное расхождение между двумя последующими значениями будет составлять не более, чем на 3%.

Примечание. В случае нестабильности значения вязкости в требуемом диапазоне шкалы измерения (20÷95)% значение вязкости фиксируют через 3 минуты с момента начала вращения шпинделя (время фиксируют секундомером).

5.3.8.5. Измерение кажущейся вязкости АППБ проводят на двух аликвотах, подготовленных по п. 5.1.3.

5.3.9. Обработка результатов измерений.

За результат измерений принимают округленное до трех значащих цифр среднее арифметическое двух единичных определений.

5.3.10. Оценка приемлемости результатов, получаемых в условиях прецизионности.

Прецизионность – степень близости друг к другу независимых результатов измерений в определенных регламентированных условиях.

Допускаемое расхождение в условиях повторяемости (две пробы одного продукта, взятые одним лаборантом в короткий промежуток времени) должно быть не хуже предела повторяемости, приведенного в таблице 5.

Допускаемое расхождение в условиях внутрилабораторной прецизионности (две части одного продукта, подготовленные и испытанные двумя лаборантами в разное время) должно быть не хуже предела внутрилабораторной прецизионности, приведенного в таблице 5.

Таблица 5 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности $P=0,95$.

Диапазон измерения кажущейся вязкости, МПа*с	Предел повторяемости r_2 , МПа*с	Предел повторяемости r_4 , МПа*с	Предел внутрилабораторной прецизионности R_L , МПа*с
От 80 до 10 000 включ.	$0,15 \cdot X$	$0,20 \cdot X(4)$	$0,17 \cdot X$

X – среднее значение двух сравниваемых результатов, МПа*с

$X(4)$ – среднее значение четырех сравниваемых результатов, МПа*с

R_L – среднее значение результатов, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности

5.3.11. Контроль стабильности результатов измерений при реализации методики в лаборатории.

Контроль стабильности результатов измерений проводят на основе разовых процедур контроля показателей прецизионности и показателя правильности с применением стандартного образца предприятия (СОП) кажущейся вязкости по Брукфильду через каждые 20 определений на товарных партиях АППБ или в соответствии со графиком внутрилабораторного контроля качества.

По результатам контрольных определений строят карты Шухарта по ГОСТ Р ИСО 5725-6.

При контроле стабильности результатов измерения с использованием СОП допускается проводить измерение вязкости товарного АППБ на одной аликвоте.

5.3.12. Оформление результатов измерений.

Результат измерения представляют в виде:

$(X \pm \Delta_1)$ МПа*с, при $P=0,95$,

X – результат определения кажущейся вязкости по Брукфильду, МПа*с;

Δ_1 – абсолютное значение показателя точности, установленного при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемого контролем стабильности результатов измерений, МПа*с.

5.4. Определение температуры размягчения по кольцу и шару.

Определение температуры размягчения по кольцу и шару проводят по ГОСТ 11506 на образце, изготовленном по п. 5.1.3 настоящих ТУ, при условиях испытания АППБ с температурой размягчения свыше 110°C.

5.5. Определение массовой доли изотактической фракции.

Методика № 30-14-01-87 аттестована в ООО «Томскнефтехим», свидетельство об аттестации № 33 от 10 октября 2004 г.

Методика количественного химического анализа предназначена для определения массовой доли изотактической фракции (далее – изотактика) в диапазоне массовых долей от 10% до 40%. Методику применяют совместно с ГОСТ 26996.

5.5.1. Условия измерений.

При выполнении измерений соблюдают следующие условия, при которых значение характеристики погрешности результата анализа находится на заданном уровне:

- относительная влажность воздуха в диапазоне от 30% до 80%;
- напряжение питания сети (220±22) В;
- температура окружающей среды.....от 10°C до 35°C;
- атмосферное давление.....не нормируется.

5.5.2. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих.

Методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 6, при условии соблюдения всех регламентируемых требований и проведения измерений в точном соответствии с методикой.

5.5.3. Метод измерения.

Измерение массовой доли изотактической фракции выполняют экстракционно-гравиметрическим методом, основанном на определении фракции полипропилена, нерастворимой в нормальном гептане.

Под изотактической понимают структуру углеводородной цепи молекулы полипропилена с определенным расположением метильных групп в ней.

Таблица 6 – Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности $P=0,95$.

Наименование объекта и диапазон измерения массовой доли изотактики, %	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости) $\sigma_r(\Delta)$, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) $\sigma_R(\Delta)$, %	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность результата) $\pm \Delta_s$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность результата $\pm \Delta_c$, %
Атактический полипропилен; от 10 до 40 включ.	0,12*X	0,38*X	0,006*X	0,8*X

X – среднее значение результатов, полученных в условиях повторяемости, %

X – среднее значение результатов, полученных в условиях воспроизводимости, %

5.5.4. Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реагентам.

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства.

5.5.4.1. Средства измерений, испытательное оборудование, вспомогательные устройства.

Весы аналитические лабораторные равноплечие по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ 24104 (в части веса) разработанных до 1 января 2010 г. пределы допускаемой погрешности при измерении массы не более $\pm 0,75$ мг.

Набор гирь (1 г – 100 г) Е2 (гири типа Г-2-210, 2 класс точности) по ГОСТ 7328.

Шкаф сушильный вакуумный типа ВШ по ТУ 16.531.743-83, обеспечивающий регулирование температуры в диапазоне от 50°C до 200°C.

Колбонагреватель любого типа, обеспечивающий нагрев до температуры кипения гептана $98,5^{\circ}\text{C}$.

Все вышеперечисленные средства измерения должны быть поверены или откалиброваны. Измерительное оборудование должно быть аттестовано. Допускается использование других средств измерения с метрологическими характеристиками, не уступающими вышеуказанным.

5.5.4.2. Посуда лабораторная и реактивы.

Колба К-1-1000-29/32 ТХС по ГОСТ 25336 (колба типа К, исполнение 1, номинальная вместимость 1000 см³, с взаимозаменяемым конусом 29/32 из термически и химически стойкого стекла).

Холодильник ХШ-1-200-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Аппарат Сокслета с насадкой типа НЭТ-250-2 (исполнение 3, вместимость 250 см³, из термически и химически стойкого стекла).

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 (45/13 по ГОСТ 25336).

Стакан Н-2-50 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770, 3-250-2 (исполнение 3, вместимость 250 см³, класс точности 2). Допускаемое отклонение $\pm 2,00$ см³.

Эксикатор 2 (1)-230(290) по ГОСТ 25336.

Вставка для эксикатора 1(2)-175 по ГОСТ 9147 (исполнение 1, диаметр 175 мм).

Гептан нормальный (н-гептан) эталонный по ГОСТ 25828.

Кальция хлорид обезвоженный, ч по ТУ 6-09-4711-81.

Фильтры обеззоленные белая лента по ТУ 6-09-1678-95.

Допускается применение другой лабораторной посуды по классу точности и реактивов по классификации чистоты, не уступающих вышеуказанным.

5.5.5. Операции при подготовке к выполнению измерений.

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие операции.

5.5.5.1. Подготовка пробы.

По 5.1 настоящих ТУ. Порцию АППБ отбирают наливом в стакан Н-2-25- ТС в объеме 1/3 от вместимости, охлаждают до комнатной температуры.

5.5.5.2. Подготовка эксикатора.

Кальций хлористый высушивают в сушильном шкафу при температуре $(120 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ в течение 2 часов. В чистый сухой эксикатор засыпают горячий кальций хлористый, закрывают решеткой, крышку смазывают тонким слоем смазки и притирают ее.

Кальций хлористый прокаливают повторно в случае, если после трех последовательных взвешиваний масса стаканчиков для взвешивания не доводится до постоянной величины.

5.5.6. Операции при выполнении измерений.

При выполнении измерений выполняют следующие операции.

Собирают установку для горячей экстракции полипропилена в соответствии с рисунком 1 ГОСТ 26996.

Патрон из фильтрованной бумаги предварительно высушивают до постоянной массы в стаканчиках для взвешивания при температуре $(80 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ в вакуумном сушильном шкафу и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

$(2,0 \pm 0,1)$ г АППБ помещают в патрон и стаканчик, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Патрон с АППБ помещают в экстрактор вместимостью 250 см³ и экстрагируют в н-гептане в течение 6 часов. Объем гептана в колбе должен быть не менее $(400 - 500)$ см³.

По окончании экстракции пробу полимера высушивают в сушильном шкафу при температуре 105°C в течение 2 часов. Стаканчики с навеской охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

5.5.7. Операции обработки и вычислений результатов измерений.

Массовую долю изотактической фракции X, в процентах, для каждого параллельного определения вычисляют с точностью до трех значащих цифр по формуле:

$$X = m_2 / m_1 * 100,$$

где m_1 — масса пробы после экстракции, г;

m_1 - масса пробы до экстракции, г;

m_2 вычисляют по формуле

$$m_2 = m_3 - m_4,$$

m_3 - масса пробы со стаканчиком и патроном после экстракции, г;

m_4 - масса патрона и стаканчика, г.

За результат испытания принимают округленное до двух значащих цифр среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает абсолютного значения предела повторяемости для двух результатов параллельных определений (%), указанного в таблице 7.

$$|X_1 - X_2| \leq r_n,$$

X_1, X_2 - сравниваемые значения массовой доли изотактики, %.

Полученный результат округляют до целого числа.

Если условие (4) выполняется, то результаты считаются приемлемыми. При невыполнении условия необходимо: дополнительно получить еще два результата параллельных определений массовой доли изотактики. Если при этом выполняется условие

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq r_{2n},$$

X_{\max} и X_{\min} - максимальное и минимальное значения массовой доли изотактики, %;

r_{2n} - абсолютное значение предела повторяемости для четырех результатов параллельных определений;

в качестве окончательного результата принимают округленное до целого числа среднее арифметическое значений результатов четырех параллельных определений. Абсолютные значения предела повторяемости r_{2n} для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 7. В случае невыполнения условия (5) в качестве окончательного результата должна приниматься медиана результатов четырех измерений.

Таблица 7 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при вероятности $P=0,95$

Диапазон измерения массовой доли изотактической фракции, %	Предел повторяемости для $n=2$, r_n , %	Предел повторяемости для $n=4$, r_{2n} , %	Предел воспроизводимости R , %
От 10 до 40 включ.	$0,33 \cdot X$	$0,4 \cdot X_{(4)}$	$1,1 \cdot X$

X - среднее значение сравниваемых двух результатов, %;

$X_{(4)}$ - среднее значение сравниваемых четырех результатов, %;

$X_{(4)}$ - среднее значение сравниваемых двух результатов, полученных в условиях воспроизводимости,

5.8. Требования к оформлению результатов измерений.

Результат измерений представляют в виде:

$$(X \pm \Delta) \%, \text{ при } P=0,95,$$

X - результат определения массовой доли изотактики, %;

Δ - абсолютное значение характеристики погрешности, %, рассчитанное по формуле, приведенной в таблице 6.

Результат измерения представляют в виде:

$$(X \pm \Delta_L) \%, \text{ при } P=0,95, \text{ при условии } \Delta_L < \Delta,$$

X - результат определения (среднее арифметическое значение двух параллельных определений),

Δ_L - абсолютное значение показателя точности, установленного при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемого контролем стабильности результатов измерений, %.

5.9. Оценка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений $X_{ср1}$ и $X_{ср2}$, полученными в двух лабораториях, не должно превышать абсолютного значения пределов воспроизводимости (R , %):

$$|X_{ср1} - X_{ср2}| \leq R \quad (8)$$

При выполнении условия (8) приемлемы оба результата измерения и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

Значение предела воспроизводимости приведены в таблице 7.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

5.5.10. Контроль стабильности результатов измерений.

Контроль стабильности результатов измерений проводят на основе разовых процедур контроля показателя прецизионности и показателя правильности.

Контроль стабильности при реализации методики в лаборатории проводят в соответствии с разделом 6 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

5.5.11. Требования к квалификации лаборантов.

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лаборанты 4–5 разрядов согласно Единому тарифно-квалификационному справочнику.

5.5.12. Требования к обеспечению безопасности выполняемых работ.

При выполнении определения массовой доли изотактической фракции соблюдают правила безопасной работы в соответствии с инструкциями по охране труда, действующими в лаборатории.

Гептан относится к 4 классу опасных веществ и обладает наркотическим действием. ПДК гептана в рабочей зоне – 100 мг/м³.

Все работы с органическими растворителями проводят в вытяжном шкафу в средствах индивидуальной защиты.

При проведении экстракции в кожух холодильника должна непрерывно подаваться холодная вода.

Особые меры безопасности следует соблюдать при работе с оборудованием при повышенных температурах.

5.5.13. Требования к обеспечению экологической безопасности.

Все образующиеся твердые отходы полипропилена собирают в мешки и утилизируются согласно инструкции по охране труда, действующей в лаборатории.

Запрещается выливать отработанные органические жидкости в канализацию. Отработанные жидкости собирают в специальные герметично закрывающиеся стеклянные бутылки и в конце дня выносят в специальный слив химически загрязненной канализации.

Все жидкие отходы, образующиеся при мытье химической посуды, сливают в лабораторные раковины, связанные с химически загрязненной канализацией.

6. Транспортировка и хранение.

6.1. АППБ транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, и техническими условиями погрузки и крепления грузов, с соблюдением санитарных правил.

6.2. АППБ хранят в помещении, исключая попадание прямых солнечных лучей и влаги, на расстоянии не менее 1 м от нагревательных приборов.

6.3. Перед переработкой АППБ выдерживают не менее 12 часов в производственном помещении.

7. Гарантии изготовителя.

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества АППБ требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения.

7.2. Гарантийный срок хранения АППБ устанавливается один год со дня изготовления.

Приложение А
(справочное)

Таблица А.1 - Показатели качества полипропилена атактического брикетированного

Наименование показателя	Норма	Метод испытаний
1. Массовая доля летучих веществ, % не более	3,0	ГОСТ 26996
2. Массовая доля золы, % не более	3,0	ГОСТ 15973
3. Глубина проникновения иглы при температуре 25°C при нагрузке 100 г, 0,1 мм, в пределах	От 10 до 60	ГОСТ 11501
4. Температура плавления, °С, в пределах	От 140 до 160	ISO 11357-3

Приложение Б (справочное)

Перечень нормативной и технической документации, на которую дана ссылка в настоящих технических условиях

Указанные в данном разделе документы являются необходимыми для применения настоящего стандарта. Для датированных ссылок используют только указанное издание. Для недатированных ссылок – последнее издание со всеми изменениями и дополнениями.

ГОСТ 12.1.004-91	Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.005-88	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
ГОСТ 12.1.007-76	Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования к безопасности.
ГОСТ 12.1.010-76	Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.014-84	Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентрации вредных веществ индикаторными трубками.
ГОСТ 12.1.018-93	Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования.
ГОСТ 12.1.044-89	Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения.
ГОСТ 12.2.003-91	Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.
ГОСТ 12.2.049-80	Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования.
ГОСТ 12.2.003-91	Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам.
ГОСТ 12.2.062-81	Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Ограждения защитные.
ГОСТ 12.3.030-83	Система стандартов безопасности труда. Переработка пластических масс. Требования безопасности.
ГОСТ 12.4.011-89	Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация.
ГОСТ 12.4.124-83	Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования.
ГОСТ 17.2.3.02-78	Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
ГОСТ 7328-2001	Гири. Общие технические требования.
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.
ГОСТ 11501-78	Битумы нефтяные. Метод определения глубины проникновения иглы.
ГОСТ 11506-73	Битумы нефтяные. Метод определения температуры размягчения по кольцу и шару.
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы,

ГОСТ 14919-83	пробирки. Общие технические условия. Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.
ГОСТ 15973-82	Пластмассы. Методы определения золы.
ГОСТ 19729-74	Тальк молотый для производства резиновых изделий и пластических масс. Технические условия.
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования.
ГОСТ 25271-93	Пластмассы. Смолы жидкие, эмульсии или дисперсии. Определение Кажущейся вязкости по Брукфильду.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные Параметры и размеры.
ГОСТ 25828-83	Гептан нормальный эталонный. Технические условия.
ГОСТ 26996-86	Полипропилен и сополимеры пропилена. Технические условия.
ГОСТ 28498-90	Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.
ГОСТ Р ИСО 5725-6	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.
МУК 2918-83	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этилена, пропилена и ацетальдегида в воздухе рабочей зоны.
МУК 4436-87	Методические указания. Измерение концентрации аэрозолей Преимущественно фиброгенного действия.
МУК 4524-87	Методические указания по фотометрическому измерению концентрации формальдегида в воздухе рабочей зоны.
МВИ №30-14-01-86	Полипропилен и сополимеры пропилена. Определение массовой доли изотактической фракции. МВИ аттестована в ООО «Томскнефтехим, свидетельство об аттестации №111, апрель 2004.
МВИ №30-14-01-87	Полипропилен и сополимеры пропилена. Определение массовой доли изотактической фракции. МВИ аттестована в ООО «Томскнефтехим, свидетельство об аттестации №133, октябрь 2004.
МВИ №30-14-01-98	Полипропилен и сополимеры пропилена. Определение массовой доли изотактической фракции. МВИ аттестована в ООО «Томскнефтехим, свидетельство об аттестации №188, сентябрь 2006.
СП 2.2.2.1327-03	Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту. Санитарно-эпидемиологические правила.
ISO 11357-3	Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 3: Determination of Temperature and enthalpy of melting and cristallisation. Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия. Часть 3: Определение температуры плавления и кристаллизации.
ТУ 6-09-1678-95	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).
ТУ 6-09-4711-81	Реактивы. Кальций хлористый (обезвоженный), чистый.
ТУ 16.531.747-83	Шкафы сушильные вакуумные. Технические условия.
ТУ 25-1819.0021-90	Секундомеры механические.. Технические условия.
ТУ 5727-003-10733472-2000	Тальк молотый для производства пластических масс. Технические условия.
Федеральный закон №69-ФЗ «Об отходах производства и потребления», утвержденный 24.07.1998 г.	
Единый тарифно-квалификационный справочник. М.: Машиностроение, выпуск 1, 1986 г.	
Руководство по эксплуатации №М/97-164-В299. Программируемый вискозиметр Брукфильда DV-II	
Руководство пользователя термоячейкой «Термосел».	