



ОКП 24 1544

УТВЕРЖДАЮ



Главный инженер
ПАО "Нижнекамскнефтехим"
К.Х. Гильманов
"23" 06 2015г.

Рецикл-стирол
Технические условия
ТУ 2415-182-05766801-2015

Дата введения с 24.06.2015г
Без ограничения срока действия

Главный технолог
ПАО "Нижнекамскнефтехим"
А.Г. Сахабутдинов
"23" 06 2015г.

Зам. главного инженера –
начальник технического
управления
С.Г. Сахапов
"23" 06 2015г.

Изн. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изн. № дубл.	Подп. и дата

Настоящие технические условия распространяются на рецикл-стирол, образованный в процессе производства полистиролов.

Рецикл-стирол выпускают двух марок – марка А и марка Б.

Рецикл-стирол марки А и Б предназначены для производства продукции промышленного назначения. Марка А – в качестве компонента для изготовления смесевых растворителей, марка Б – для производства промышленных растворителей. Продукция, полученная с использованием рецикл-стирола, должна быть согласована с органами Роспотребнадзора.

Обязательные требования к рецикл-стиролу, направленные на обеспечение безопасности для жизни, здоровья, имущества населения и охраны окружающей среды, изложены в разделах: «Упаковка», «Маркировка», "Требования безопасности", "Транспортирование и хранение".

Пример обозначения при заказе: «Рецикл-стирол», ТУ 2415-182-05766801-2015».

1 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 Рецикл-стирол должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящих технических условий по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2 По физико-химическим показателям рецикл-стирол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма		Метод испытания
	Марка А	Марка Б	
1. Плотность при температуре 20 °С, г/см ³	0,910		По ГОСТ 3900, р.1
2. Внешний вид	Прозрачная жидкость от светло-желтого до темно-коричневого цвета	Прозрачная или мутная жидкость от светло-желтого до темно-коричневого цвета, возможно наличие осадка	По п. 4.2 наст. ТУ
3. Массовая доля полимера, %, не более	3,0		По п. 4.3, п. 4.6 наст. ТУ
4. Массовая доля воды, %, не более	0,15		По ГОСТ 14870, п. 2
5. Массовая доля стирола, %, не менее	75,0	45,0	По п. 4.4 наст. ТУ
6. Массовая доля этилбензола, %, не более	25,0	25,0	По п. 4.4 наст. ТУ
7. Массовая доля нитрила акриловой кислоты, %, не более	-	Не нормируется, определение обязательно	По п. 4.5 наст ТУ

Примечание 1 – В летний период заправляется ингибитором пара-трет-бутилпирокатехином (ТБК) в количестве (10-15 ppm).

ТУ 2415-182-05766801-2015

Ивл. № дубл.	Взам. инв. №	Подп. и дата	ТУ 2415-182-05766801-2015				Лит.	Лист	Листов
			Лист	№ докум.	Подп.	Дата			
Ивл. № подл.	Взам. инв. №	Подп. и дата	Разработал	Мальгина	<i>ММ</i>	10.06.15	Рецикл-стирол Технические условия	ПАО "Нижнекамскнефтехим"	
			Завод	Михайлов	<i>В.М. Михайлов</i>	12.06.15			
			УТК	Сапожникова	<i>С.Н.</i>	16.06.15			
			НТЦ	Ахметов	<i>А.В.</i>	18.06.15			
			Проверил	Евстафьева	<i>Е.В.</i>	18.06.15			

одеждой, обувью, резиновыми перчатками, защитными очками в соответствии с типовыми отраслевыми нормами.

2.10 В целях профилактики профессиональных заболеваний, работающие должны проходить предварительный (при поступлении на работу) и периодические (раз в год) осмотры в соответствии с законодательством РФ, должны быть обучены правилам оказания первой доврачебной помощи, а также соблюдать правила личной гигиены.

2.11 Необходимыми мерами предосторожности являются: соблюдение правил безопасности, личной гигиены и оказание первой медицинской помощи.

Первая помощь:

- при ингаляционном отравлении пострадавшего следует удалить из загрязненной зоны на свежий воздух, освободить от стесняющей одежды, обеспечить покой, тепло;

- при попадании через рот – обильное питье, сульфат натрия (1 ст.л на 250 мл воды), активированный уголь;

- при попадании на кожу – снять загрязненную одежду, промыть кожу проточной водой;

- при попадании в глаза – немедленно промыть проточной водой, обратиться к окулисту.

2.12 Средства пожаротушения – песок, асбестовое одеяло, пенные и углекислотные огнетушители, тонко распыленная вода и инертный газ.

2.13 При разливе рецикл-стирола необходимо немедленно отключить электроэнергию вне помещения, место разлива жидкости засыпать песком, загрязненный песок собрать инструментом из неискрящего материала в отдельную тару и удалить из помещения в специально отведенное место, согласованное с органами санэпиднадзора. Место разлива промыть водой. При значительных разливах действовать по плану ликвидации аварийных ситуаций (ГОСТ 12.1.004).

2.14 Электрооборудование и освещение должны быть выполнены во взрывобезопасном исполнении, оборудование и трубопроводы заземлены. При сливо-наливных операциях строго соблюдать требования действующих «Правил защиты от статического электричества» и ГОСТ 12.1.018.

2.15 Запрещается применение открытого огня и источников искрообразования.

2.16 Охрана природы

2.16.1 Основными требованиями, обеспечивающими сохранение окружающей среды, являются использование в технологических процессах и операциях, связанных с производством, транспортированием, применением и хранением герметичного оборудования, коррозионно-стойких материалов для оборудования, оснащение технологического процесса контрольно-измерительными приборами, системами автоматического контроля и регулирования, а также строгое соблюдение технологического режима согласно СП 2.2.2.1327.

2.16.2 При производстве и применении продукта должен быть организован производственный контроль за содержанием предельно-допустимых выбросов в атмосферу по ГОСТ 17.2.3.02, ГОСТ 17.2.4.02, СанПиН 2.1.6.1032 и соблюдение

Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изм. № дубл.	Подп. и дата						Лист 5			
					ТУ 2415-182-05766801-2015								
					Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата				

пробы замер оптической плотности раствора в рабочем опыте проводят по отношению к раствору пробы без осадителя.

4.3.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- весы неавтоматического действия, высокий класс точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г – по ГОСТ Р 53228;
- набор гирь типа Г-2-210 – по ГОСТ OIML R 111-1;
- фотоэлектроколориметр КФК-3 – по ТУ 3-3.2164;
- сушильный шкаф с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ – по действующей нормативной документации (НД);
- печь муфельная лабораторная – по действующим НД;
- водяная баня – по действующей НД;
- пробирки П-4-15(20,25)-14/23 ХС ГОСТ 1770;
- стаканчик (бюкс) СВ-24/10 или СН-45/13 ГОСТ 25336;
- эксикатор 2-190 ГОСТ 25336;
- стеклянный патрон для очистки азота (рисунок 1);
- стакан В-1-150(400) ТС ГОСТ 25336;
- цилиндр 1(3)-50(250)-1(2) ГОСТ 1770;
- склянка для отбора проб вместимостью $0,05(0,10;0,25) \text{ дм}^3$ с навинчивающейся пробкой – по ТУ 6-19-6;
- колбы типа КН, исполнения 1 или 2, вместимостью 50, 100 см^3 из стекла группы ТС или ТСХ по ГОСТ 25336;
- фарфоровые чаши ГОСТ 9147;
- пипетки 1-1(2)-1(5)-1(10) ГОСТ 29169;
- воронка ВФ-1-56(75) ГОСТ 25336;
- азот газообразный, технический – по ГОСТ 9293;
- спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный – по ГОСТ Р 55878;
- этилбензол – по ГОСТ 9385;
- стирол, не содержащий ингибитора термополимеризации;
- хлороформ – по ГОСТ 20015, хч;
- полистирол марки ПСС – по ГОСТ 20282 или полистирол, полученный в лабораторных условиях;
- стекло органическое часовое – по ГОСТ 14183;
- вата медицинская – по действующей НД;
- фильтровальная бумага – по ГОСТ 12026;
- цеолиты марки NaA – по ТУ 2163-003-05766557;
- вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Примечания

2 Допускается применение других средств измерений, классов точности не ниже указанных в перечне, а также реактивов с качеством не ниже указанного в разделе 4.3.1.

3 Применяемые средства измерений должны быть поверены.

Ив. № подл.	Подп. и дата	Ив. № дубл.	Взам. ив. №	Подп. и дата	Подп. и дата	Лист
						ТУ 2415-182-05766801-2015
	Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	7

4 Перечень стандартов и технических условий, на которые даны ссылки, указан в конце настоящих технических условий. Указанные НД действовали на момент утверждения ТУ.

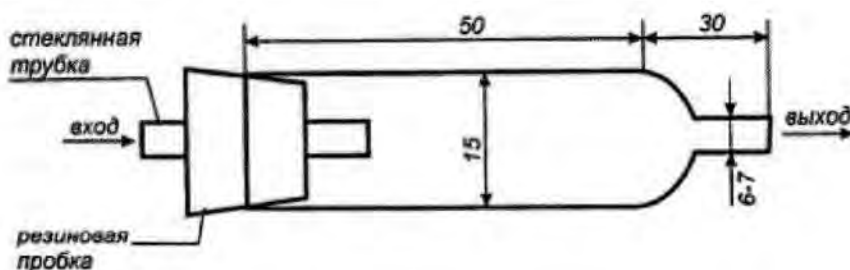


Рисунок 1 – Стеклоанный патрон для очистки азота.

4.3.2 Подготовка к выполнению измерений

4.3.2.1 Подготовка эксикатора

На дно эксикатора насыпают прокаленные цеолиты и помещают фарфоровый вкладыш. Стенки и фарфоровый вкладыш эксикатора должны быть чистыми во избежание загрязнения посуды.

4.3.2.2 Подготовка цеолитов

Цеолиты в фарфоровых чашках прокаливают в электрической печи при температуре (350-400) °С в течение (3-4) ч, затем, поместив чашки на фарфоровый вкладыш эксикатора и закрыв его крышкой, охлаждают до комнатной температуры. Крышка эксикатора должна быть хорошо смазана смазкой. Остывшие цеолиты пересыпают из чашек на дно эксикатора.

4.3.2.3 Подготовка азота

Газообразный азот подвергают очистке от механических примесей путем пропускания через стеклянный патрон, изображенный на рисунке 1, заполненный медицинской ватой.

4.3.2.4 Получение полистирола

4.3.2.4.1 В стакан вместимостью 150 см³ вносят 50 см³ стирола цилиндром, накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане при температуре (80-100) °С в течение (1-2) ч до образования вязкой жидкости. После охлаждения до комнатной температуры образовавшийся полимер (полистирол) высаживают. Для этого в стакан вместимостью 400 см³ вносят около 250 см³ этилового спирта и при постоянном перемешивании стеклянной палочкой вливают в него струей раствор полимера. Жидкость сливают, а полимер дважды промачивают этиловым спиртом (порциями по 20 см³), а затем сушат под струей азота, очищенного от мехпримесей.

4.3.2.4.2 Высушенный полимер растворяют в 20 см³ хлороформа, отобранного при помощи мерного цилиндра на 50 см³, и из полученного раствора вторично осаждают полимер, как описано выше (соотношение раствора полимера и осадителя должно быть приблизительно 1:5, соответственно). Вторично

Ивл. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Ивл. № лубл.	Подп. и дата	Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 2415-182-05766801-2015	Лист
											8

для вычисления среднеарифметического значения, если наибольшее расхождение между ними удовлетворяет условию

$$|d_{i1} - d_{i2}| \leq Y_{гр} \cdot D_i, \quad (4.1)$$

где $Y_{гр}$ – норматив контроля сходимости градуировочной характеристики, равный 0,15.

Если указанное требование не выполняется, готовят и фотометрируют дополнительные ОГ.

4.3.4.3 По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс содержание полимера в фотометрируемом объеме в миллиграммах, по оси ординат – соответствующие средние арифметические значения разности оптических плотностей (D_i). Рекомендуемый масштаб графика: 20 мм соответствует 0,1 единице оптической плотности и 0,05 мг полимера в фотометрируемом растворе.

4.3.5 Выполнение измерений

Отобранную пробу в лаборатории рассматривают в проходящем свете и, при наличии в ней механических примесей, фильтруют через бумажный фильтр.

Предварительно анализируемую пробу разбавляют следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 1 см³ анализируемой пробы, доводят до метки этилбензолом и перемешивают.

В пробирку с пришлифованной пробкой вносят пипеткой (3,0-0,5) см³ разбавленной пробы ($V_{пр}$), добавляют этилбензол, объем которого равен разности (3,0- $V_{пр}$) см³ и, осторожно перемешав (не переворачивая), 9 см³ этилового спирта, закрывают пробкой и перемешивают содержимое трехкратным переворачиванием пробирки. Через 3 мин измеряют оптическую плотность в условиях построения градуировочного графика.

Если разбавленная этилбензолом проба окрашена, то раствор рабочего опыта фотометрируют по отношению к раствору контрольного опыта, приготовленному разбавлением такого же объема аликвоты разбавленной пробы, как и в рабочем опыте, до 12 см³ этилбензолом.

4.3.6 Обработка результатов

Массовую долю полимера в пробе (X , %), рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 100}{V_1 \cdot \rho \cdot 1000} \cdot \frac{V_2}{V_3}, \quad (4.2)$$

где C – содержание полимера в фотометрируемом растворе, найденное по градуировочному графику, мг;

V_1 – объем исходной пробы, взятый на анализ, см³;

ρ – плотность пробы при температуре 20 °С, г/см³;

V_2 – объем мерной колбы, использованный для разбавления пробы, см³;

V_3 – объем разбавленного раствора пробы, взятый на фотометрирование, см³;

Изн.	№ подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изн. № дубл.	Подп. и дата

Изн.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 2415-182-05766801-2015	Лист
						10

$\frac{V_2}{V_3}$ – коэффициент, учитывающий разбавление пробы; при выполнении измерения без разбавления он равен единице.

Примечание 5 – Пробу на анализ можно брать по массе. При этом пробу вносят в пробирку (при анализе без разбавления) или в мерную колбу (с разбавлением), из предварительно взвешенной капельницы, капельницу снова взвешивают. Результаты взвешиваний записывают в граммах до второго десятичного разряда. По разности результатов взвешиваний рассчитывают массу пробы, взятой на анализ. В этом случае массовую долю полимера рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 100}{m \cdot 1000} \cdot \frac{V_2}{V_3}, \quad (4.3)$$

где m – масса пробы, взятой на анализ, г.

Остальные обозначения те же.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных наблюдений, допускаемое расхождение между которыми удовлетворяет условию

$$|X_1 - X_2| \leq \frac{(r_2)}{100} \cdot X_{\text{ср}} \quad (4.4)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных наблюдений, % масс.;

(r_2) – предел повторяемости, равный 26 % отн.;

$X_{\text{ср}}$ – результаты измерения, % масс.

Результаты наблюдений в диапазоне значений от 0,0020 до 2,0 % масс. округляют до трех значащих цифр, результат измерения – до двух.

4.3.7 Контроль погрешности измерений

4.3.7.1 Контроль сходимости результатов наблюдений

Контроль сходимости результатов наблюдений проводят при каждом измерении в соответствии с условиями (4.4) раздела 4.3.6.

4.3.7.2 Оперативный контроль погрешности установления градуировочной характеристики

Контроль проводят при каждом установлении градуировочной характеристики по 4.3.4.2. в соответствии с условием (4.1).

4.3.7.3 Периодический контроль стабильности градуировочного графика

Контроль стабильности градуировочного графика проводят каждые 3 месяца, а также после ремонта фотоэлектрокolorиметра. Для проведения контроля готовят градуировочный раствор с массовой концентрацией 0,1 мг/см³ по 4.3.3 и образцы для градуировки с содержанием полимера в фотометрируемом растворе 0; 0,15; 0,25; 0,30 мг по 4.3.4.1. Каждый ОГ анализируют в соответствии с 4.3.4.1.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия для каждой точки графика

$$|C_u - C_k| \leq G, \quad (4.5)$$

Ив. № подл.	Подп. и дата
	Ив. № дубл.
	Взам. инв. №
	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

где C_u – результат контрольного измерения количества полимера в фотометрируемом растворе, найденный по имеющемуся градуировочному графику, мг;

C_k – заданное количество полимера в контрольном ОГ, мг;

G – норматив стабильности градуировочной характеристики, равный

$$G = \frac{K_{гр}}{100} \cdot C_u, \quad (4.6)$$

где $K_{гр}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, равный 10 % отн.

Если указанное условие не выполняется, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием нового градуировочного раствора. При повторном обнаружении нестабильности, строят новый градуировочный график.

4.4 Измерение состава стирольных потоков при производстве полистирола

Метод основан на газохроматографическом разделении компонентов надосадочных жидкостей, полученных после высаживания полимера при следующей предварительной подготовке проб. К сырьевой смеси или рециклового стирола добавляют этанол для высаживания растворенного полимера. К пробе раствора полистирола, получаемого в предреакторе, добавляют дихлорметан для растворения полистирола с последующим высаживанием высокомолекулярных соединений этанолом.

Разделение компонентов полученных надосадочных жидкостей производят в капиллярной колонке с их последующей регистрацией системой, состоящей из пламенно-ионизационного детектора. Электронного усилителя и компьютерной системы обработки хроматограмм.

Массовую долю компонентов пробы стирольных потоков вычисляют методом внутренней нормализации (без учета дихлорметана и этанола) с использованием поправочных коэффициентов и последующим пересчетом полученных концентраций компонентов с учетом массовой доли полистирола, присутствующего в анализируемых пробах.

4.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений используют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- хроматограф КристалЛюкс фирмы Метакром с пламенно-ионизационным детектором (ПИД), делителем потока возможностью программирования давления газа-носителя и температуры термостата, и компьютером с программой управления и обработкой хроматограмм «Netchrom» - по ТУ 4300-002-41390585

- капиллярная колонка кварцевая ID-BPX-5 длиной 30 м или 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм или 0,53 мм, толщиной слоя жидкой фазы 0,35 мкм или 0,50 мкм;

Инв. № подл.	Подп. и дата
	Интв. № дубл.
	Взам. инв. №
	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 2415-182-05766801-2015	Лист
						12

- весы неавтоматического действия, высокий (III) класс точности, с наибольшим пределом взвешивания 600 г – по ГОСТ Р 53228;
- низкотемпературная электропечь, обеспечивающая нагрев до $(350 \pm 1)^\circ\text{C}$ – по действующей НД;
- перемешивающее устройство;
- холодильник бытовой – по ГОСТ 26678;
- цилиндр мерный 1(3) – 100 (50, 25) ГОСТ 1770;
- пипетки 1-2-2-1 (2,10) ГОСТ 29227;
- стекловолокно – по ГОСТ 10727;
- шприцы медицинские инъекционные многократного применения цельностеклянные вместимостью 2 и 5 cm^3 по ГОСТ 22967;
- микрошприц МШ-10 – по ТУ 2.833.106;
- микрошприц вместимостью 50 mm^3 ;
- склянки вместимостью 10 cm^3 с пробкой из самозатягивающейся резины, обернутой лентой фум, ТУ 64-2-10;
- стаканы СН-1-100 (250) ТХС ГОСТ 25336;
- склянки вместимостью 50, 100 cm^3 с завинчивающейся крышкой ГОСТ 10782;
- газ-носитель: азот – по ГОСТ 9293;
- вспомогательные газы:
 - водород – по ГОСТ 3022;
 - воздух – по ГОСТ 17433;
- бумага фильтровальная – по ГОСТ 12026;
- пленка полиэтиленовая;
- дихлорметан (хлористый метилен) – по ТУ 2631-019-44493179;
- спирт этиловый синтетический ректифицированный и денатурированный – по ГОСТ Р 51999;
- стирол – по ГОСТ 10003;
- этилбензол технический – по ГОСТ 9385;
- антиоксидант – агидол – по действующей НД;
- вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Примечания

- 6 Допускается применение других средств измерений, классов точности не ниже указанных в перечне, а также реактивов с качеством не ниже указанного в разделе 4.4.1.
- 7 Применяемые средства измерений должны быть поверены.
- 8 Перечень стандартов и технических условий, на которые даны ссылки, указан в конце настоящих технических.

4.4.2 Условия измерений на хроматографе

Температура испарителя проб, $^\circ\text{C}$	(275±2)
Температура термостата детектора, $^\circ\text{C}$	(290±2)
Начальная температура термостата колонки, $^\circ\text{C}$	(45±2)
Продолжительность элюирования компонентов при начальной температуре термостата колонки, мин.....	4
Скорость повышения температуры термостата колонки, $^\circ\text{C}/\text{мин}$	15
Конечная температура термостата колонки, $^\circ\text{C}$	(285±2)

Изн. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изн. № дубл.	Подп. и дата

Продолжительность элюирования компонентов пробы при конечной температуре термостата, мин.....	15
Расход газа-носителя (азот) через разделительную колонку, см ³ / мин.....	2
Объем вводимой пробы, мм ³	0,2
Соотношение объемов водорода и воздуха для поддержания пламени горелки в детекторе устанавливают согласно инструкции, прилагаемой к прибору.	

4.4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.4.3.1 Кондиционирование колонки

Колонку устанавливают в термостат хроматографа согласно инструкции по эксплуатации, не подсоединяя ее выходной конец к штуцеру детектора, задают расход газа-носителя, равный 1,0 см³/мин. Затем продувают колонку, повышая температуру термостата колонок от (45±2) °С до 300 °С со скоростью 1 °С/мин и продолжают кондиционировать колонку при этой температуре в течение 6 ч. После окончания кондиционирования термостат колонки охлаждают до комнатной температуры, устанавливают расход газа-носителя согласно 4.4.2 и подсоединяют выходной конец колонки к детектору.

4.4.3.2 Подготовка хроматографа к работе

Для улавливания резиновой крошки в лайнер испарителя помещают, не уплотняя, чистое стекловолокно, толщиной около 1 см на (1-5) мм ниже уровня конца иглы шприца при вводе пробы. Стекловолокно меняют не реже одного раза в месяц.

Проверку герметичности газовых линий, включение прибора и вывод его на указанный в 4.4.2 режим работы выполняют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

4.4.3.3 Подготовка посуды и шприца

Мерную посуду, склянки на 10 см³ промывают горячей водой, применяя моющие средства, ополаскивают водопроводной водой, дистиллированной водой и сушат в низкотемпературной электропечи при температуре (50±1) °С.

Микрошприцы промывают дихлорметаном, этанолом, дистиллированной водой, продувают потоком газообразного азота или воздуха.

4.4.4 Установление поправочных коэффициентов

4.4.4.1 Для установления поправочных коэффициентов чувствительности детектора к этилбензолу и антиоксиданту относительно стирола готовят три смеси в стироле в диапазонах концентраций, указанных в таблице 2.

4.4.4.2 Перед установлением поправочных коэффициентов измеряют время удерживания этилбензола и антиоксиданта, хроматографируя искусственную смесь (далее – смесь), приготовленную объемным методом, с массовой концентрацией каждого компонента в стироле, приблизительно по 0,1 %. Перед приготовлением смеси хроматографируют стирол в режиме, указанном в разделе 4.4.2. Микрошприц, подготовленный согласно 4.4.3.3, промывают не менее пяти раз стиролом, отбирают дозу 0,2 мм³, вводят в испаритель проб хроматографа и нажимают кнопку «СТАРТ» на панели управления хроматографа.

Инв. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 2415-182-05766801-2015	Лист
						14

В подготовленную в соответствии с 4.4.3.3 склянку вносят пипеткой 10 см³ стирола, микрошприцем добавляют 10 мм³ этилбензола и вносят (0,0150±0,0010) г антиоксиданта, взвешивая склянку перед и после внесения каждого компонента. Результаты взвешивания записывают в граммах до четвертого десятичного разряда. Склянку герметично закрывают пробкой и содержимое перемешивают в течение 30 с. После добавления каждого компонента смесь хроматографируют аналогично стиrolу. Дополнительные пики на хроматограммах смесей по сравнению с хроматограммой стирола соответствуют добавленным компонентам.

4.4.4.3 Перед приготовлением смесей используемые жидкие вещества хроматографируют с целью установления массовой доли основного соединения (C_{io}) и примесей, совпадающих по времени удерживания с компонентами смеси, в условиях проведения измерений согласно 4.4.2, аналогично 4.4.4.2.

Расчет хроматограмм всех веществ производят методом нормализации без учета поправочных коэффициентов по формуле

$$C_i = \frac{S_i}{\sum_{i=1}^n S_i} \cdot 100, \quad (4.7)$$

где C_i – массовая доля i-того компонента в смеси, %;
S_i – площадь пика i-того компонента, мм².

Площади пиков, измеряемых компонентов вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot \mu_i \cdot M_i, \quad (4.8)$$

где h_i – высота пика i-того компонента, мм;

μ_i – ширина пика i-того компонента, измеренная на половине высоты от внешнего контура одной стороны пика до внутреннего контура другой стороны, мм;

M_i – масштаб записи пика.

4.4.4.4 Для приготовления исходного раствора антиоксиданта в стироле в предварительно взвешенную склянку вместимостью 10 см³ вносят (0,1000±0,0100) г антиоксиданта, закрывают пробкой и взвешивают. Затем пипеткой наливают 9 см³ стирола, закрывают пробкой и снова взвешивают. Результаты взвешиваний записывают в граммах до четвертого десятичного разряда. По разности результатов взвешиваний вычисляют массу антиоксиданта и стирола. Приготовленный исходный раствор перемешивают встряхиванием не менее 30 с.

Массовую долю антиоксиданта в приготовленном исходном растворе вычисляют по формуле

$$C_a = \frac{m_a \cdot C_{ao}}{m_p}, \quad (4.9)$$

где m_a – масса антиоксиданта, взятая для приготовления исходного раствора, г;

Инв. № подл.	Подп. и дата
	Инв. № дубл.
	Взам. инв. №
	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
-----	------	----------	-------	------

ТУ 2415-182-05766801-2015

Лист
15

C_{ao} – массовая доля основного соединения в антиоксиданте, %;

m_p – масса приготовленного исходного раствора, г.

4.4.4.5 Для приготовления смесей в предварительно взвешенные склянки вместимостью 10 см³ пипеткой и микрошприцами добавляют компоненты, объемы которых указаны в таблице 2. Склянки герметично закрывают и снова взвешивают после добавления каждого компонента. Результаты взвешиваний записывают в граммах до четвертого десятичного разряда. По разности результатов взвешиваний вычисляют массу *i*-того компонента и общую массу смеси.

Приготовленные смеси перемешивают встряхиванием не менее 30 с.

Таблица 2 – Дозируемые объемы компонентов смесей для установки поправочных коэффициентов

Наименование компонента	Дозируемый объем компонентов, см ³		
	смесь № 1	смесь № 2	смесь № 3
Этилбензол	0,02**	0,1*	0,5*
Стирол	9,5*	9,0*	8,5*
Исходный раствор антиоксиданта	0,01**	0,02**	0,04**

*-дозировка компонента пипеткой,
**-дозировка компонента микрошприцем.

Массовую долю *i*-того компонента в *j*-той смеси (C_{ij} , %), вычисляют по формуле

$$C_{ij} = \frac{m_{ij} \cdot C_{io} + m_{cj} \cdot C_{ci}}{m_{см j}}, \quad (4.10)$$

где m_{ij} – масса *i*-того компонента, взятая для приготовления *j*-той смеси, для антиоксиданта – масса внесенного исходного раствора, приготовленного согласно 4.4.4.4.

C_{io} – массовая доля основного соединения в *i*-том компоненте, взятом для приготовления *j*-той смеси, измеренная согласно 4.4.4.3; для антиоксиданта C_a – массовая доля антиоксиданта в исходном растворе, вычисленная по формуле (4.9), %;

m_{cj} – масса стирола, взятая для приготовления *j*-той смеси, г;

C_{ci} – массовая доля примеси, содержащейся в стироле, совпадающей по времени выхода с *i*-тым компонентом, %;

$m_{см j}$ – масса приготовленной *j*-той смеси, г.

Массовую долю стирола в *j*-той смеси ($C_{стj}$, %), вычисляют по формуле

$$C_{стj} = \frac{m_{стj} \cdot C_{сто}}{m_{см j}}, \quad (4.11)$$

где $m_{стj}$ – масса стирола, взятая для приготовления *j*-той смеси, г;

Ив. № подл.	Подп. и дата
Взам. инв. №	Ив. № дубл.
Подп. и дата	Подп. и дата

C_{ci} – массовая доля основного соединения в стироле, взятом для приготовления j -той смеси, измеренная согласно 4.4.4.3, %; приготовленные смеси допускается хранить не более месяца в холодильнике при температуре не выше 10 °С.

Примечание 9 – Поправочный коэффициент для антиоксиданта устанавливают при необходимости.

4.4.4.6 Каждую смесь, приготовленную в соответствии с 4.4.4.5, хроматографируют не менее пяти раз в режиме проведения анализа, указанном в 4.4.2, аналогично 4.4.4.2.

4.4.4.7 Поправочный коэффициент для i -того компонента (K_{ij}) относительно стирола по результатам одного наблюдения вычисляют по формуле

$$K_{ij} = \frac{C_{ij} \cdot S_{cj}}{C_{cj} \cdot S_{ij}}, \quad (4.12)$$

где C_{ij} – массовая концентрация i -того компонента в j -той смеси, вычисленная по формуле (4.10), %;

S_{cj} – площадь пика стирола на хроматограмме j -той смеси, мм²;

C_{cj} – массовая концентрация стирола в j -той смеси, вычисленная по формуле (4.11), %;

S_{ij} – площадь пика i -того компонента на хроматограмме j -той смеси, мм².

Площади пиков вычисляют с использованием формулы (4.8).

Результаты наблюдений записывают до трех значащих цифр.

4.4.4.8 По результатам вычислений K_{ij} для каждого компонента рассчитывают среднее арифметическое значение поправочного коэффициента по отдельным смесям из результатов не менее четырех наблюдений, отличающихся для этилбензола не более, чем на 5,0 %, для антиоксиданта не более, чем на 10 % относительно среднего арифметического значения.

Значение K_i записывают, округляя до двух значащих цифр.

4.4.5 Отбор и подготовка пробы к анализу

4.4.5.1 Пробы для анализа отбирают согласно 4.1 и доставляют в лабораторию.

4.4.5.2 Каждую вновь поступившую партию растворителей (дихлорметан, этанол), используемые для подготовки пробы, хроматографируют аналогично 4.4.4.2, с целью установления времен удерживания примесей, элюируемых одновременно с контролируруемыми компонентами.

4.4.5.3 Пробу раствора полистирола для производства ударо-прочного полистирола (далее – УПС) и полистирола общего назначения (далее – ПСОН), содержащего растворенный полимер, стеклянной палочкой помещают в количестве (1,500±0,500) г в предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см³ и взвешивают. Результаты взвешиваний записывают в граммах до третьего десятичного разряда. Затем в стакан наливают мерным цилиндром вместимостью 25 см³ (12,5±0,1) см³ дихлорметана. Стакан накрывают полиэтиленовой пленкой,

Иniv. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Иniv. № дубл.	Подп. и дата
Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

закрепляют резинкой или фум-лентой, устанавливают на перемешивающее устройство и встряхивают содержимое стакана до полного растворения полимера. Далее в стакан при помощи мерного цилиндра добавляют $(12,5 \pm 0,1)$ см³ этанола, накрывают полиэтиленовой пленкой, закрепляют резинкой или фум-лентой, устанавливают на перемешивающее устройство и интенсивно перемешивают до полного высаживания полимера и достижения прозрачности насадочной жидкости.

4.4.5.4 $(1,5 \pm 0,1)$ см³ сырьевой смеси для производства УПС или ПСОН с помощью медицинского шприца вместимостью 2 см³ помещают в предварительно взвешенный стакан вместимостью 100 см³ и взвешивают с записью результатов взвешиваний в граммах до третьего десятичного разряда. Затем в стакан наливают мерным цилиндром $(12,5 \pm 0,1)$ см³ этанола, накрывают полиэтиленовой пленкой, закрепляют резинкой или фум-лентой, устанавливают на перемешивающее устройство и интенсивно перемешивают, сырьевую смесь для производства УПС и ПСОН до полного высаживания полимера и достижения прозрачности насадочной жидкости, которая определяется визуально.

4.4.5.5 Подготовку пробы рециклового продукта проводят аналогично приготовлению пробы ПСОН по 4.4.5.4, отбирая на подготовку $(1,0 \pm 0,1)$ см³ пробы.

4.4.6 Выполнение измерений

К измерениям приступают после стабилизации параметров хроматографа в режиме работы, указанном в 4.4.2.

Микрошприц, подготовленный согласно 4.4.3.3, промывают не менее пяти раз насадочной жидкостью, подготовленной согласно 4.4.5.3 – 4.4.5.5, отбирают дозу 0,2 мм³, вводят в испаритель проб хроматографа и нажимают кнопку «СТАРТ» на панели управления хроматографа.

Образец хроматограммы насадочной жидкости, подготовленной по 4.4.5.3. – 4.4.5.5, проб производства полистирола изображен на рисунке 2.

4.4.7 Обработка результатов измерений.

4.4.7.1 Идентификация компонентов

Идентификация компонентов на хроматограмме анализируемой пробы производят по образцовой хроматограмме или по времени удерживания, измеренным при установлении поправочных коэффициентов.

4.4.7.2 Вычисление концентрации компонентов

4.4.7.2.1 Массовую концентрацию компонентов (X_i , %) в анализируемых пробах вычисляют по формуле

$$C_i = \frac{K_i \cdot S_i}{\sum_{i=1}^n K_i \cdot S_i} \cdot 100, \quad (4.13)$$

где K_i – поправочный коэффициент чувствительности детектора к i -тому компоненту относительно стирола, установленный в соответствии с 4.4.4.7. Для n -силола поправочный коэффициент принимают равным поправочному

Инов. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инов. № дубл.	Подп. и дата
	Подп. и дата			

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
-----	------	----------	-------	------

коэффициенту, установленному для этилбензола, для димеров, тримеров стирола и не идентифицированных примесей поправочный коэффициент принимают равным 1.

S_i – площадь пика i -того компонента, измеренная на хроматограмме надосадочной жидкости, подготовленной согласно 4.4.5, вычисленная по формуле (4.8) мм^2 .

Пики дихлорметана, этанола и примесей, вносимых с ними в пробу при высаживании полимера, при расчете хроматограмм не учитывают.

Результаты наблюдений антиоксидантов и примесей записывают до двух значащих цифр, стирола – до второго десятичного разряда.

За результат измерения принимают значение единичного наблюдения, округленное до числа десятичного разряда, соответствующего округлению погрешности измерения, указанного в таблице 3.

Примечание 10 – При оснащении хроматографа компьютерной программой обработки результатов измерений, допускается округление проводить в соответствии с установленным алгоритмом программы.

Таблица – 3 Нормы погрешности измерений

Наименование компонента	Диапазон измерений, % масс.	M_j	$\pm(\sigma_r)$	$\pm(\sigma_R)$	(r_2)	(R_2)	$\pm(\Delta^{\circ}_R)$	$\pm\Delta^{\circ}_R$
Примеси	От 0,010 до 0,050 вкл.	0,019	12	13	33	37	26	0,005
	Св. 0,05 до 0,20 вкл.	0,19	7,0	11	20	30	22	0,04
	Св. 0,20 до 1,00 вкл.	0,44	9,0	10	26	27	20	0,09
	Св. 1,00 до 5,00 вкл.	3,10	1,5	2,2	4,0	6,0	4,0	0,13
	Св. 5,00 до 20,0 вкл.	10,5	1,1	1,3	3,0	4,0	3,0	0,3
Этилбензол	От 1,00 до 5,00 вкл.	2,22	1,0	2,0	3,0	6,0	4,0	0,09
	Св. 5,00 до 20,00 вкл.	8,10	0,7	1,1	2,0	3,0	2,5	0,20
Стирол	От 50,0 до 97,0 вкл.	81,3	0,3	0,3	1,0	1,0	0,6	0,7

M_j – уровень измеряемой концентрации, % масс.;

(σ_r) – среднее (стандартное) квадратическое отклонение повторяемости относительно среднего арифметического значения результатов наблюдений, %;

(σ_R) – среднее (стандартное) квадратическое отклонение воспроизводимости относительно среднего арифметического значения результатов измерений, %;

(r_2) – предел повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами единичного анализа, полученными в условиях повторяемости, относительно среднего арифметического значения), %;

(R_2) – предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между двумя результатами единичного анализа, полученными в условиях воспроизводимости, относительно среднего арифметического значения), %;

(Δ°_R) – доверительные границы случайной погрешности, % отн.;

Δ°_R – доверительные границы суммарной погрешности для уровня M_j , % масс.

4.4.8 Контроль погрешности измерений

Контроль погрешности результатов измерений проводят не реже 1 раза в квартал по результатам двух наблюдений одной из производственных проб.

Пробу отбирают по 4.4.5.1, производят ее подготовку по 4.4.5.3 – 4.4.5.5 и хроматографируют надосадочную жидкость в соответствии с разделом 4.4.6. Концентрацию компонентов вычисляют по формуле (4.13).

Расхождением между двумя наблюдениями при измерении концентраций компонентов в производственной пробе, должно удовлетворять условию

$$|X_{i1} - X_{i2}| \leq \frac{(r_2)}{100} \cdot X_{icp} \quad (4.14)$$

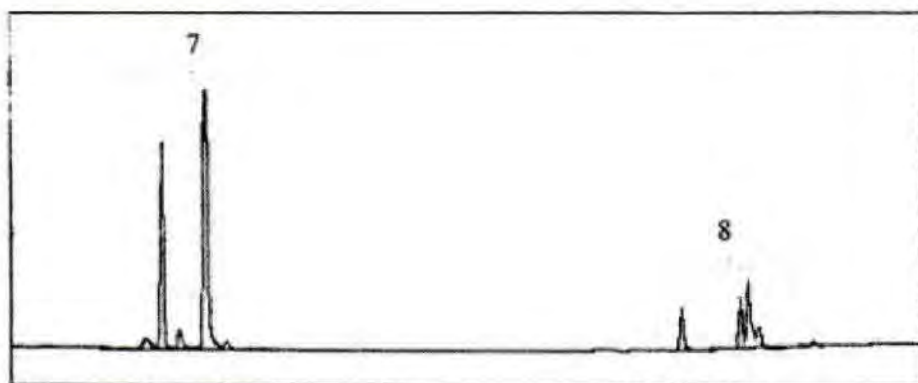
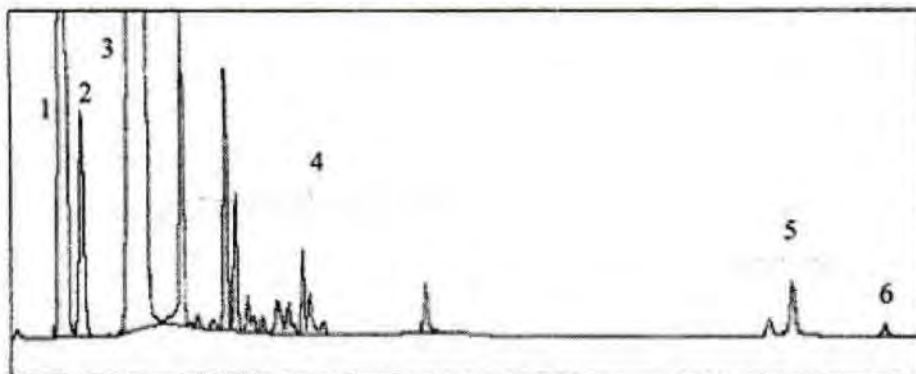
Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 2415-182-05766801-2015	Лист
						19

Изм. № подл. Подп. и дата
 Взам. инв. № Инв. № дубл.
 Подп. и дата

где X_{i1} , X_{i2} и $X_{i\text{ср}}$ – результаты измерений концентрации i -того компонента при 1-ом и 2-ом наблюдении и среднего арифметического значения, соответственно, % масс;

r_2 – предел повторяемости, взятый для соответствующего диапазона, значения которого приведены в таблице 3, % масс;

При несоблюдении этого условия выясняют и устраняют причины, вызвавшие значительное расхождение результатов контроля и вновь проводят контроль.



- 1 – этилбензол;
- 2 – *n*-ксилол;
- 3 – стирол;
- 4 – неидентифицированные компоненты;
- 5 – неидентифицированные примеси растворителя;
- 6 – агидол;
- 7 – димеры стирола;
- 8 – тримеры стирола.

Рисунок 2 – Образец хроматограммы пробы рециклового стирола.

Изн. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изн. № дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ТУ 2415-182-05766801-2015

Лист
20

4.5 Измерение состава возвратных продуктов производства АБС-пластиков методом капиллярной хроматографии

Метод основан на газохроматографическом разделении компонентов анализируемой пробы в капиллярной колонке с последующей их регистрацией системой, состоящей из пламенно-ионизационного детектора, электронного усилителя и компьютера с программой управления работой хроматографа и обработки хроматографических данных.

Массовую долю компонентов в возвратных продуктах производства АБС-пластиков вычисляют методом внутренней нормализации с учетом установленных по 4.5.4 поправочных коэффициентов.

Идентификацию компонентов производят по образцовой хроматограмме, изображенной на рисунке 3.

4.5.1 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (ПИД), делителем потока, возможностью программирования температуры термостата и компьютером с программой управления и обработки хроматограмм – по ТУ 4300-002-41390585;
- капиллярная колонка кварцевая ВР-20, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщиной слоя жидкой фазы полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 (ПЭГ- 20М), равной 1,0 мкм;
- весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,0001 г по ГОСТ Р 53228;
- набор гирь Г-2-210 – по ГОСТ OIML R 111-1;
- пипетка градуированная 1(2,3)-1(2)-2-1(5) ГОСТ 29227 (ИСО-835/1);
- микрошприц МШ-10 – по ТУ 2.833.106;
- микрошприц вместимостью 50 мм³ фирмы Hamilton;
- бытовой холодильник – по ГОСТ 26678;
- сушильный шкаф лабораторный, обеспечивающий нагрев до $(150 \pm 5) ^\circ\text{C}$ – по ТУ 16-531-299;
- стекловолокно – по ГОСТ 10727;
- бутылки БВ-50(100) ГОСТ Р 51477;
- флаконы пенициллиновые ФО-10 – ТУ 9461-010-0048051;
- пробки резиновые АБ - по ТУ 38.006108;
- газ-носитель: азот – по ГОСТ 9293;
- вспомогательные газы:
 - водород – по ГОСТ 3022;
 - воздух – по ГОСТ 17433;
- этилбензол технический – по ГОСТ 9385, в.с.;
- акрилонитрил – по ГОСТ 11097, в.с.;
- стирол – по ГОСТ 10003, в.с.;
- хлороформ – по ГОСТ 20015;
- вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

Ив. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Ивв. № дубл.	Подп. и дата
	Подп. и дата			

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 2415-182-05766801-2015	Лист
						21

Примечания

11 Допускается применение средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

12 Применяемые средства измерений должны быть поверены.

13 Перечень нормативной документации, на которую даны ссылки, указан в конце технических условий. Указанные нормативные документы действовали на момент утверждения ТУ.

4.5.2 Условия измерений на хроматографе

Температура испарителя проб, °С	(220 ± 2)
Температура термостата детектора, °С.....	(250 ± 2)
Начальная температура термостата колонки, °С.....	(60,0 ± 0,1)
Продолжительность элюирования компонентов при начальной температуре термостата колонки, мин	2
Скорость повышения температуры термостата колонки от её первоначального значения, °С/ мин	10
Промежуточная температура термостата колонки, °С.....	(100,0 ± 0,1)
Скорость повышения температуры термостата колонки от ее промежуточного значения, °С /мин	10
Конечная температура термостата колонки, °С.....	(180,0 ± 0,1)
Расход газа-носителя (азота) через разделительную колонку, см ³ /мин.....	(1,0±0,2)
Объём вводимой пробы, мм ³	(0,2 – 0,4)
Отношение деления потоков через линию сброса и колонку.....	50
Поддув газа-носителя в детектор хроматографа, см ³ /мин.....	30
Время элюирования пробы из колонки, мин.....	35

Расход водорода и воздуха подбирают согласно инструкции по эксплуатации прибора.

4.5.3 Подготовка к выполнению измерений

4.5.3.1 Кондиционирование колонки

Колонку устанавливают в термостат хроматографа согласно инструкции по эксплуатации. Выходной конец колонки герметично присоединяют к общей линии сброса газов. Задают через колонку расход газа-носителя, равный 1,0 см³/мин и продувают ее в течение 1 ч при температуре (45 ± 1) °С. Затем повышают температуру термостата со скоростью 1 °С/мин до 180 °С и кондиционируют колонку при конечной температуре в течение 8 ч.

После окончания кондиционирования термостат охлаждают до комнатной температуры и подсоединяют выходной конец колонки к детектору.

4.5.3.2 Подготовка посуды и микрошприцев

4.5.3.2.1 Лабораторную посуду промывают горячей водой, применяя моющие средства, ополаскивают водопроводной водой, дистиллированной водой, продувают азотом до исчезновения следов влаги, сушат в сушильном шкафу при температуре (120 ± 5) °С не менее 30 мин и охлаждают до комнатной температуры.

Ивл. № подл.	Подп. и дата
	Ивл. № дубл.
Ивл. № подл.	Взам. ивл. №
	Подп. и дата

Пробы хранят в холодильнике при температуре $(10 \pm 5)^\circ\text{C}$.

4.5.4.2 К измерениям приступают после стабилизации параметров хроматографа в режиме работы, указанном в разделе 4.5.2. Микрошприц, подготовленный согласно 4.5.3.2, промывают не менее пяти раз анализируемой пробой, отбирают дозу $(0,2 - 0,4) \text{ мм}^3$, вводят в испаритель проб хроматографа и нажимают кнопку "START" на панели управления.

Образцовая хроматограмма пробы стирола-рецикла изображена на рисунке 3.

4.5.5 Обработка результатов измерений

4.5.5.1. Идентификация компонентов

Идентификацию компонентов на хроматограмме анализируемой пробы производят по временам удерживания, внесенным в компьютерную программу.

При необходимости достоверность идентификации подтверждают по образцовой хроматограмме.

4.5.5.2 Вычисление массовой доли компонентов

4.5.5.2.1 Массовую долю компонентов в анализируемых пробах ($X_i, \%$) вычисляют методом внутренней нормализации в соответствии с алгоритмом программы.

За результат измерения массовой доли компонентов принимают значение единичного анализа, округленное в соответствии с количеством десятичных разрядов округления $\pm \Delta^\circ_r$, указанных в таблице 5.

Таблица 5 – Значения показателей точности измерений

Диапазон измерений, % масс.	M_j	$\pm(\sigma_r)$	(r_2)	$\pm(\Delta^\circ_r)$	$\pm\Delta^\circ_r$	$\pm(\sigma_R)$	(R_2)	$\pm(\Delta^\circ_R)$	$\pm\Delta^\circ_R$
От 0,0100 до 0,0500 вкл.	0,0156	5,0	14	10	0,0016	7,0	20	14	0,0022
Св. 0,050 до 0,200 вкл.	0,065	4,0	11	8,0	0,005	5,0	13	10	0,006
Св. 0,200 до 1,000 вкл.	0,431	3,0	8,0	6,0	0,024	4,0	10	7,5	0,031
Св. 1,00 до 5,00 вкл.	1,04	2,0	5,0	4,0	0,04	3,0	7,0	5,0	0,05
Св. 5,0 до 20,0 вкл.	10,5	1,5	4,0	3,0	0,3	2,0	5,0	4,0	0,4
Св. 20,0 до 90,0 вкл.	32,1	0,6	2,0	1,5	0,4	1,0	2,5	2,0	0,6

M_j – уровень измеряемых массовых долей, %;

(σ_r) – среднее (стандартное) квадратическое отклонение повторяемости относительно среднего арифметического значения результатов измерений, %;

(r_2) – предел повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами единичного измерения, полученными в условиях повторяемости, относительно среднего арифметического значения), %;

(Δ°_r) – доверительные границы случайной погрешности в условиях повторяемости, % отн.;

Δ°_r – доверительные границы случайной погрешности в условиях повторяемости для уровня M_j , % масс.;

(σ_R) – среднее (стандартное) квадратическое отклонение воспроизводимости относительно среднего арифметического значения результатов измерений, %;

(R_2) – предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между двумя результатами

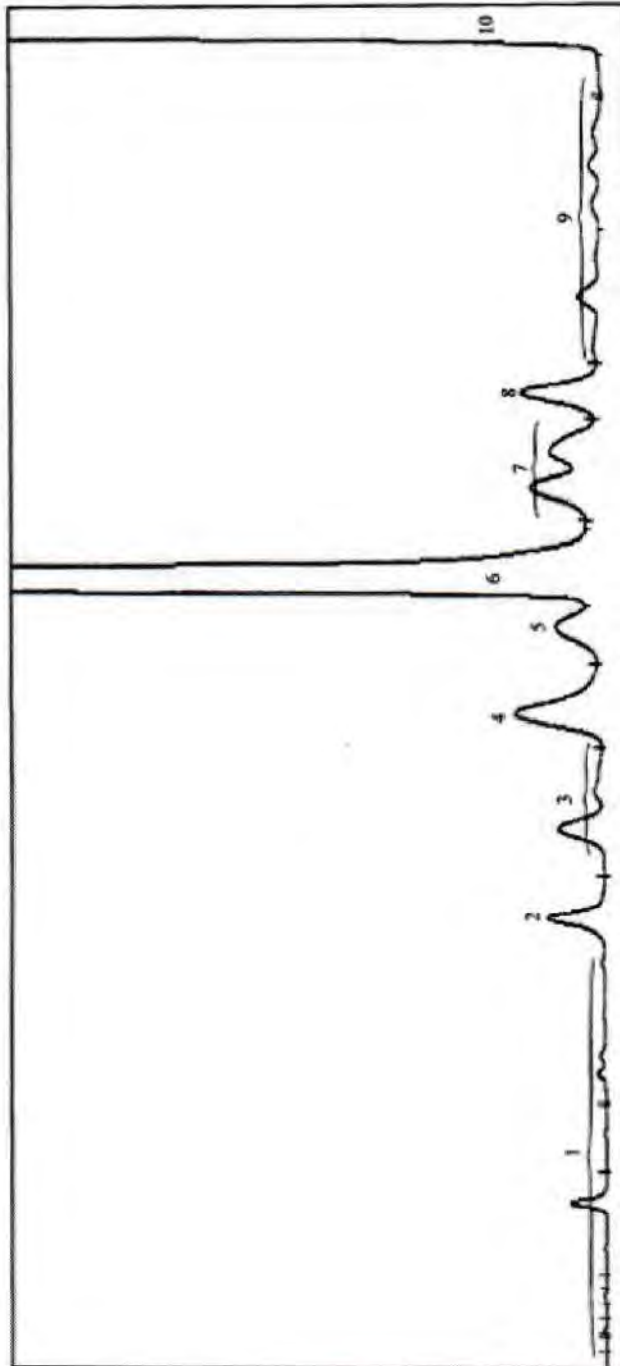
Ив. № подл.	Взам. инв. №	Ив. № дубл.	Подп. и дата
			Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
-----	------	----------	-------	------

ТУ 2415-182-05766801-2015

Лист
26

Расхождение между приготовленным и полученным средним значением массовых долей не должно превышать 5,0 % отн. При не соблюдении этого условия выясняют и устраняют причины, вызвавшие значительное расхождение результатов контроля.



- 1 - углеводороды C₆ - C₈
- 2 - триметилкарбинол
- 3, 5 - углеводороды C₁₀H₂₀
- 4 - углеводороды C₁₀H₁₈
- 6 - акрилонитрил

- 7 - углеводороды C₉ - C₁₁
- 8 - толуол
- 9 - неидентифицированные компоненты
- 10 - этилбензол

Рисунок 3 - Образец хроматограммы пробы рецикла-стирола

Инов. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инов. № дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

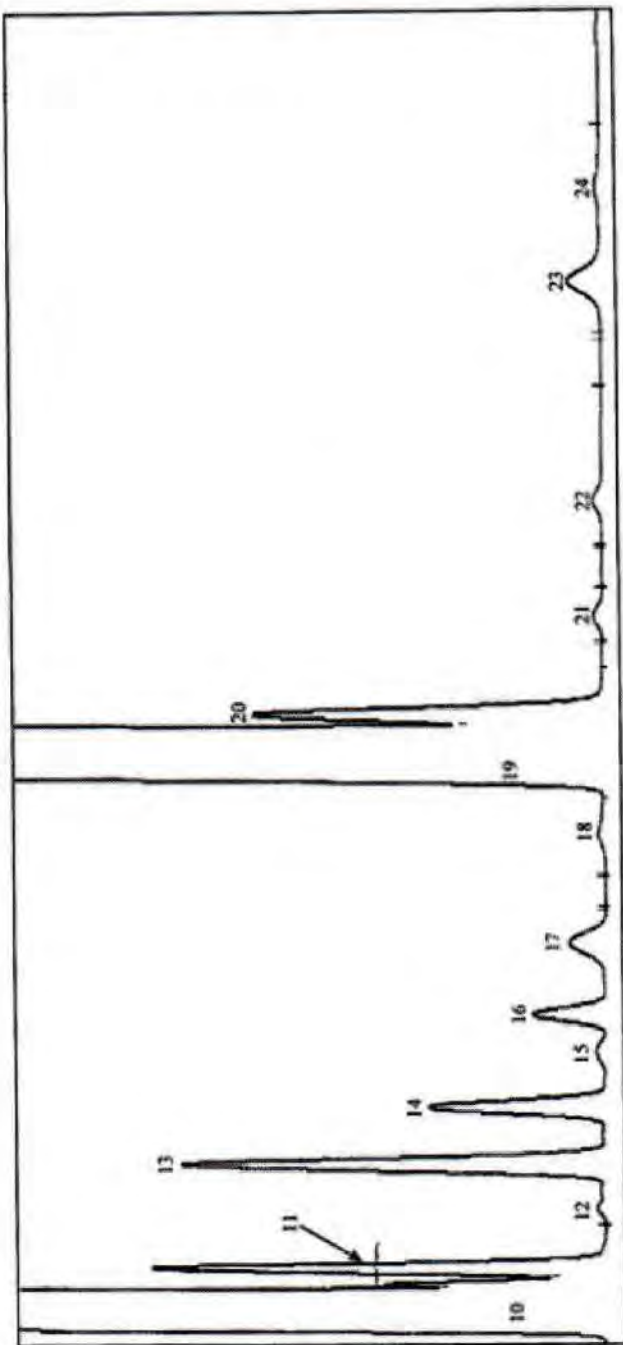
ТУ 2415-182-05766801-2015

Лист

28

Инва. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инва. № дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

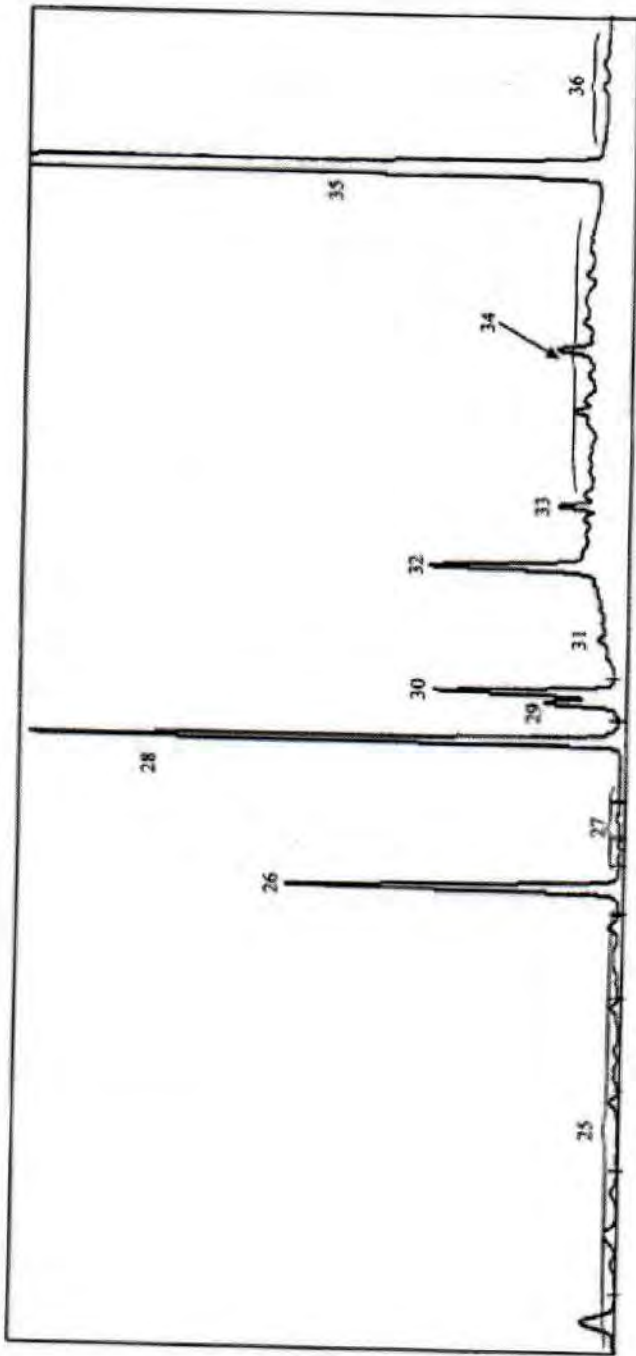


- 10 – этилбензол
- 11 – *мета*- + *пара*-ксилолы
- 12, 15, 24 – неидентифицированные компоненты
- 13 – изопропилбензол
- 14 – *орто*-ксилол

- 16 – пропилбензол
- 17, 18, 21 – ароматические углеводороды C₉H₁₂
- 19 – стирол
- 20, 23 – изомеры α – метилстирола
- 22 – циклогексанон

Продолжение рисунка 3

Изн. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Изн. № дубл.	Подп. и дата



- 25, 27, 31, 32, 34, 36 - неидентифицированные компоненты
 28 - бензальдегид
 29 - бензацетальдегид
 30 - бензофенон
 31 - метилфенилкарбинол
 32 - окись спирола
 33 - ацетофенон
 35 - фенол

Окончание рисунка 3

M – масса пробы, г.

За результат измерения принимают результат единичного наблюдения, округлений до второго десятичного разряда.

4.6.5 Контроль погрешности измерений

Контроль погрешности измерений проводят один раз в квартал по сходимости результатов параллельных наблюдений.

Результаты параллельных наблюдений должны удовлетворять условию

$$|X_1 - X_2| \leq \frac{(r_2)}{100} \cdot X_{cp}, \quad (4.23)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных наблюдений, % масс.;

(r_2) – предел повторяемости, указанный в таблице 6, % отн.;

X_{cp} – результат измерения, % масс.

Результаты параллельных наблюдений при выполнении контроля погрешности измерений округляют до второго десятичного разряда.

Результат контроля признают удовлетворительным при соблюдении условия (4.23).

При несоблюдении условия (4.23) проводят дополнительные наблюдения.

Таблица 6 – Нормы погрешности измерений

Диапазон измерений, % масс.	M_i	$\pm\sigma_r$	$\pm(\sigma_r)$	r_2	(r_2)	$\pm(\Delta_r^\circ)$	$\pm\Delta_r^\circ$
От 2,0 до 10,0 вкл.	5,3	0,25	5,0	0,70	13	9,0	0,5
Св. 10,0 до 30,0 вкл.	27,6	0,76	3,0	2,10	8,0	5,0	1,5
Св. 30,0 до 76,0 вкл.	34,8	0,65	2,5	1,68	5,0	4,0	1,3

M_i – уровень измеряемых концентраций, % масс.;

σ_r – среднее (стандартное) квадратическое отклонение повторяемости, % масс.;

(σ_r) – среднее (стандартное) квадратическое отклонение повторяемости относительно среднего арифметического значения результатов наблюдений, %;

r_2 – предел повторяемости (допускаемое абсолютное расхождение между двумя результатами единичного анализа, полученными в условиях повторяемости), % масс.;

(r_2) – предел повторяемости (допускаемое расхождение между двумя результатами единичного анализа, полученными в условиях повторяемости, относительно среднего арифметического значения), %;

(Δ_r°) , Δ_r° – доверительные границы случайной погрешности, % отн., % масс., соответственно.

4.6.5.1 Вычисление массовой доли i -того компонента ($C_{i \text{ ист}}$, %) с учетом твердых компонентов, измеренных по 4.6 производят по формуле

$$C_{i \text{ ист}} = \frac{C_i \cdot (100 - C_{\text{ТВ}})}{100}, \quad (4.24)$$

где C_i – массовая доля i -того компонента в пробе, вычисленная по формуле (4.13), %;

$C_{\text{ТВ}}$ – массовая доля твердых компонентов в анализируемых пробах, вычисленная по формуле (4.22), %.

Инов. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инов. № дубл.	Подп. и дата

ПЕРЕЧЕНЬ
 нормативной и технической документации,
 на которую даны ссылки в технических условиях

Обозначение НТД	Наименование нормативного документа
1	2
ГОСТ 12.1.004-91	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
ГОСТ 12.1.018-93	ССБТ. Пожарная безопасность. Электростатическая искробезопасность. Общие требования.
ГОСТ 17.2.3.02	Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями.
ГОСТ 17.2.4.02	Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ.
ГОСТ 1510-84	Нефть и нефтепродукты. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
ГОСТ 2517-85	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб.
ГОСТ 3022-80	Водород технический. Технические условия.
ГОСТ 3900-85	Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности.
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 8136-85	Активный оксид алюминия.
ГОСТ 9147-80	Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые.
ГОСТ 9293-74	Азот газообразный и жидкий. Технические условия.
ГОСТ 9385-77	Этилбензол технический. Технические условия.
ГОСТ 10003-90	Стирол. Технические условия.
ГОСТ 10727-91	Нити стеклянные однонаправленные. Технические условия.
ГОСТ 10782-85	Бутылки стеклянные для крови, трансфузионных и инфузионных препаратов. Технические условия.
ГОСТ 11097-86	Нитрил акриловый кислоты технический. Технические условия.
ГОСТ 12026-76	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.
ГОСТ 14183-78	Стекло органическое часовое
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов.
ГОСТ 14870-77 (СТ СЭВ 3686-82)	Продукты химические. Методы определения воды.
ГОСТ 17433-80	Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности.

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Изм. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инд. № дубл.	Подп. и дата

ТУ 2415-182-05766801-2015

1	2
ГОСТ 19126-79	Инструменты металлические медицинские. Общие технические условия.
ГОСТ 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка.
ГОСТ 20015-88	Хлороформ. Технические условия.
ГОСТ 20282-86	Полистирол общего назначения. Технические условия.
ГОСТ 22967-90	Шприцы медицинские инъекционные, многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные размеры и параметры.
ГОСТ 26678-85	Холодильник и морозильники бытовые и электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия.
ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.
ГОСТ Р 51477-99	Тара стеклянная для химических реактивов и особо чистых веществ, Технические условия.
ГОСТ Р 51999-2002	Спирт этиловый технический ректифицированный и денатурированный. Технические условия.
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Технические требования и испытания.
ГОСТ Р 55878-2013	Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия.
OIML R 111-1-2009	ГСИ. Гири классов E(1), E(2), F(1), F(2), M(1), M(1-2), M(2), M(2-3) и M(3). Часть 1. Метрологические и технические требования.
ТУ 2.833.106-82	Микрошприц МШ-10
ТУ 3-3.2164-89	Фотометр фотоэлектрический КФК-3.
ТУ 6-09-1678-95	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).
ТУ 6-09-3705-82	Тетрадекан. Технические условия.
ТУ 6-19-6-70	Склянки и банки для химических реактивов.
ТУ 16-531-299-71	Сушильные электрические шкафы общелабораторного назначения.
ТУ 38.006108-88	Пробки АБ резиновые.
ТУ 38.10281-88	Цеолиты общего назначения формованные со связующим.
ТУ 64-2-10-77	Флаконы для лекарственных средств (пенициллиновые бутылочки).
ТУ 2163-003-05766557-97	Цеолиты марки NaA-Y.
ТУ 2631-019-444931179-98	Дихлорметан.
ТУ 4300-002-41392585-2002	Хроматографы. Кристаллюкс 4000М.

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Изм. № подл.	Взам. инв. №	Интв. № дубл.	Подп. и дата

ТУ 2415-182-05766801-2015

Лист

36

1	2
ТУ 9461-010-0048051-99	Флаконы из трубки стеклянной марок АБ-1 и НС-3 ФО.
СанПиН 2.1.6.1032	Гигиенические требования к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест.
СП 2.2.2.1327	Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации. Государственные санитарно-эпидемиологические правила и нормативы.
Правила перевозок опасных грузов по железным дорогам. Министерство транспорта Российской Федерации, на 01.01.2013 г.	
Рекомендация ООН – Типовые правила по перевозке опасных грузов. Семнадцатое пересмотренное издание ООН. Нью-Йорк и Женева, 2011 г.	

Инв. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № дубл.	Подп. и дата

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ТУ 2415-182-05766801-2015

Лист
37

