Акционерное общество «Экопэт»
(АО «Экопэт»)

ОКПД2 20.16.40.170

ОКС 83.080.10

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
АО «Экопэт»
_____А.А. Ефимов
«05» декабря 2022 г.

ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТАЛАТ ВЫСОКОВЯЗКИЙ ТОРГОВОЙ МАРКИ "ЕКÖРЕТ"

Технические условия

ТУ 20.16.40-002-13649021-2022

(Введены впервые)

Дата введения в действие "05" декабря 2022 г.

Орехово-Зуевский филиал
ФБУ «Ростест-Москва»
ЗАРЕГИСТРИРОВАН КАТАЛОЖНЫЙ ЛИСТ
ВНЕСЕН В РЕЕСТР 22.11.2022
ЗА № 145/016165

Калининград
2022г.

Настоящие технические условия распространяются на полиэтилентерефталат высоковязкий торговых марок "EKÖPET" (EKÖPET 76, EKÖPET 80, EKÖPET 84), "EKÖPET FRH" (EKÖPET 76 FRH, EKÖPET 80 FRH, EKÖPET 84 FRH), "EKÖPET SP", предназначенные для изготовления одноразовых бутылок, банок и другой тары для розлива безалкогольных, слабоалкогольных и алкогольных напитков, столового уксуса 6,0% и 9,0%, фруктовых и овощных соков, растительного масла, для упаковывания различных пищевых паст, желе, сыпучих и твердых продуктов, косметических, фармацевтических средств, моющих и других средств бытовой химии, различных изделий бытового назначения, а также полиэтилентерефталат высоковязкий торговой марки EKÖPET 80 HF, предназначенный для изготовления тары для розлива горячих жидкостей.

Полиэтилентерефталат представляет собой продукт поликонденсации: терефталевой и изофталевой кислот с этиленгликолем и диэтиленгликолем (сополимер).

Пример записи продукции в других документах и (или) при заказе: «EKÖPET 80» по ТУ 20.16.40-002-13649021-2022.

1 Технические требования

1.1 Полиэтилентерефталат должен соответствовать требованиям настоящих технических условий и изготавливаться в соответствии с технологическим регламентом, утвержденным в установленном порядке.

1.2 Основные параметры и характеристики

1.2.1 По физико-химическим показателям полиэтилентерефталат должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблицах 1-3.

1.2.2 По гигиеническим показателям полиэтилентерефталат должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 4.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма			Метод испытания
	EKÖPET 76	EKÖPET 80	EKÖPET 84	
Внешний вид	Гранулы			По п.6.1 ТУ
Характеристическая вязкость, дл/г	0,76±0,02	0,80±0,02	0,84±0,02	По п.6.2 ТУ
Температура плавления, °С	246±2			По п.6.3 ТУ
Массовая доля ацетальдегида, млн$^{-1}$, не более	1,0			По п.6.4 ТУ
Цветность: L^*, не менее	82	82	80	По п.6.5 ТУ

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма			Метод испытания
	EKÖPET 76	EKÖPET 80	EKÖPET 84	
b^*	минус 1 ± 2			
Массовая доля воды, % вес., не более	0,2			По п.6.6 ТУ
Массовая доля пыли, $млн^{-1}$, не более	100			По п.6.7 ТУ
Масса гранул, г/100 шт.	1,6±0,2			По п.6.8 ТУ
Массовая доля гранул размером 2-8 мм по длине и ширине, %, не менее	95			По п.6.13 ТУ
Массовая доля гранул с включениями, %, не более	отсутствие			По п.6.13 ТУ

Таблица 2

Наименование показателя	Норма			Метод испытания
	EKÖPET 76 FRH	EKÖPET 80 FRH	EKÖPET 84 FRH	
Внешний вид	Гранулы			По п.6.1 ТУ
Характеристическая вязкость, дл/г	0,76±0,02	0,80±0,02	0,84±0,02	По п.6.2 ТУ
Температура плавления, °С	246±2			По п.6.3 ТУ
Массовая доля ацетальдегида, $млн^{-1}$, не более	1,0			По п.6.4 ТУ
Цветность: L^*, не менее	76	76	76	По п.6.5 ТУ
b^*	минус 1,5 ± 2,5			
Массовая доля воды, % вес., не более	0,2			По п.6.6 ТУ
Массовая доля пыли, $млн^{-1}$, не более	100			По п.6.7 ТУ
Масса гранул, г/100 шт.	1,6±0,2			По п.6.8 ТУ
Массовая доля гранул размером 2-8 мм по длине и ширине, %, не менее	95			По п.6.13 ТУ
Массовая доля гранул с включениями, %, не более	отсутствие			По п.6.13 ТУ

Примечание: Гранулят с добавкой Fast Reheat (FRH)

Таблица 3

Наименование показателя	Норма			Метод испытания
	EKÖPET SP	EKÖPET 80 HF	EKÖPET 80 C	
Внешний вид	Гранулы			По п.6.1 ТУ
Характеристическая вязкость, дл/г	0,78±0,02	0,80±0,02	0,80±0,02	По п.6.2 ТУ
Температура плавления, °С	242±2	252±2	246±2	По п.6.3 ТУ
Массовая доля ацетальдегида, млн$^{-1}$, не более	2,0	1,0	1,0	По п.6.4 ТУ
Цветность: L^*, не менее	77	82	80	По п.6.5 ТУ
b^*	минус 6±3	минус 1±2	минус 1±2	
Массовая доля воды, % вес., не более	0,2	0,2	0,2	По п.6.6 ТУ
Массовая доля пыли, млн$^{-1}$, не более	100	100	100	По п.6.7 ТУ
Масса гранул, г/100 шт.	1,75±0,2	1,6±0,2	1,6±0,2	По п.6.8 ТУ
Массовая доля гранул размером 2-8 мм по длине и ширине, %, не менее	95		95	По п.6.13 ТУ
Массовая доля гранул с включениями, %, не более	отсутствие		0.1	По п.6.13 ТУ

Таблица 4

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Запах водной вытяжки, балл, не более	1	По п.6.10 настоящих ТУ
Привкус водной вытяжки	Не допускается	
Изменение цвета и прозрачности водной вытяжки	Не допускается	

1.3 Требования к сырью и материалам

– Этиленгликоль по ГОСТ 19710;

– Терефталевая кислота очищенная (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.2);

– Диэтиленгликоль по ГОСТ 10136 (марка А);

– Изофталевая кислота очищенная (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.6);

– Тригликолят сурьмы (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.3);

– Триэтилфосфат (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.4);

– Ацетат кобальта 4-х водный (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.5);

– Краситель синий (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.8);

– Краситель красный (технические условия фирмы Uhde Inventa-Fischer, контракт P-0253, OM-VOL1-CH3, п. 1.3.2.9).

– Оптический отбеливатель (ТУ 2463-108-05800142-2009)

1.4 Маркировка

Маркируется каждая упаковочная единица тары, путем нанесения трафарета, партию и дату наносят в трафарете маркером.

1.4.1 На каждой упаковочной единице указывают следующие данные:

– наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;
– юридический адрес предприятия-изготовителя (с указанием страны);
– наименование продукта;
– номер партии;
– номер упаковки;
– массу нетто;
– дату изготовления (число, месяц, год);
– обозначение настоящих технических условий;

1.4.2 Транспортная маркировка – по ГОСТ 14192 с указанием манипуляционных знаков "Беречь от влаги", "Пределы штабелирования по массе", "Верх", "Беречь от солнечных лучей".

1.5 Упаковка

1.5.1 Полиэтилентерефталат упаковывают в мягкие разовые контейнеры (далее МКР) из ламинированной полипропиленовой ткани или из полипропиленовой ткани с полиэтиленовым вкладышем внутри массой 1050 кг ± 5 кг. Загрузочный клапан МКР завязывают.

1.5.2 МКР ставят на поддоны деревянные двухзаходные (1050х1050мм) по ГОСТ 9078.

1.5.3 По согласованию с потребителем допускаются другие виды упаковки, обеспечивающие сохранность качества и количества полиэтилентерефталата при транспортировании и хранении.

2 Требования безопасности

2.1 Полиэтилентерефталат – твердое горючее вещество. Форма выпуска – гранулы белого цвета. Температура самовоспламенения аэровзвеси 500 °С, температура плавления 240-254 °С [2].

2.2 При нормальных условиях полиэтилентерефталат не токсичен и не оказывает вредного влияния на организм человека.

2.3 Переработка полиэтилентерефталата должна производиться с соблюдением требований безопасности по ГОСТ 12.3.030, [3], [4].

2.4 При нарушении режима переработки, при температуре свыше 300 °С происходит термодеструкция полиэтилентерефталата.

2.5 Предельно допустимые концентрации (ПДК) в воздухе рабочей зоны производственных помещений и класс опасности основных продуктов деструкции полиэтилентерефталата приведены в таблице 5.

Таблица5

Наименование вредного вещества	ПДКр.з., мг/м^3 [5]	Класс опасности	Действие на организм
Ацетальдегид	5,0	3	Вызывает раздражение слизистых оболочек глаз и дыхательных путей.
Углерода моноокись	20,0	4	Вызывает головокружение, шум в ушах, чувство слабости.
Бензол-1,4-дикарбоновая кислота (терефталевая кислота)	5,0	3	Раздражает центральную нервную систему, слизистые оболочки глаз, органы дыхания
Органические кислоты (в пересчете на этановую кислоту)	5,0	3	Вызывают раздражение верхних дыхательных путей

2.6 Концентрацию вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений определяют по ГОСТ 12.1.014.

2.7 Параметры микроклимата – по ГОСТ 12.1.005 и [6].

2.8 Производственные помещения, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, а рабочие места – местной вентиляцией, обеспечивающими концентрацию вредных веществ в воздухе рабочей зоны, не превышающую предельно допустимую. Система вентиляции производственных, складских и вспомогательных помещений – по ГОСТ 12.4.021.

2.9 Работающие с полиэтилентерефталатом должны быть обеспечены спецодеждой из хлопчатобумажной ткани и индивидуальными защитными средствами: очками по ГОСТ Р 12.4.230.1, перчатками, респираторами типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028, а также противогазом марки А, БКФ или М по ГОСТ 12.4.121 для использования в аварийных ситуациях.

2.10 По степени пожарной опасности производство полиэтилентерефталата относится к категории В. Средства пожаротушения – химическая пена, песок, тонкораспыленная вода.

3 Охрана окружающей среды

3.1 Охрана окружающей среды – по ГОСТ 17.2.3.02. Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями. [7]

3.2 Отходы производства полиэтилентерефталата, не подлежащие повторной переработке, утилизируют в соответствии с [8].

4 Правила приемки

4.1 Приемку полиэтилентерефталата производят партиями. Партией считают количество полиэтилентерефталата одной марки, одновременно представленное для контроля и сопровождаемое одним документом о качестве.

В документе о качестве указывают:

- наименование предприятия-изготовителя;
- наименование продукции и марку полиэтилентерефталата;
- номер партии;
- массу нетто;
- дату изготовления (число, месяц, год);
- обозначение настоящих технических условий;
- результаты проведенных испытаний или подтверждение о соответствии полиэтилентерефталата требованиям настоящих технических условий.

4.2 Полиэтилентерефталат подвергают приемо-сдаточным и периодическим испытаниям.

4.3 Каждую партию полиэтилентерефталата подвергают приемо-сдаточным испытаниям по показателям таблиц 1-3 (п.1.2).

4.4 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей, по нему проводят повторные испытания на удвоенной выборке, взятой из той же партии, результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

4.5 Периодическим испытаниям по показателям запах водной вытяжки, привкус водной вытяжки и изменение цвета и прозрачности водной вытяжки таблицы 4, подвергаются партии, прошедшие приемо-сдаточные испытания не реже 1 раза в год, в аккредитованной химической лаборатории АО «Экопэт».

4.6 Определение количества миграции химических веществ, выделяемых из полимера "EKÖPET" в модельную среду (мг/л,) [1], производится при постановке продукции на производство, при замене сырья (или при необходимости проведении государственной гигиенической регистрации) Федеральным учреждением или службой по надзору в сфере защиты прав потребителя и благополучия человека.

4.7 При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний хотя бы по одному показателю, делается повтор испытаний, с применением стандартного образца полимера.

4.8 При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний после повтора, партия полиэтилентерефталата переводится в марку EKOPET OFFSPEC.

5 Отбор проб

5.1 Для контроля качества партии отбирают 10% единиц упаковки, но не менее, чем три единицы. При объеме партии менее трех единиц пробы отбирают от каждой единицы упаковки.

5.2 Из выбранных упаковочных единиц отбирают точечные пробы. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

5.3 Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу, вручную тщательно перемешивают и методом квартования получают среднюю пробу массой не менее 2 кг, делят на две равные части и помещают в плотно закрывающиеся чистые стеклянные банки или полиэтиленовые пакеты, горловину которых запаивают. Одну банку или пакет используют для анализа, вторую банку или пакет следует хранить в сухом крытом помещении в качестве арбитражной пробы. На случай разногласий в оценке качества арбитражную пробу хранят в течение 45 суток со дня отгрузки, а для полиэтилентерефталата, предназначенного для экспорта, срок хранения пробы составляет 4 месяца.

На каждую банку или пакет наносят обозначения:

- наименование продукта;
- номер партии и дату отбора пробы.

Перед каждым анализом продукт в банке или пакете тщательно перемешивают.

5.4 Отбор проб из полимеровоза проводят по ГОСТ 3885-73 при помощи щупа с продольными вырезами по ГОСТ 2517-2012 или щупа из нержавеющей стали другого типа, предназначенного для отбора проб порошкообразных продуктов, из каждой секции полимеровоза с полным погружением щупа для отбора проб из всех слоев гранулята. Среднюю пробу массой не менее 2 кг тщательно перемешивают, делят на две равные части и помещают в полиэтиленовые пакеты или банки с плотными крышками.

5.5 Содержимое одного пакета (банки) используют для анализа, второй хранится в качестве арбитражной пробы.

6 Методы испытаний

Допускается использование других типов средств измерений, стандартных образцов, лабораторной посуды, вспомогательного оборудования, химических реактивов характеристиками не хуже, чем приведены в ТУ 20.16.40-002-13649021-2022.

6.1 Определение внешнего вида гранул полиэтилентерефталата

Внешний вид контролируют визуально, без применения увеличительных приборов. По взаимной договоренности, между изготовителем и потребителем может быть согласован контрольный (стандартный) образец ПЭТФ. Цвет, в таком случае,

определяют путем сравнения отобранных гранул с контрольным образцом, согласованным между изготовителем и потребителем.

6.2 Определение характеристической вязкости

Проводят по аттестованной методике МИ-EköPet-02/19 «Методика измерений характеристической вязкости разбавленных растворов полиэтилентерефталата (ПЭТФ) методом капиллярной вискозиметрии». Свидетельство об аттестации методики измерений №241.0056/RA.RU.311866/2019 от 14 марта 2019 г., ФР 1.31.2019.34105.

6.2.1 Метод основан на измерении времени истечения (t) разбавленных растворов ПЭТФ (с массовой долей 0,5%) и времени истечения чистого растворителя (t0) в смеси фенол/1,1,2,2-тетрахлорэтан в соотношении 60:40 массовых частей через капилляр одного и того же вискозиметра при постоянной температуре, определении вязкости относительной ($\eta_{отн}$) и расчете характеристической вязкости.

6.2.2. Подготовка анализируемой пробы.

6.2.2.1 Пробу полиэтилентерефталата (ПЭТФ) предварительно охлаждают жидким азотом и измельчают на лабораторной мельнице.

6.2.2.2 На аналитических весах измеряют навеску массой (0,1750 – 0,1850) г в чистую сухую склянку Дюрана вместимостью 100 см^3 с точностью до четвёртого десятичного знака. Помещают в склянку Дюрана магнитную пластину с тефлоновым покрытием и добавляют 50 см^3 смеси растворителя фенол/1,1,2,2,-тетрахлорэтан с помощью дозирующего устройства. Дозирующее устройство Dosimat измеряет соответствующее расчётное количество растворителя с заданной концентрацией разбавленных растворов ПЭТФ. При проведении испытаний проводят три параллельных определения.

6.2.2.3 Закрывают склянки Дюрана крышками и устанавливают их в предварительно нагретые нагревательные блоки с магнитными мешалками, температура нагревательного блока не должна превышать 110°С. Растворяют пробу при перемешивании в течение 15 минут. Если проба не растворилась, то увеличивают время растворения до 30 минут, проверяя пробу каждые 5 минут.

6.2.2.4 Полностью растворенные пробы с ПЭТФ вынимают из нагревательных блоков, охлаждают до температуры окружающей среды и отфильтровывают раствор через воронку фильтра Шотта por.2.

6.2.2.5 Чистый, сухой вискозиметр заполняют при помощи шприца раствором полимера так, чтобы уровень его находился между двумя метками нижнего резервуара. Устанавливают вертикально вискозиметр в водяную ванну термостата с температурой воды (30,00 ± 0,01) °С и термостатируют вискозиметр с раствором полимера в течение 15 минут, пока температура в вискозиметре не достигнет точки равновесия.

6.2.2.6 Подготовку автоматической системы измерения вязкости LAUDA PVS и измерение значений характеристической вязкости проводят в соответствии с требованиями, приведёнными в руководстве и инструкции по эксплуатации автоматической системы LAUDA PVS. Процесс измерения значений характеристической вязкости ведут в соответствии с программным обеспечением PVS.

6.2.3 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и внутрилабораторной прецизионности. Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и внутрилабораторной прецизионности представлен в таблице 6.

Таблица 6

Диапазон измерений вязкости характеристической, дл/г	Показатель повторяемости (среднее квадратичное отклонение повторяемости), δr, дл/г	Показатель внутрилабораторной прецизионности (среднее квадратичное отклонение внутрилабораторной прецизионности), δR, дл/г	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, дл/г, при P=0,95
От 0,200 до 0,860	0,008	0,012	0,024

6.3 Определение температуры плавления

6.3.1 Определение температуры плавления проводят по аттестованной методике МИ-EKÖPET-2/15 «Методика измерений тепловых характеристик полиэтилентерефталата (ПЭТФ) методом дифференциальной сканирующей калориметрии». Свидетельство об аттестации №241.0148/01.00258/2015, ФР.1.32.2016.22914.

6.3.2 Диапазон измерений температуры плавления от 240°С до 260 °С.

6.3.3 Метод DSC дифференциальной сканирующей калориметрии основан на измерении тепловых характеристик тепловых потоков, поглощаемых образцом, в сравнении с эталонным веществом во время нагревания (температура плавления, стеклования) или охлаждения (температура кристаллизации) образца.

6.3.4 Проведение испытаний:

– Взять навеску образца ПЭТФ (8-10 ± 0,01) мг в алюминиевый тигель. Сделать небольшое отверстие в крышке тигля с помощью инструмента для прокалывания, и закрыть герметично образец пробы с помощью пресса для холодной сварки.

– Снять крышку элемента и обе внутренние крышки измерительной ячейки DSC, поместить герметично закрытый тигель с образцом пробы с помощью пинцета и расположить его точно по центру правосторонней опоры сенсора теплового потока измерительного элемента. Пустой запаянный тигель используется в качестве эталона. Поместить эталонный тигель с помощью пинцета и расположить его точно по центру левосторонней опоры сенсора теплового потока измерительного элемента. Закрыть измерительную ячейку.

– С помощью расходомера отрегулировать поток азота: 80 мл/мин.

– Измерение тепловых характеристик полиэтилентерефталата осуществляется с использованием программного обеспечения NETZSCH TA 4_5

– Температуру плавления определяют методом дифференциальной сканирующей калориметрии по инструкции, прилагаемой к дифференциально-сканирующему калориметру NETZSCH DSC 200 F3 Maia. За температуру плавления принимают температуру максимума плавления. Точность метода ± 2°С.

6.3.5 Показатели точности измерений (таблица 7).

Таблица 7

Диапазон измерений тепловых характеристик ПЭТФ, °С	**Относительная суммарная стандартная неопределенность u_C, %**	**Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2, %**
Температура плавления от 240°С до 260°С	0,15	0,30

6.4 Определение массовой доли ацетальдегида

6.4.1 Определение массовой доли ацетальдегида проводят по аттестованной методике МИ EKÖPET 01/19 «Методика определения массовой доли ацетальдегида в полиэтилентерефталате (ПЭТФ) методом газовой хроматографии». Свидетельство об аттестации методики измерений №241.0038/RA.RU/2019, ФР.1.31.2019.34362. Диапазон измеряемых концентраций от 0,1 до 20,0. млн-1

Метод определения массовой доли ацетальдегида в полиэтилентерефталате основан на термостатировании измельченного образца ПЭТФ в течение 30 минут при температуре при 150°С нагревании стеклянной герметично закрытой виале до установления равновесия между твердой и газовой фазами. Газовая фаза, анализируется методом газовой хроматографии (ГХ) с использованием дозатора равновесного пара и газового хроматографа с пламенно-ионизационным детектором.

6.4.2 Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и внутрилабораторной прецизионности в таблице 8.

Таблица 8

Диапазон измерений массовой доли ацетальдегида, млн-1	**Показатель повторяемости (среднее квадратичное отклонение повторяемости) δr, %**	**Показатель внутрилабораторной прецизионности (среднее квадратичное отклонение внутрилабораторной прецизионности), δR, %**	**Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, дл/г, при P=0,95**
От 0,1 до 1,0 вкл.	3,6	5,0	10,4
св. 1,0 до 20,0 вкл.	3,0	4,2	10,0

Значения установленных показателей качества результатов измерений используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

– оценке качества проведения измерений в лаборатории;

– оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в конкретной лаборатории.

6.4.3 Подготовка анализируемой пробы.

Пробу полиэтилентерефталата (ПЭТФ) предварительно охладить жидким азотом и измельчить на лабораторной мельнице с установленным ситом минус 0,75 мм. Для этого образец пробы ПЭТФ поместить в сосуд Дьюара тип KGW IZOTHERM и залить жидким азотом объёмом 30 см^3. Охлаждённый образец пробы поместить в камеру измельчения лабораторной мельницы IKA M-20 и включить установку на 15 секунд. Процесс измельчения повторяют до получения степени измельчения минус 0,75 мм.

6.4.4 Измерение массовой доли ацетальдегида в диапазоне от 0,1 млн$^{-1}$ до 1,0 млн$^{-1}$.

На аналитических весах взвесить навеску пробы массой (1,00 ± 0,02) г в чистую сухую виалу вместимостью 20 см^3, герметично закрыть крышкой с силиконовым уплотнением, используя кримпер для закрывания крышек виал. Установить виалы с образцами проб в карусель парогазового дозатора HS-40 и выполнить анализ на определение массовой доли ацетальдегида в соответствии с условиями хроматографирования, приведенными в п. 8.2.

Выполнить два параллельных определения для каждого образца и рассчитать среднее арифметическое значение.

6.4.5 Измерение массовой доли ацетальдегида в диапазоне св. 1,0 млн$^{-1}$ до 20,0 млн$^{-1}$.

На аналитических весах взвесить навеску пробы массой (0,20 ± 0,02) г в чистую сухую виалу вместимостью 20 см^3, герметично закрыть крышкой с силиконовым уплотнением, используя кримпер для закрывания крышек виал. Установить виалы с образцами проб в карусель парогазового дозатора HS-40 и выполнить анализ на определение ацетальдегида в соответствии с условиями хроматографирования, приведенными в п. 8.2.

Выполнить два параллельных определения для каждого образца и рассчитать среднее значение.

6.4.6 Подготовка приборов к работе.

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с требованиями, приведенными в инструкции по эксплуатации и паспорте на хроматограф. Прибор должен быть поверен.

Капиллярную колонку подсоединяют к хроматографу и кондиционируют в токе газа-носителя (азот) со скоростью 15 см^3/мин при температуре, указанной в паспорте на колонку, в течение 12 ч, не подсоединяя выходной конец колонки к пламенно-ионизационному детектору.

6.4.7 Измерение массовой доли ацетальдегида на газовом хроматографе.

Измерения выполнять в соответствии с инструкцией по эксплуатации газовых хроматографов Perkin Elmer: Clarus 680, Clarus 500 и парогазового дозатора HS -40.

Процесс измерения значений ацетальдегида в образцах проб ПЭТФ ведут в соответствии с программным обеспечением TotalChrom, используемым для сбора и обработки данных.

6.5 Определение координат цвета: величины L^*, a^*, b^*

Определение координат цвета полиэтилентерефталата L*, a*, b* в системе CIE LAB проводят по аттестованной методике МИ ЕКОРЕТ-02/14 «Методика определения координат цвета полиэтилентерефталата (ПЭТФ) в системе CIE –LAB». Свидетельство об аттестации №237/2014-01.00115-2013, ФР.1.31.2014.18720.

Диапазон измеряемых значений цветовых чисел - индекса: L*от 50,0 до 99,5; a* от-4,0 до 4,0; b* от -4,0 до 4,0.

Метод основан на измерении спектральных коэффициентов отражения света и вычислении цветовых координат ПЭТФ в световом пространстве L*, a*, b* для стандартного источника света D_{65} и угла обзора стандартного наблюдателя 10° с помощью программного обеспечения.

6.5.1 Проведение испытаний:

– Подготовить спектрокалориметр к анализу согласно инструкции по эксплуатации прибора.

– Проверить, чтобы использовался световой источник типа D_{65}, а также присутствовал показ/вывод на печать цветовых значений L*, a*, b*.

– Откалибровать прибор с использованием белой стандартной пластины в соответствии с руководством.

– Очистить стеклянные ячейки перед и после каждого определениями, используя этанол/ацетон и мягкую ткань. Следить, чтобы дно ячеек было чистым, не было жира или пыли.

– Заполнить ячейки образцом пробы (контроля): для ПЭТФ до высоты примерно 2 см.

– Постучать по кромкам ячейки для равномерного распределения ПЭТФ и устранения пустот.

– Поместить ячейку на измерительную диафрагму спектрокалориметра. Выполнить определения значений координат цвета в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

– Выполнить три параллельных определения.

– За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

6.5.2 Обработка (вычисление) результатов измерений

– Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение SpectraMagic™NX и получают три результата единичного определения значений координат цвета L*, a*, b*.

6.5.3 Показатели точности измерений (таблица 9):

Таблица 9

Диапазон измерений значений координат цвета L*, a*, b*	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости), σ_r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), σ_R	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) ±Δ
L* от 50,0 до 99,5 вкл.	0,1	0,3	0,6
a* от -4,00 до 4,00 вкл.	0,05	0,07	0,20
b* от -4,00 до 4,00 вкл.	0,05	0,07	0,20

6.6 Определение массовой доли воды в полиэтилентерефталате

6.6.1 Определение массовой доли воды в полиэтилентерефталате проводят по аттестованной методике: МИ EKÖPET -01/16 «Методика измерений массовой доли воды в полиэтилентерефталате методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру. Свидетельство об аттестации №241.0087/01.00258/2016, ФР.1.31.2017.25929

Диапазон измерений, значения показателей точности результатов измерений в таблице 10.

6.6.2 Проведение измерений:

Измерения по определению содержания массовой доли влаги проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации кулонометрических анализаторов влаги:

- KF 756 с печью 832KF Thermoprep;
- C30 Coulometric KF Titrator и сушильной печи DO308.

Таблица 10

Диапазон измерений массовой доли воды, %	Относительная суммарная стандартная неопределенность u_C, %	Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2, %
От 0,001 до1,000	7,5	15
От 1,000 до 10,00	5,0	10

6.6.3 Обработка (вычисление) результатов измерения:

Содержание влаги C в пробах при кулонометрическом титровании рассчитывается приборами автоматически по формуле:

$$C = \frac{W_E}{E \cdot 10000} \text{ , (вес. \%)} \quad (1)$$

W_E – масса влаги, определенная для образца, (мкг H_2O);

Е – масса пробы ля анализа, г.

В таблице 11 - значение предела повторяемости для доверительной вероятности Р=0,95.

Таблица 11

Диапазон измерений, %	**Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %**
0,001 – 1,0	13
1,0 – 10,0	8

6.7 Определение массовой доли пыли

6.7.1 Определение массовой доли пыли в полиэтилентерефталате (ПЭТФ) проводят гравиметрическим методом.

6.7.2 Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости в таблице 12.

Таблица 12

Диапазон измерений массовой доли пыли, млн$^{-1}$	**Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, млн$^{-1}$**	**Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, млн$^{-1}$**	**Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, млн$^{-1}$ при Р=0,95**
От 10,0-100,0	1,0	1,3	2,5

6.7.3 Средства измерений, аппаратура, реактивы указаны в таблице 13. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Таблица 13

Наименование оборудования	Технические характеристики	
Весы лабораторные CP225D фирмы «Sartorius», 1 (специальный) класс точности по ГОСТ Р 53228-2008	НПВ наибольший предел взвешивания 1 диапазон 2 диапазон	 80 г 220, г
	Дискретность 1-й диапазон 2 –й диапазон	 0,01 0,1
Весы лабораторные CP4202 S фирмы «Sartorius»	Предел допускаемой погрешности в интервалах взвешивания: От 0,001 до 5 г вкл. Св. 5 до 20 г. вкл. Св. 20 до 80 г. вкл. Св. 80 до 200 г. вкл Св. 200 до 220 вкл.	 0,05 мг 0,06 мг 0,15 мг 0,5 мг 0,6 мг
Весы технические электронные CP4201 фирмы «Sartorius»	От 0-4200 г. вкл.	300 мг

6.7.4 Вспомогательное оборудование:

– Стакан из полипропилена 1000 см^3;
– Палочка стеклянная;
– Воронка из полиэтилена высокой плотности с ситом d=240 мм;
– Фильтр Шотта, (G4);
– Сушильный шкаф Binder 115d, 110°C;
– Эксикатор;
– Колба Бунзена 3 л, с трубчатым соединением, резиновой манжетой по ГОСТ 1770;
– Вакуумный насос MZ 2C EX+AK+EK.

6.7.5 Реактивы:

– Дистиллированная вода по ГОСТ 58144;
– Этиловый спирт по ГОСТ Р 55878;
– Соляная кислота, концентрированная ГОСТ 4204;

6.7.6 Условия выполнения измерений:

при выполнении измерений в химической лаборатории должны быть соблюдены следующие условия согласно таблице 14.

Таблица 14

Температура воздуха в помещение лаборатории, °С	**20 ± 5**
Атмосферное давление, кПа	84 – 106,7
Относительная влажность воздуха при температуре 25°С, %	не более 80
Частота переменного тока, Гц	50 ±1
Напряжение сети, В	220±22

6.7.7 Подготовка к выполнению измерений

6.7.7.1 Общие требования к отбору проб по ГОСТ 2517-2012.

Отбор проб проводят по ГОСТ 3885-73 при помощи щупа с продольными вырезами по ГОСТ 2517-2012 или щупа из нержавеющей стали другого типа, предназначенного для отбора проб порошкообразных продуктов.

Для отбора и транспортировки проб полиэтилентерефталата (ПЭТФ) используют чистые, сухие стеклянные банки или полиэтиленовые пакеты.

6.7.7.2 Приготовление растворов и реактивов:

– Приготовление этилового спирта: 500 мл этилового спирта смешивают с 500 мл дистиллированной воды;

– Раствор соляной кислоты: 30 мл соляной кислоты смешивают со 170 мл дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой посуде не более 1 года;

– Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч. квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации.

6.7.7.3 Подготовка фильтров:

– фильтры Шотта (G4) прокипятить в растворе соляной кислоты;

– кипячение проводить три раза, сливая после каждого раза раствор соляной кислоты и заменяя его свежим. После этого промыть фильтры Шотта дистиллированной водой;

– перед использованием фильтры Шотта промаркировать и просушить в сушильном шкафу при температуре 110 °С в течение часа;

– охладить фильтры Шотта в эксикаторе и взвесить на лабораторных весах с точностью до 0,1 мг.

Повторить процедуру сушки до тех пор, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,5 мг (А).

6.7.7.4 Подготовка приборов к работе:

– подготовку весов проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

– подготовку сушильного шкафа проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.7.7.5 Подготовка химической посуды:

посуду, предназначенную для выполнения лабораторных измерений, подготавливают в соответствии с Инструкцией «Мытьё химической посуды для отбора проб и выполнения лабораторных испытаний и измерений» СМК-01-05-014-014-2020.

6.7.8 Выполнение измерений:

– взять навеску образца пробы ПЭТФ (Е) в количестве (200,0±0,1) г в стакан вместимостью 1000 см^3;

– залить пробу раствором этилового спирта, чтобы он покрывал гранулят слоем в 5 см;

– тщательно перемешать палочкой гранулят ПЭТФ с раствором этилового спирта;

– затем перенести смесь гранулята ПЭТФ/ промывочная жидкость в воронку из полиэтилена высокой плотности с ситом и собрать промывочную жидкость в приёмник (стакан);

– отфильтровать промывочную жидкость в колбу через предварительно подготовленный фильтр Шотта по п. 6.7.7.3;

– просушить фильтр Шотта в сушильном шкафу при температуре 110 °С в течение 1 часа;

– фильтры охладить в эксикаторе и определить массу фильтра Шотта с остатком на аналитических весах с точностью до 0,1 мг;

– просушить фильтр Шотта с остатком еще раз в течение 30 минут и после охлаждения повторно взвесить;

– повторяют процедуру сушки до тех пор, пока разница между взвешиваниями будет не более 0,1 мг. Определить вес фильтра Шотта с остатком с точностью до 0,1 мг (В);

– выполнить два параллельных определения.

6.7.9 Вычисление результатов измерений:

Содержание массовой доли пыли в ПЭТФ рассчитать по формуле:

$$X = \frac{B-A}{E} \bullet 100\%\text{-[\% вес]}, \qquad (2)$$

где В - масса фильтра Шотта, содержащего пыль, [г];

А - масса пустого фильтра Шотта, [г];

Е – масса навески образца пробы, [г].

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений:

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (3)$$

где X1 и X2 – результаты определений параллельных определений.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух

параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (4)$$

где X1, X2 – результаты параллельных определений массовой доли пыли в ПЭТФ, %;

r – значение предела повторяемости (таблица 15), %.

Значение предела повторяемости для доверительной вероятности P=0,95 указан в таблице 15.

Таблица 15

Диапазон измерений, млн-1	**Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, млн-1**
От 10 до 100 включительно	1,32

Если условие (4) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (5):

$$\frac{4 \cdot |X_{max} - X_{min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \quad (5)$$

где X_{max}, X_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений содержания массовой доли пыли, %

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot u_r, \quad (6)$$

где u_r - показатель повторяемости в соответствии с таблицей 18;

$f(n)$ - коэффициент, зависящий от числа параллельных определений, при $n = 4$ и доверительной вероятности $P = 0,95$ равен 3,6.

Если условие (4) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями настоящей методики измерений.

6.8 Определение массы гранул

Метод определения средней массы гранул ПЭТФ (вес гранул) основан на взвешивании панели со 100 отверстиями диаметром 3,8 мм, заполненными гранулами ПЭТФ и вычислением средней массы одной гранулы ПЭТФ.

6.8.1 Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости в таблице 16.

Таблица 16

Диапазон измерений массы гранул ПЭТФ, г/100шт	**Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, г/100шт**	**Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, г/100шт**	**Показатель точности (границы абсолютной погрешности) ±Δ, г/100шт при P=0,95**
От 1,2-1,80	0,1	0,1	0,2

6.8.2 Средства измерений:

– Весы лабораторные электронные CP 224 S ф. Sartorius ГОСТ Р 53228-2008);

6.8.3 Вспомогательные устройства:

– Пинцет;

– Химический стакан на 1дм^3;

– Панель со 100 отверстиями диаметром 3,8 мм.

6.8.4 Реактивы:

– Спирт этиловый, ГОСТ 18300;

– Ацетон, ГОСТ 2603;

– Стандартный образец гранул ПЭТФ.

6.8.5 Выполнение измерений:

– Для определения веса гранул ПЭТФ используется панель со 100 отверстиями диаметром 3,8 мм, в каждое из которых помещается одна гранула ПЭТФ.

Вес одной гранулы ПЭТФ $Aw_{ср}$ (г) рассчитывают по формуле:

$$Aw_{cp} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5}{5 \times 100}$$, где

X_1; X_2; X_3; X_4; X_5 – результаты определений параллельных определений массы 100 штук гранул ПЭТФ; (г)

$Aw_{ср}$ – средняя масса одной гранулы, (вес гранул), (г).

– Для определения веса 100 штук гранул ПЭТФ используется панель со 100 отверстиями диаметром 3,8 мм, в каждое из которых помещается одна гранула ПЭТФ.

Отсчитать ровно 100 штук гранул ПЭТФ и определить их массу на весах.

– Вес 100 штук гранул ПЭТФ A_w (г/100 шт.) рассчитывают по формуле:

$$A_{w/100.} = (X_1 + X_2 + X_3 + X_4 + X_5) / 5,$$

– За результат измерений принимают среднее арифметическое значение пяти параллельных определений, где X_1; X_2; X_3; X_4; X_5 – результаты определений параллельных определений массы 100 штук гранул ПЭТФ; (г)

$A_{w/100.}$ – средняя масса гранул, (вес гранул), (г/100 шт.).

6.9 Определение гигиенических показателей

6.9.1 При определении гигиенических показателей выбор модельных сред и подготовку вытяжек для исследования осуществляют по ГОСТ 22648-77. Органолептические показатели определяют по ГОСТ 22648-77. Выбор контролируемых показателей осуществляют по ГН 2.3.3. 972-00. Показатели определяют методами, приведенными в ГН 2.3.3. 972-00 или другими, утвержденными Минздравсоцразвитием РФ.

6.9.2 Определение запаха и привкуса водной вытяжки определяют по ГОСТ Р 51695-2000 п.7.7.

– Гранулы полиэтилентерефталата промывают проточной водой, поместив на сито размером отверстий не более 1,5 мм. Помещают гранулы в любую стеклянную герметично закрываемую ёмкость и заливают дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018. Соотношение массы гранул и воды- 1г гранул на 25 мл воды. Время выдержки – 24 ч.

– Запах и привкус водной вытяжки определяют по ГОСТ 22648-77, раздел 2.

6.9.3 Для определения изменения цвета и прозрачности водной вытяжки гранулы полиэтилентерефталата помещают в стеклянный стакан и три раза промывают горячей дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144-2018, перемешивая гранулы стеклянной палочкой, затем гранулы переносят в любую стеклянную герметично закрываемую ёмкость и вновь заливают дистиллированной водой, нагретой до 80° С. Соотношение массы гранул и воды -1 г на 25 мл воды.

Одновременно в такую же ёмкость заливают такой же объём дистиллированной воды. Обе ёмкости помещают в термостат при температуре 80° С и выдерживают в течение 4 ч. Затем по 50 мл вытяжки и контрольной пробы отбирают в два цилиндра из бесцветного стекла и визуально сравнивают цвет и прозрачность вытяжки и контрольной пробы.

6.10 Определение содержания карбоксильных групп

Определение содержания карбоксильных групп в ПЭТФ проводят по аттестованной методике измерений МИ -ЕКОРЕТ-01/15 МИ «Содержание концевых карбоксильных групп в полиэтилентерефталате титриметрическим методом».

Свидетельство об аттестации методики измерений №241.0056/01.00258/2015 от 07.04.2015 г. ФР.1.31.2016.22913.

6.10.1 Требования к показателям точности

Выполнение измерений по настоящей методике обеспечивает получение результатов измерений содержания концевых карбоксильных групп в полиэтилентерефталате в диапазоне измерений и с показателями точности измерений, приведенными в таблице 17.

Таблица 17

Диапазон измерений содержания концевых карбоксильных групп, ммоль/кг	Показатель повторяемости (относительная стандартная неопределенность, характеризующая разброс результатов измерений в условиях повторяемости u_r), %	Показатель воспроизводимости (относительная стандартная неопределенность, характеризующая разброс результатов измерений в условиях воспроизводимости u_R), %	Показатель точности (относительная расширенная неопределенность $U_{отн}$ (k=2)), %
От 10 до 40 вкл.	2,3	2,8	6,8

6.10.2 Метод измерений

Метод определения содержания концевых карбоксильных групп в полиэтилентерефталате основан на растворении ПЭТФ в смеси фенол/хлороформ в соотношении 3:2 и титровании раствора ПЭТФ раствором гидроксида калия 0,05 н в бензиловом спирте с тетрабромфеноловым синим в качестве индикатора на автоматическом титраторе Т 50 с датчиком типа DP 5 при длине волны 660 нм или с применением дозатора автоматического Dosimat Plus 876.

Уравнение реакции: $R-COOH + KOH \rightarrow R-COOK + 2H_2O$, (8)

6.10.3 Подготовка приборов к работе

Подготовку дозатора Dosimat Plus 876 и автоматического титратора T50 Mettler Toledo с электродом типа DP 5 проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

6.10.4 Подготовка пробы ПЭТФ

При степени кристалличности полиэтилентерефталата выше 50 % необходимо разрушить кристаллическую структуру. Для этого образец пробы ПЭТФ помещают в сосуд Дьюара тип KGW IZOTHERM, заливают достаточным количеством жидкого азота. Охлаждённый образец пробы измельчают на лабораторной мельнице IKA M-20.

6.10.5 Выполнение измерений

Выполнение измерений на приборе дозатор автоматический Dosimat Plus 876:

– В колбу Эрленмейера вместимостью 100 см^3 поместить навеску (3,0 ± 0,001) г ПЭТФ, добавить 50 см^3 смеси фенол/хлороформ в соотношении 3:2.

– Обратный холодильник оснастить трубкой с натронной известью.

– Раствор ПЭТФ нагревать с обратным холодильником в течение 0,5 часа до полного растворения полиэтилентерефталата.

– Оттитровать фенилкарбиноловым раствором 0,05 н КОН холостую пробу, приготовленную в аналогичных условиях без добавления ПЭТФ и определить объём, пошедший на титрование холостой пробы.

– Раствор ПЭТФ охладить, добавить при перемешивании 0,5 см^3 0,1 % раствора тетрабромфенолового синего. Оттитровать фенилкарбиноловым раствором 0,05 н КОН до перехода окраски раствора из желтой в синюю через зеленую.

– Отметить объем фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН, израсходованного на титрование раствора ПЭТФ. Раствор ПЭТФ необходимо титровать до получения окраски, идентичной окраске холостой пробы.

6.10.6 Выполнение измерений на приборе автоматический титратор T50 Mettler Toledo:

– Включить автоматический титратор T50. На фототроде DP5 установить длину волны 660 нм и прогреть в течение 20 минут.

– В колбу Эрленмейера вместимостью 50 см^3 взять навеску (1,0±0,001)г полиэтилентерефталата, добавить 50 см^3 смеси фенол/хлороформ в соотношении 3:2.

– Обратный холодильник оснастить трубкой с натронной известью.

– Раствор полиэтилентерефталата нагревать с обратным холодильником при перемешивании в течение 0,5 часа до полного растворения полиэтилентерефталата.

– Холостую пробу выполнить в аналогичных условиях без добавления полиэтилентерефталата, охладить, установить на мешалку, добавить при перемешивании 1,0 см^3 0,1 % раствора тетрабромфенола синего, опустить в колбу датчик типа фототрод DP5 и дозатор бюретки фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН и определить объём фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН, пошедшего на титрование по методу *«Xol COOH»*.

– Раствор полиэтилентерефталата охладить, установить на мешалку, добавить при перемешивании 1,0 см^3 0,1 % раствора тетрабромфенолового синего,

опустить в колбу электрод типа фототрод DP5 и дозатор бюретки фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН.

– Запустить метод *«СООН»* из рабочего стола прибора.

– Определить объем фенилкарбинолового раствора 0,05 Н КОН, израсходованного на титрование раствора полиэтилентерефталата.

Примечание - Если проба не растворилась, то увеличить время растворения до полного растворения полимера.

6.10.7 Вычисление результатов измерений:

Содержание концевых карбоксильных групп в образце ПЭТФ рассчитать по формуле, ммоль/кг

$$X = \frac{(A - B) * f * 1000 * 0,05}{W}, \qquad (10)$$

где А - объем фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН, израсходованного на титрование образца пробы ПЭТФ, см^3;

В - объем фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН, израсходованного на титрование холостой пробы, см^3;

f - коэффициент фенилкарбинолового раствора 0,05 н КОН;

W - навеска образца полиэтилентерефталата, г.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq \text{r}, \qquad (11)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений концевых карбоксильных групп, ммоль/кг;

r – значение предела повторяемости (таблица 18), %.

Если условие (11) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (12):

$$\frac{4 \cdot |X_{\max} - X_{\min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}, \qquad (12)$$

где X_{max}, X_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений содержания конечных карбоксильных групп, ммоль/кг;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot u_r \qquad (13)$$

где u_r - показатель повторяемости в соответствии с таблицей 1.

$f(n)$ - коэффициент, зависящий от числа параллельных определений, при $n = 4$ и доверительной вероятности $P = 0,95$ равен 3,6.

Если условие (13) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями настоящей методики измерений.

6.10.8 Значение предела повторяемости для доверительной вероятности P=0,95 в таблице 18.

Таблица 18

Диапазон измерений, ммоль/кг	**Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %**
От 10 до 40 вкл	6,3

6.11 Определение содержания диэтиленгликоля и изофталевой кислоты

Определение содержания диэтиленгликоля и изофталевой кислоты в полиэтилентерефталате (ПЭТФ) проводят по аттестованной методике измерений МИ -ЕКОРЕТ-03/15 МИ «Содержание диэтиленгликоля и изофталевой кислоты в полиэтилентерефталате (ПЭТФ) методом газовой хроматографии» Свидетельство об аттестации методики измерений №241.0229/01.00258/2015. ФР.1.31.2016.22912 в диапазоне массовых долей: диэтиленгликоль от 0,5 до 3,0 %; изофталевая кислота от 0,6 до 5,0 %

6.11.1 Показатели точности измерений содержания диэтиленгликоля и изофталевой кислоты в ПЭТФ представлены в таблице 19.

Таблица 19

Определяемый компонент, %	**Диапазон измерений массовых долей, %**	**Относительная суммарная стандартная неопределенность u_C, %**	**Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2, %**
Диэтиленгликоль	от 0,5 до 3,0	4,5	9,0
Изофталевая кислота	от 0,6 до 5,0		

6.11.2 Метод измерений.

Метод измерений определения содержания диэтиленгликоля и изофталевой кислоты в ПЭТФ основан на проведении переэтерификации пробы ПЭТФ в реакционном сосуде с внутренним стандартом диметиловым эфиром тетраэтиленгликоля при температуре 240°С в течение 120 минут с последующим

газохроматографическом определением с использованием пламенно-ионизационного детектора.

6.11.3 Подготовка приборов к работе.

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с требованиями, приведенными в инструкции по эксплуатации и паспорте на хроматограф. Прибор должен быть поверен.

6.11.4 Выполнение измерений.

6.12.4.1 Подготовка анализируемой пробы:

- Пробу полиэтилентерефталата (ПЭТФ) предварительно охладить жидким азотом и измельчить на лабораторной мельнице с установленным ситом 0,75 мм. Для этого образец пробы ПЭТФ поместить в сосуд Дьюара тип KGW IZOTHERM и залить жидким азотом объёмом 30 см^3.
- Охлаждённый образец пробы поместить в камеру измельчения лабораторной мельницы IKA M-20 и включить установку на 15 секунд. Процесс измельчения повторяют до получения степени измельчения 0,75 мм.

6.12.4.2 Измерение массовой доли диэтиленгликоля и изофталевой кислоты:

- Для каждого определения проводят две переэтерификации;
- На аналитических весах взять навески проб ПЭТФ массой 1,0000 ± 0,0100 г. и перенести в чистые сухие реакционные сосуды вместимостью 50 см^3, пипеткой в каждый реакционный сосуд добавить по 30 см^3 раствора внутреннего стандарта (ТЭГДМЭ)/ Герметично закрыть крышкой с тефлоновым уплотнением, используя тиски и накидной гаечный ключ;
- Поместить реакционные сосуды в сушильный шкаф Binder, предварительно нагретый до 240 °С и провести процесс переэтерификации в течение 120 минут;
- После проведения процесса переэтерификации реакционные сосуды осторожно извлечь из сушильного шкафа, охладить до комнатной температуры;
- Осторожно открыть при помощи тисков и гаечного ключа реакционные сосуды и перенести содержимое в стакан с плотно закрывающейся крышкой;
- Из стакана отобрать раствор переэтерификации, отфильтровать его через мембранный фильтр и шприцем вместимостью 10 мм^3 ввести в испаритель хроматографа по 1 мм^3 пробы;
- Провести определение массовой доли ДЭГ и ИФК методом газовой хроматографии в соответствии с условиями хроматографирования. Каждая проба инжектируется 1 раз;
- Выполнить два параллельных определения для каждого образца.

6.11.5 Обработка результатов.

6.11.5.1.Обработку результатов измерений выполняют, используя программное обеспечение TotalChrom.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, если выполняется условие (14)

$$\frac{2\cdot|X_1 - X_2|\cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r \quad , \qquad (14)$$

Где X1, X2 - результаты параллельных определений содержания ДЭГ и ИФК,%;
r – значение предела повторяемости (таблица 20), %.

Если условие (14) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (15)

$$\frac{4 \cdot \left| X_{\max} - X_{\min} \right| \cdot 100}{\left(X_1 + X_2 + X_3 + X_4 \right)} \le CR_{0,95}, \qquad (15)$$

где Xmax, Xmin– максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений содержания ДЭГ, ИФК, %;

CR0,95 – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n – результатов определений (таблица 6), %.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot u_r \qquad (16)$$

Для n=4

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot u_r, \qquad (17)$$

Если условие (15) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики.

6.11.5.2.Диапазон измерений, предел повторяемости и значения критического диапазона для n=4, предел воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95 по таблице 20.

Таблица 20

Диапазон измерений содержания ДЭГ и ИФК, %	**Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %**	**Значение критического диапазона, $CR_{0,95}$, % n=4, P=0,95**
Для диэтиленгликоля От 0,5 до 3,0 вкл.	2,77	3,6
Для изофталевой кислоты от. 0,6 до 5,0 вкл.	2,77	3,6

6.12 Определение степени кристалличности полиэтилентерефталата

Определение степени кристалличности полиэтилентерефталата проводят по аттестованной методике измерений МИ -ЕКОРЕТ-03/16 Методика измерений степени кристалличности полиэтилентерефталата (ПЭТФ) гравиметрическим

методом» Свидетельство об аттестации методики измерений №241.0243/RA.RU.311866/2016, . ФР.1.31.2017.25931.

6.12.1 Диапазон измерений, значения показателей точности результатов измерений в таблицах 21 - 22.

Таблица 21

Определяемый показатель/ диапазон	**Диапазон измерений степени кристалличности, %**	**Относительная суммарная стандартная неопределенность u_C, %**	**Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k=2, %**
Степень кристалличности	0,2 -60,0	2,0	4,0

Таблица 22

Определяемый показатель/ диапазон	**Диапазон измерений степени кристалличности, %**	**Относительная стандартная неопределенность в условиях повторяемости u_r, %**	**Относительная стандартная неопределенность в условиях воспроизводимости u_R, %**
Степень кристалличности	0,2 -60,0	0,8	1,7

6.12.2 Метод измерений.

Метод определения степени кристалличности основан на измерении плотности образца полимера и наличия зависимости плотности образца от степени кристалличности. Метод применим при условии того, что известны плотности аморфной и кристаллической фаз полимера. Измерение плотности основано на законе Архимеда. Значение плотности или удельной плотности гранул полиэтилентерефталата равно массе этилового спирта, вытесненной объемом образца.

$$\frac{1}{\rho} = C\frac{1}{\rho_{cryst}} + (1-C)\frac{1}{\rho_{amorph}} \quad , \qquad (18)$$

где ρ - плотность образца полимера, г/см^3;

ρ_{cyst} - плотность кристаллической фазы полимера, г/см^3;

ρ_{amorph} - плотность аморфной фазы полимера, г/см^3;

C - степень кристалличности полимера, %.

6.12.2.1 Подготовка приборов к работе:

Подготовку весов лабораторных CP225D фирмы «Sartorius», проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. СИ должны быть поверены.

6.12.2.2 Порядок выполнения измерений:

– На аналитические весы установить комплект для определения плотности жидкости в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

– Установить на рамку химический стакан $d = 55$ мм. Определить массу стеклянного отвеса на воздухе (WP_a). Произвести тарирование аналитических весов, согласно инструкции по эксплуатации. Налить в стакан этиловый спирт и измерить температуру (T) используемого этилового спирта.

– Определить массу стеклянного отвеса, полностью погруженного в этиловый спирт WP_i. Уровень этилового спирта должен быть на 1 см выше верхнего края стеклянного отвеса.

– На аналитические весы установить комплект для определения плотности твердых тел в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

– Проверить, чтобы гранулы ПЭТФ не содержали пыли и других мелких частиц, которые могут просыпаться сквозь держатель образца.

– Установить на рамку химический стакан $d = 76$ мм и держатель образца (подвешиваемая чашка в сборе). Установить пустую чашку для взвешивания на верхнюю платформу держателя образца и выполнить тарировку весов.

– Взять навеску 1,0 г с точностью до 0,1 мг (W_a) полиэтилентерефталата в чашке для взвешивания на верхней платформе держателя образца.

– Поместить весь ПЭТФ из чашки для взвешивания на нижнюю платформу держателя образца, погруженную в этиловый спирт и поместить чашку для взвешивания обратно на верхнюю платформу держателя образца.

– Проверить, чтобы все гранулы были перенесены на нижний держатель образца и определить массу погруженного образца с точностью до 0,1 мг (W_i).

– Выполнить 5 определений с новым количеством образца гранул ПЭТФ.

6.12.3 Обработка результатов измерений.

6.12.3.1 Плотность ρ_i используемого этилового спирта для последующего определения образцов рассчитать по формуле:

$$\rho_i = \frac{WP_a - WP_i}{V}, \qquad (19)$$

где WP_a - масса стеклянного отвеса в воздухе, г;

WP_i - масса стеклянного отвеса, погруженного в этиловый спирт, г;

V - объем стеклянного отвеса согласно спецификации, см^3.

6.12.3.2 Плотность/удельную плотность ρ (г/см^3) образца ПЭТФ рассчитать по следующей формуле:

$$\rho = \frac{W_a \cdot (P_i - P_a)}{(W_a - W_i) \cdot k}, \qquad (20)$$

где W_a - масса образца в воздухе, г;

W_i - масса образца в жидкости, г;

P_a - плотность воздуха в стандартных условиях (20°С; 101,3 Па) = 0,0012, г/см^3;

P_i - плотность этилового спирта, используемого в определениях образца, г/см^3;

k - поправочный коэффициент для глубины погружения, вычисляемые по выражению

$$k = 1 - a \cdot \frac{d^2}{D^2} \qquad (21)$$

где a - число погруженных проволочек комплекта держателя чашки (в типовом случае a = 2);

d – диаметр, погруженной проволоки, мм;

D - внутренний диаметр химического стакана, в котором содержится жидкость погружения, мм.

6.12.3.3 Степень кристалличности C (%) для ПЭТФ рассчитать по формуле:

$$C = 1212{,}5 \cdot \frac{\rho - 1{,}335}{\rho}, \qquad (22)$$

где $\overline{\rho}$ - плотность образца ПЭТФ по формуле (18), г/см^3;

1,455 - плотность кристаллической фазы ПЭТФ, г/см^3;

1,335- плотность аморфной фазы ПЭТФ, г/см^3;

Примечание – Формула (22) применима в температурном диапазоне от +20 °С до +30 °С.

6.12.3.4 Если в образце содержатся матирующие агенты (например, TiO_2), тогда на каждый % содержания TiO_2 значение кристалличности C (%) должно быть увеличено на 0,8 %.

Если требуется точный учет температуры и содержания TiO_2, степень кристалличности C можно рассчитать по следующей формуле:

$$C = 1212{,}5 - 1618{,}69 \cdot \frac{r - a \cdot 10^{-2} \cdot \rho}{\rho \cdot r \cdot (1 - a \cdot 10^{-2})(1 + 5{,}1 \cdot 10^{-5} \cdot t)}, \qquad (23)$$

где ρ - плотность образца ПЭТФ по формуле (20), г/см^3;

r - плотность матирующего агента TiO_2 = 3,9; г/см^3;

a - массовая доля TiO_2, определенная или согласно спецификации полимера, %

t - Т - 20 °С

Т - температура раствора погружения (этанола) при определении образца, °С.

6.12.3.5 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трёх параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{3 \cdot |C_{max} - C_{min}| \cdot 100}{(C_1 + C_2 + C_3)} \le r, \qquad (24)$$

где C_1, C_2, C_3 – результаты параллельных определений степени кристалличности, %;

r – значение предела повторяемости, %.

6.12.3.6 Если условие (24) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной методикой. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов пяти определений, если выполняется условие (25):

$$\frac{5 \cdot \left| C_{\max} - C_{\min} \right| \cdot 100}{\left(C_1 + C_2 + C_3 + C_4 + C_5 \right)} \leq CR_{0,95}, \qquad (25)$$

где $C_{\max}, C_{\min}$ – максимальное и минимальное значения из полученных пяти результатов параллельных определений степени кристалличности, %;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и $n = 5$ результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot u_r \qquad (26)$$

где u_r - показатель повторяемости в соответствии с таблицей 21.

$f(n)$ - коэффициент, зависящий от числа параллельных определений, при n=5 и доверительной вероятности $P = 0,95$ равен 3,86.

Если условие (26) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями настоящей методики измерений.

6.12.3.7 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трёх параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{5 \cdot \left| C_{\max} - C_{\min} \right| \cdot 100}{\left(C_1 + C_2 + C_3 + C_4 + C_5 \right)} \leq CR_{0,95}, \qquad (27)$$

где $C_{\max}, C_{\min}$ – максимальное и минимальное значения из полученных пяти результатов параллельных определений степени кристалличности, %;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P=0,95 и n – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot u_r \qquad (28)$$

где u_r - показатель повторяемости в соответствии с таблицей 21.

$f(n)$ - коэффициент, зависящий от числа параллельных определений, при $n = 4$ и доверительной вероятности $P = 0,95$ равен 3,86.

6.12.3.8 Если условие приемлемости не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МИ.

6.13 Определение массовой доли гранул ПЭТФ размером 2-8 мм и массовой доли гранул с включениями

6.13.1 Для контроля качества партии отбирают 10% единиц упаковки, но не менее, чем три единицы. При объеме партии менее трех единиц пробы отбирают от каждой единицы упаковки. Из выбранных упаковочных единиц отбирают точечные пробы. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,1 кг.

Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную пробу. Среднюю пробу массой не менее 2 кг тщательно перемешивают, делят на две равные части и помещают в полиэтиленовые пакеты или банки с плотными крышками. Содержимое одного пакета (банки) используют для анализа, второй хранится в качестве арбитражной пробы. На каждую банку или пакет наносят обозначения:

- наименование продукта;
- номер партии и дату отбора пробы.

Для проведения испытаний на определение массовой доли гранул ПЭТФ размером 2-8 мм и массовой доли гранул с включениями из средней пробы отбирают 1 кг гранул ПЭТФ.

6.13.2 Средства измерений:

– Весы лабораторные электронные CP 224 S ф. Sartorius ГОСТ Р 53228-2008 I класса точности, CPA 4202S ф. Sartorius по ГОСТ Р 53228-2008 II класса точности;

– Установка сканирования PS 25 C.

6.13.3 Вспомогательные устройства:

– Пинцет;

– Химический стакан на 1дм3;

– Панель со 100 отверстиями диаметром 3,8 мм.

– Реактивы:

– Спирт этиловый, ГОСТ 18300;

– Ацетон, ГОСТ 2603;

– Стандартный образец гранул ПЭТФ.

6.13.4 Определение массовой доли гранул ПЭТФ размером 2-8 мм

Определения массовой доли гранул ПЭТФ основано на взвешивании гранул размером 2-8 мм и расчете массовой доли гранул размером 2-8 мм относительно массы пробы, взятой для определения.

Среднюю пробу 100,0 г взвешивают на весах CP 224 S ф. Sartorius I класса точности и помещают на листе масштабно-координатной бумаги марки Н1 или Д1 по ГОСТ 334. Последовательно отделяют произвольное количество гранул, распределяют их в один слой и путем визуального осмотра отбирают гранулы размером менее 2 и свыше 8 мм. На весах того же класса точности взвешивают оставшиеся гранулы.

Массовую долю гранул размером 2-8 мм шт. D, %, определяют по формуле:

$$D = \frac{m}{M} * 100 \qquad (29)$$

где m – масса оставшихся гранул, г;

M - масса пробы, взятой для определения, г.

Результат округляют до целых чисел.

6.13.5 Определение массовой доли гранул ПЭТФ с включениями.

Определение массовой доли гранул ПЭТФ с включениями основано на определении средней массы гранул, определения количества гранул с включениями и расчете массовой доли гранул ПЭТФ с включениями относительно массы пробы, взятой для определения.

Определение количества гранул с включениями производится методом оптического контроля с использованием системы сканирования гранул PS-25C.

Определение средней массы гранул производят по п. 6.8 настоящих ТУ.

Пробу гранулята ПЭТФ массой 1000 г взвешивают на весах CPA 4202S S ф. Sartorius II класса точности и помещают в приёмное устройство прибора PS-25C, запускают процесс сканирования, после чего изображения с количеством гранул с включениями выводятся на монитор.

Массовую долю гранул ПЭТФ с включениями D_1, %, определяют по формуле:

$$D_1 = \frac{m_1}{M_1} * 100\% , \qquad (30)$$

где

$$m_1 = A_{wcp} * n \qquad (31)$$

A_{wcp} – средняя масса одной гранулы;

n - количество гранул с включениями, шт.;

m_1 - масса гранул с включениями, г;

M_1- масса пробы, взятой для определения.

Результат округляют до первого десятичного знака.

7 Транспортирование и хранение

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

7.2 Полиэтилентерефталат хранят в сухом закрытом складском помещении на поддонах на расстоянии не менее 5 см от пола и не менее 1 м от отопительных приборов.

8 Указания по применению

Перед переработкой полиэтилентерефталат рекомендуется подсушивать.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие полиэтилентерефталата требованиям настоящих технических условий при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения полиэтилентерефталата не менее 1-го года со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения полиэтилентерефталат следует анализировать перед каждым применением на

соответствие требованиям настоящих технических условий. При установлении соответствия качественных показателей продукт может быть использован потребителем по прямому назначению.

Приложение А
(справочное)

Ссылочные нормативные документы

Обозначение и наименование нормативного документа, на который дана ссылка		Раздел, номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.014-84*	ССБТ. Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками	2.5
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны	2.6
ГОСТ 12.3.030-83	ССБТ. Переработка пластических масс. Требования безопасности	2.3
ГОСТ Р 12.4.230.1-2007	ССБТ. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования (с Поправкой)	2.8
ГОСТ 12.4.021-75	ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования.	2.7
ГОСТ 12.4.028-76	ССБТ. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". технические условия	2.8
ГОСТ 12.4.121-2015	ССБТ. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Противогазы фильтрующие. Общие технические условия	2.8
ГОСТ 17.2.3.01-86	Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов	3.1
ГОСТ 17.2.3.02-2014	Правила установления допустимых выбросов загрязняющих веществ промышленными предприятиями	3.1
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (с Изменениями N 1-3)	6.7.4
ГОСТ 2517-2012	Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	5.4; 6.7.7.1
ГОСТ 2603-79*	Ацетон. Технические условия	6.5.1; 6.8.4
ГОСТ 3885-73	Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение	5.4; 6.7; 7.1

Обозначение и наименование нормативного документа, на который дана ссылка		Раздел, номер пункта, подпункта
ГОСТ 58144-2018	Вода дистиллированная. Технические условия	6.7.5; 6.9.3; 6.9.4
ГОСТ 33757-2016	Поддоны плоские деревянные. Технические условия	1.5
ГОСТ 10136-2019	Диэтиленгликоль. Технические условия	1.3
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов	1.4.2
ГОСТ 18300-87	Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия	6.7.5
ГН 2.3.3.972-00	Предельно допустимые количества химических веществ, выделяющихся из материалов, контактирующих с пищевыми продуктами	6.9.1
ГОСТ 19710-2019	Этиленгликоль. Технические условия	1.3
ГОСТ 22648-77	Пластмассы. Методы определения гигиенических показателей	6.9.1; 6.9.4
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания (с Изменением N 1)	6.7.3; 6.8.2
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные. Общие технические требования	6.13.2
ГОСТ Р 51695-2000	Полиэтилентерефталат. Общие технические условия	6.1; 6.2; 6.9.2; 6.13
ГОСТ 32522-2013	Мешки тканные полипропиленовые. Общие технические условия	1.5.1
ФР.1.31.2019.34105	Методика измерений характеристической вязкости разбавленных растворов полиэтилентерефталата (ПЭТФ) методом капиллярной вискозиметрии	6.2
ФР.1.32.2016.22914	Методика измерений тепловых характеристик полиэтилентерефталата (ПЭТФ) методом дифференциальной сканирующей калориметрии	6.3
ФР.1.31.2019.34362	Методика измерений определения массовой доли ацетальдегида в полиэтилентерефталате (ПЭТФ) методом газовой хроматографии	6.4
ФР.1.31.2014.18720	Методика измерений определения координат цвета полиэтилентерефталата (ПЭТФ), терефталевой кислоты (ТФК) и изофталевой кислоты (ИФК) в системе LAB	6.5

ФР.1.31.2017.25929	Методика измерений массовой доли воды в полиэтилентерефталате, терефталевой кислоте, изофталевой кислоте, диэтиленгликоле и этиленгликоле методом кулонометрического титрования по Карлу Фишеру	6.6
ФР.1.31.2016.22913	Методика измерений содержания концевых карбоксильных групп в полиэтилентерефталате титриметрическим методом	6.10
ФР.1.31.2016.22912	Методика измерений содержания диэтиленгликоля и изофталевой кислоты в полиэтилентерефталате (ПЭТФ) методом газовой хроматографии»	6.11
ФР.1.31.2017.25931	Методика измерений определения степени кристалличности полиэтилентерефталата (ПЭТФ) гравиметрическим методом»	6.12

Приложение Б
(справочное)

Библиография

[1] ГН 2.3.3.972-00	Предельно допустимые количества химических веществ, выделяющихся из материалов, контактирующих с пищевыми продуктами
[2]	Корольченко А.Я. "Пожаровзрывоопасность веществ и материалов, и средства их тушения". Справочник в двух частях. 4.2, М.:Асс. "Пожнаука" 2000 г.
[3] СП № 4783-88	Санитарные правила для производств синтетических полимерных материалов и предприятий по их переработке
[4] СП 2.2.2.1327-03	Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту
[5] ГН 2.2.5.1313-03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
[6] СанПиН 2.2.4.548-96	Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений
[7] СанПиН № 2.1.6.1032-01	Гигиенические требования к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест
[8] СанПиН № 2.1.7.1322-03	Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления
[9] Инструкция № 880-71	Инструкция по санитарно-химическому исследованию изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами

ЛИСТ ЗАМЕЧАНИЙ К ТУ 20.16.40-002-13649021-2022

Лист регистрации изменений настоящих технических условий

Номер изменения	Номера страниц				Всего страниц после внесения изменения	Информация о поступлении изменения (номер сопроводительного письма)	Подпись лица, внесшего изменение	Фамилия этого лица и дата внесения изменения
	Заменных	Дополнительных	Исключенных	Измененных				
1	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
1	**0**	**0**	**0**	**1**	**36**	**278/Э-Пр от 05.10.2023**		**Сорокин Е.Б. 05.10.2023**
2	**0**	**2**	**0**	**6**	**38**	**150/5/Э-Пр от 05.06.2024**		**Сорокин Е.Б. 01.01.2025**