

	ТО	ТУ 2224-038-00205311-08 «Полиамид 6» (с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)	Страница 1 Всего страниц 22
---	----	---	--------------------------------

КОД ОКП 22 2421

УТВЕРЖДЕНЫ
Генеральным директором
ОАО «КуйбышевАзот»
В.И. Герасименко
27.05.2008

Переиздание
с извещением № 1 от 01.10.2008
с извещением № 2 от 22.12.2008
с извещением № 3 от 01.01.2010
с изменением № 4 от 29.07.2011
с изменением № 5 от 06.12.2011
с изменением № 6 от 07.11.2016

Технические условия

ПОЛИАМИД 6

ТУ 2224-038-00205311-08

(с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)

Тольятти 2011



ТО

ТУ 2224-038-00205311-08
«Полиамид 6»
(с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)Страница 2
Всего страниц 22Продолжение титульного листа
технических условий
ТУ 2224-038-00205311-08

Согласующие подписи:

Начальник УС	_____	В.В. Герасименко
Директор по маркетингу	_____	Д.В. Рыбкин
Начальник производства полиамида	_____	В.Н. Бахмуров
Зам. начальника транспортного управления	_____	А.И. Свиренков
Начальник ОТК	_____	Н.И. Невская
Главный метролог	_____	В.В. Алексеев
Заместитель начальника ТО	_____	Н.В. Кукуй

	ТО	ТУ 2224-038-00205311-08 «Полиамид 6» (с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)	Страница 3 Всего страниц 22
---	----	---	--------------------------------

С о д е р ж а н и е

1	Область применения.....	4
2	Технические требования	4
2.1	Основные параметры и характеристики.....	4
2.2	Упаковка.....	5
2.3	Маркировка.....	6
2.4	Дополнительные требования к волокнообразующему полимеру....	6
3	Требования безопасности.....	6
4	Требования охраны окружающей среды.....	8
5	Правила приемки.....	8
6	Методы испытаний.....	9
7	Транспортирование и хранение.....	11
8	Гарантии изготовителя.....	12
9	Нормативные ссылки.....	12
	Приложение 1 (обязательное) <i>Исключено (Изм. № 6)</i>	15
	Приложение 2 (справочное).....	15

	ТО	ТУ 2224-038-00205311-08 «Полиамид 6» (с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)	Страница 4 Всего страниц 22
---	----	---	--------------------------------

Настоящие технические условия распространяются на полиамид 6 (Поли-ε-капролактам, поликапроамид), представляющий собой продукт гидролитической полимеризации ε-капролактама в присутствии стабилизаторов.

Наименование: химическое - Полигексагидро-2Н-азепин-2-он, Полиамид 6.

торговое - Волгамид® ХХ, где:

Волгамид® - товарный знак, ХХ – условное обозначение вязкости.

1 Область применения

Полиамид 6 используется для выпуска широкого ассортимента продукции: нити полиамидной технического назначения, композиционных материалов с различными свойствами (ударопрочные, морозостойкие, водостойкие, трудногорючие), текстильных волокон, полимерной пленки. *(Изм. № 1)*

Обозначение продукции при заказе или в другой документации:

Полиамид 6 по ТУ 2224-038-00205311-08

2 Технические требования

2.1 Основные параметры и характеристики

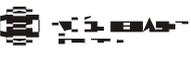
2.1.1 Полиамид 6 должен соответствовать требованиям настоящих технических условий или спецификаций и производиться по технологическому регламенту, согласованному и утвержденному в установленном порядке.

2.1.2 Полиамид 6 по физико-химическим и физико-механическим показателям должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 *(Изм. № 6)*

Наименование регламентируемого показателя	Единица измерения	Норма	Метод определения
Внешний вид и цвет	-	Блестящие бесцветные гранулы овальной формы. Не допускается наличие окисленных и инородных частиц.	Визуальный п.6.3 настоящих ТУ
Относительная вязкость	-	(2,40 - 4,00)	Вискозиметрический, Методика СТО МПА 6017-02
Массовая доля экстрагируемых веществ (водорастворимых)	%	не более 0,6	Гравиметрический, Методика МПА 6017-01
Массовая доля влаги	%	не более 0,06	Кулонометрический п.6.6 настоящих ТУ
Температура плавления*	°С	не менее 215	Капиллярный п.6.7 настоящих ТУ
Количество гранул в 1 г продукта	шт.	(80 - 130)	Гравиметрический п.6.8 настоящих ТУ

* - определяется изготовителем один раз в квартал.

	ТО	ТУ 2224-038-00205311-08 «Полиамид 6» (с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)	Страница 5 Всего страниц 22
---	----	---	--------------------------------

Допускается по согласованию с потребителями изменение показателей в соответствии с требованиями и нормами спецификаций.

В процессе производства изготовитель ведет мониторинг и контроль следующих показателей и гарантирует их значения в указанных диапазонах таблицы 2:

Таблица 2

Но-мер	Наименование показателя	Единица измерения	Норма	Метод испытания
1	Индекс желтизны***	Ед. цв.	Не более -5	Спектрофотометрический (ASTM E 313)
2	Молярная концентрация аминогрупп***	ммоль/кг	В соответствии с спецификацией	Титриметрический Приложение 2, п.1 настоящих ТУ
3	Молярная концентрация карбоксильных групп***	ммоль/кг	В соответствии с спецификацией	Титриметрический Приложение 2, п.2 настоящих ТУ
4	Плотность**	г/см ³	1,12 ÷ 1,15	Флотационный метод Приложение 2, п.3 настоящих ТУ
5	Насыпная плотность***	кг/м ³	700±30	ГОСТ 11035.1-93

Показатель «Ударная вязкость по Шарпи на образцах с надрезом»- исключен. (Изм. № 4)

** - определяется изготовителем один раз в квартал.

*** - определяется изготовителем один раз в месяц.

2.1.3 по основным параметрам и характеристикам полиамид 6 Волгамид® полностью соответствует полиамиду ПА6-210/310 и 210/311 ОСТ 6-06-С9-93 (с изменениями 1-3). (Изм. № 2)

2.2 Упаковка

2.2.1 Полиамид 6 упаковывают в потоке азота, с целью предотвращения окисления готового продукта кислородом воздуха, в мягкие контейнеры объемом: 625 кг, 825 кг, 1000 кг, 1250 кг по ТУ 6-0020-46-88-15-95 или другой нормативной документации согласованной в установленном порядке.

Допускается упаковывать Полиамид 6 в потоке воздуха только для выпуска композиционных материалов.

Предел допускаемых отрицательных отклонений содержимого нетто от номинального количества согласно ГОСТ 8.579-2002.

Допустимое положительное отклонение содержимого нетто от номинального количества составляет +2 кг. (Изм. № 5)

2.2.2 Горловина загрузочного люка внутреннего вкладыша термосваривается. Горловина загрузочного люка наружного пропиленового мягкого контейнера плотно завязывается.

	ТО	ТУ 2224-038-00205311-08 «Полиамид 6» (с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)	Страница 6 Всего страниц 22
---	----	---	--------------------------------

2.2.3 Разрешается по согласованию с потребителем применять другие виды упаковки (тары) и материалы по действующей нормативной документации, обеспечивающие сохранность качества продукта при транспортировании и хранении.

2.2.4 Нарушение целостности упаковки (вскрытие) недопустимо, так как это может привести к изменению физико-химических характеристик полиамида 6. *(Изв. № 3)*

2.3 Маркировка

2.3.1 Каждая упаковочная единица должна иметь маркировку или тарную этикетку содержащие следующие данные:

- наименование предприятия изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта;
- вес;
- дату изготовления;
- номер партии;
- обозначение настоящих условий.

2.3.2 Полиамид 6 не относится к опасным грузам и по ГОСТ 19433 не классифицируется.

2.4 Дополнительные требования к волокнообразующему полимеру

2.4.1 Не допускается использовать для производства волокон переходные по значению вязкости партии гранулята полиамида 6. Весь произведенный гранулят полиамида 6 при переходах на другую вязкость использовать только на инженерные пластики

2.4.2 Срок хранения на складе гранулята полиамида 6 в биг- бегах с полиэтиленовым вкладышем, идущего на изготовление технических полиамидных нитей, текстильных волокон должен быть не более 30 дней с целью недопущения его до увлажнения.

2.4.3 Не рекомендуется потребителям при производстве волокон смешивать гранулят полиамида 6 с разных производственных линий и производителей. *(Изв. № 3)*

3 Требования безопасности

3.1 Полиамид 6 в гранулах не является токсичным продуктом и при нормальных условиях не оказывает вредного воздействия на организм человека.

По ГОСТ 12.007 гранулы полиамида 6 относятся к умеренно опасным веществам.

3.2 При производстве и применении полиамида 6 возможна миграция в воздух рабочей зоны вредных веществ, концентрации которых в соответствии с ГН 2.2.5.1313 не должны превышать ПДК, указанных в таблице 3.

Таблица 3

Но-мер	Вредные вещества	ПДК в воз-духе рабочей зоны, мг/м ³	Класс опасности	Механизм действия
1	Поли (гексагидро-2Н-азепин-2-он) (поли- ε - капролактам)	-/5	3	Не обладает раздражающим действием на кожу, слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей, кожно-резорбтивное действие отсутствует, фиброгенное действие присутствует. Кумулятивное действие слабое.

Но-мер	Вредные вещества	ПДК в воз-духе рабочей зоны, мг/м ³	Класс опасности	Механизм действия
2	Гексагидро-2Н-азепин-2-он (ε -капролактама)	10	3	Обладает раздражающим действием на кожу и слизистые оболочки глаз. Сенсибилизирующее действие присутствует. Кумулятивное действие умеренное.
3	Аммиак	20	4	Присутствует раздражающее действие на органы дыхания, кожу и слизистые оболочки глаз. Выражено кожно-резорбтивное действие.

3.3 Определение содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны необходимо проводить по методическим указаниям, утвержденным Минздравом РФ.

3.4 При температуре выше 300 °С полиамид 6 разлагается с выделением аммиака, окиси углерода и двуокиси углерода.

3.4.1 Окись углерода вызывает удушье, оказывает угнетающее действие на центральную и периферическую нервную систему, вызывает образование в крови метгемоглобина. Вызывает жжение кожи, слабость, страх, головокружение, шум в ушах, тошноту.

3.4.2 Меры первой помощи при отравлении окисью углерода – вывести пострадавшего на свежий воздух, дать выпить крепкого чая, дать нюхать нашатырный спирт. При потере сознания или прекращении дыхания – делать искусственное дыхание.

3.4.3 Опасность диоксида углерода для человека обусловлена возможностью скапливаться в слабопрветриваемых помещениях, емкостном оборудовании, заниженных местах, так как она в 1,5 раза тяжелее воздуха. При этом снижается объемная доля кислорода в воздухе, что может вызвать явление кислородной недостаточности и удушья. *(Изм. № 6)*

3.4.4 Меры первой помощи при воздействии двуокиси углерода - вывести пострадавшего на свежий воздух, при прекращении дыхания – делать искусственное дыхание.

3.4.5 Аммиак вызывает сильное раздражение верхних дыхательных путей, слизистых глаз и кожи.

3.4.6 Меры первой помощи при отравлении аммиаком ингаляционным путем (при вдыхании) – свежий воздух, вдыхание теплых водяных паров с добавлением уксуса или несколько кристаллов лимонной кислоты, покой, тепло, чистая одежда.

3.4.7 Во всех случаях при необходимости вызвать врача.

3.5 При изготовлении, применении и переработки полиамида 6 необходимо соблюдать требования СП 2.2.2.1327-03, СП 4783-88 и ГОСТ 12.3.030.

3.6 Производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной и местной вытяжной вентиляцией, технологическое оборудование и трубопроводы герметичны.

3.7 Полиамид 6 в соответствии с ГОСТ 12.1.044 относится к группе горючих материалов. Показатели пожарной опасности полиамида 6 и продуктов разложения приведены в таблице 4.

Таблица 4

Но-мер	Наименование вещества	Группа горючести	Температура само-воспламенения, °С	Область воспламенения, % об.
1	Капролактам	горючий	440 (аэровзвесь)	более 1,3
2	Аммиак	горючий	650	15,0-28,0
3	Окись углерода	горючий	610	12,5-74
4	Двуокись углерода	негорючий	–	–
5	Аэрозоль полиамида 6	горючий	440	–

3.8 Температура воспламенения полиамида 6 395 °С; нижний концентрационный предел распространения пламени 32 г/м³.

3.9 Для тушения полиамида 6 применяют тонкораспыленную воду, пенный и углекислотный огнетушители.

3.10 Для защиты от токсических продуктов, образующихся в условиях пожара, применяют изолирующие противогазы марки ДОТ 600 или аналог (*Изм. № 6*)

3.11 Для обеспечения пожаровзрывобезопасности производства полиамида 6 должны соблюдаться требования безопасности согласно ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.044 и ГОСТ 12.1.018.

3.12 Лица, занятые в производстве и применении полиамида 6 должны проходить предварительные при поступлении и периодические медицинские осмотры в соответствии с действующим законодательством.

3.13 Весь персонал, занятый в процессе производства полиамида 6, должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты: фильтрующим противогазом марки ДОТ 600 или аналог (*Изм. № 6*) по ГОСТ 12.4.121, спецодеждой по ГОСТ 27653 и ГОСТ 27651, согласно типовым отраслевым нормам, спецобувью по ГОСТ 12.4.024, очками защитными по ГОСТ Р 12.4.230.1-2007 (*Изм. № 5*), рукавицами по ГОСТ 12.4.010. (*Изм. № 1*)

4 Требования охраны окружающей среды

4.1 Полиамид 6 не оказывает вредного влияния на окружающую среду (стабилен, химически инертен, не растворим в воде, не влияет на качество грунтовых и поверхностных вод), обладает биохимической стойкостью.

4.2 При производстве и применении полиамида 6 возможна миграция в атмосферный воздух населенных мест вредных веществ, ПДК которых в соответствии с ГН 2.1.6.1338 составляет макс.раз./сред.сут.: гексагидро-2Н-азепин-2-он (ε -капролактам) - 0,06 мг/м³, аммиак - 0,2/0,04 мг/м³.

4.3 В целях охраны окружающей среды при производстве и применении полиамида 6 необходимо соблюдать требования СанПиН 1.2.6.1032.

4.4 Предельно допустимые концентрации химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования в соответствии с ГН 2.1.5.1315 составляют: гексагидро-2Н-азепин-2-он (ε -капролактам) 1 мг/л, аммиак - 1,5 мг/л.

4.5 Производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной и местной вентиляцией в соответствии с требованием ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.4.021 Технологическое оборудование и трубопроводы герметичны.

4.6 Воздух производственных помещений, поступающий в систему вентиляции, должен проходить очистку.

	ТО	ТУ 2224-038-00205311-08 «Полиамид 6» (с извещениями № 1-3, изменениями № 4-6)	Страница 9 Всего страниц 22
---	----	---	--------------------------------

4.7 За системой промышленной вентиляции, состоянием воздушной среды и микроклиматом производственных помещений, должна вести контроль санитарная лаборатория и вентиляционная служба предприятия, согласно ежегодного графика утвержденного в установленном порядке.

4.8 Твердые отходы полиамида 6 реализуют потребителю по нормативной документации на отходы, утвержденной в установленном порядке

4.9 Отходы упаковочного материала направляют на промышленную свалку твердых отходов.

5 Правила приемки

5.1 Полиамид 6 поставляется партиями. Партией считают количество одновременно предъявленного однородного по качеству продукта, полученного по одному технологическому процессу и оформленного одним документом о качестве. Масса партии должна быть не более сменной выработки и не менее 3-х упаковочных единиц. *(Изв. № 1)* Допускается отгрузка продукции из одной партии в две и более транспортные единицы. В этом случае на каждую отгруженную часть партии выписывается отдельный документ о качестве.

5.2 Каждая партия должна сопровождаться документом, удостоверяющим ее качество, с указанием:

- наименования или товарного знака предприятия изготовителя;
- наименования продукта;
- порядкового номера партии, номера места и даты ее изготовления;
- вес нетто;
- результатов физико-химических испытаний;

должность и фамилия ответственного лица и контактный телефон, штамп отдела технического контроля; *(Изв. № 2)*

- обозначения настоящих технических условий.

5.3 Для контроля качества полиамида 6 на соответствие его показателей требованиям настоящего стандарта от партии отбирают не менее 10 % единиц упаковки, а при малых партиях не менее 3-х упаковочных единиц.

5.4 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей (*кроме показателя «Внешний вид и цвет»*), по нему проводят повторные испытания пробы, отобранной от удвоенного количества единиц упаковки. Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию. *(Изм. № 6)*

5.5 Допускается отбор проб осуществлять в процессе упаковки продукции в биг-беги. В этом случае отбор проб производится из загрузочного бункера в начале, в середине и конце затарки партии.

6 Методы испытаний

6.1 Для проведения испытаний полиамида 6 из отобранных по п.5.3. единиц упаковки отбирают равные пробы в количестве 0,3 кг.

Отбор производится с помощью шупа или совка. Разовые пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают, доводят массу средней пробы до 1 кг. От средней пробы отбирается аналитическая проба массой около 200 г.

6.2 Отобранная аналитическая проба сопровождается этикеткой с обозначением:
наименование предприятия-изготовителя;



наименование продукта;
номера партии и даты отбора пробы.

6.3 Определение внешнего вида и цвета

Внешний вид и цвет продукта определяют визуально, сравнением со стандартным образцом. За стандартный образец принимают пробу полиамида 6, имеющую индекс желтизны не более -5. *(Изм. № 2)*

6.4 Определение относительной вязкости

Определение относительной вязкости проводят по Методике СТО МПА 6017-02 *(Изм. № 6)*

6.5 Определение массовой доли экстрагируемых веществ

Определение массовой доли экстрагируемых веществ проводят по Методике МПА 6017-01. *(Изм. № 6)*

6.6 Определение массовой доли влаги

Массовую долю влаги в полиамиде 6 определяют кулонометрическим методом по ISO 15512 (метод В).

Допускается массовую долю влаги определять гравиметрическим методом по ГОСТ 14870, раздел 3 со следующим дополнением:

- масса анализируемой пробы (8-10) г;
- температура сушки (125 ± 5) °С;
- время сушки $(2,0 \pm 0,1)$ час.

6.7 Определение температуры плавления

Температуру плавления определяют капиллярным методом по ГОСТ 18995.4-73 на приборе ПТП. За температуру плавления полиамида 6 принимается температура начала плавления (первое появление жидкой фазы, образующей мениск).

Допускается определять температуру плавления с помощью автоматических приборов согласно руководству по эксплуатации. *(Изм. № 6)*

6.8 Методика измерений количества гранул полимера гравиметрическим методом *(Изм. № 6)*

Метод основан на измерении массы 100 штук гранул полимера и расчете количества гранул в 1 г полимера.

6.8.1 Приписанные характеристики погрешности измерения

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения, с вероятностью 0,95, не должны превышать ± 2 шт.

6.8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерения должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, приведенные в таблице 7.

Таблица 7

Наименование, тип, марка	Основные характеристики
Весы лабораторные ALC-1100 d2	класс точности II
Форма пластиковая размером 72 * 79 * 4 мм	количество ячеек – 100 шт. диаметр ячеек 2,5 мм
Кисточка	-
Пластина	-

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

6.8.3 Подготовка к выполнению измерений

6.8.3.1 Отбор проб производят в пластиковые пробирки с плотно закрывающейся крышкой.

6.8.3.2 Подготовка пластиковой формы к взвешиванию

Форму очищают кисточкой от пыли после каждого анализа, периодически моют и сушат при температуре не более 60 °С.

6.8.4 Выполнение измерений

Пластиковую форму заполняют гранулами полимера. Затем пластиной убирают избыточный материал. Форму с продуктом взвешивают с точностью до второго десятичного знака.

Выполняют два параллельных измерения.

6.8.5 Обработка результатов измерений

Количество гранул в 1 г полимера (X, шт.) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{100 \cdot 1}{m_1 - m_0} = \frac{100}{m_1 - m_0} \quad (1)$$

где: m_0 - масса пустой формы, г;

m_1 - масса формы с гранулами полимера, г;

100 - количество гранул полимера в форме, шт.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, если абсолютное расхождение между ними не превышает 2 штуки.

6.8.6 Оформление результатов измерений

Результат измерений (X, шт.) представляют в виде:

$$(X_{cp} \pm \Delta) \text{ шт. при } P=0,95 \quad (2)$$

где: X_{cp} - результат измерений, полученный в соответствии с данной методикой;

Δ - показатель точности

Результаты измерений записывают с указанием целых чисел.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Полиамид 6, упакованный согласно требованиям изложенных в разделе 2.2 «Упаковка» транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта и техническими условиями погрузки и крепления грузов.



7.2 При перевозке железнодорожным транспортом полиамид 6 транспортируют повагонными отправками.

7.3 Автомобильным и воздушным транспортом полиамид 6 транспортируют в мягких контейнерах или мелкими отправлениями.

7.4 При автомобильных перевозках код экстренных мер (КЭМ) не требуется.

7.5 Хранят полиамид 6 в таре, указанной в разделе **2.2 «Упаковка»**, в крытом сухом складском помещении на расстоянии не менее 1 метра от отопительных приборов.

7.6 Для кратковременного хранения нагруженные контейнеры размещаются как на складах, так и на открытых площадках. Открытые площадки должны иметь твердое покрытие со стоком воды

7.7 При хранении нагруженных контейнеров на открытых площадках нижний ряд необходимо размещать на поддонах или деревянных настилах.

7.8 При длительном хранении нагруженных контейнеров на открытых площадках необходимо укрывать мягкие контейнеры брезентом или черной полиэтиленовой пленкой.

8 Гарантии изготовителя

8.1 Изготовитель гарантирует соответствие полиамида 6 требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения продукта.

8.2 Гарантийный срок хранения полиамида 6 один год с даты изготовления.

8.3 Срок долговременного хранения полиамида 6 в таре изготовителя в закрытом складском помещении температура от 5 до 35 °С, относительной влажности воздуха не более 85 %, отсутствие агрессивных веществ, составляет 12-15 лет с сохранением основных свойств на 80 %.

8.4 Под действием влаги полиамид 6 не меняет показателей, указанных в таблице 1, кроме массовой доли влаги. Увеличение массовой доли влаги при транспортировании и хранении не является причиной бракования продукта, так как он является гигроскопичным материалом. Перед переработкой его следует подсушить до массовой доли влаги, указанной в таблице 1.

9 Нормативные ссылки

ГОСТ 8.579-2002	Требования к количеству упакованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте (<i>Изм. № 5</i>)
ГОСТ 12.1.004	Пожарная безопасность. Общие требования
ГОСТ 12.1.007	Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.4.121	Противогазы промышленные фильтрующие.
ГОСТ 12.1.044	Пожаровзрывоопасность веществ и материалов.
ГОСТ 12.3.030	Переработка пластических масс. Требования безопасности
ГОСТ 12.4.010	Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные
ГОСТ 12.4.024	Обувь специальная виброзащитная. Общие технические требования
ГОСТ 12.4.230.1-2007	"Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования". (<i>Изм. № 5</i>)
ГОСТ 1770	(ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.
ИСО 307	Пластмассы – Полиамид – Определение относительной вязкости
ИСО 3105	
ГОСТ 3118	(СТ СЭВ 4276-83) Реактивы. Кислота соляная.

ISO 15512	
ГОСТ 4204	(СТ СЭВ 3856-82) Реактивы. Кислота серная.
ГОСТ 4220	Калий двухромово-кислый.
ГОСТ 6709	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 10028	Вискозиметры капиллярные стеклянные.
ГОСТ 11035.1	(ИСО 60-77) Пластмассы. Определение насыпной плотности формовочного материала
ГОСТ 14192	Маркировка грузов
ГОСТ 14870	(СТ СЭВ 3686-82; СТ СЭВ 1489-79) Продукты химические. Методы определения воды
ГОСТ 17433	(СТ СЭВ 1704-79) Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
ГОСТ 18249	Пластмассы. Метод определения вязкости разбавленных растворов полимеров
ГОСТ 18300	Спирт этиловый ректифицированный технический.
ГОСТ 18995.4	(СТ СЭВ 2335-80) Продукты химические органические. Метод определения интервала температуры плавления
ГОСТ 14919	Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые.
ГОСТ 19433	Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 25336	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 27651	Костюмы женские для защиты от механических воздействий, воды и щелочей.
ГОСТ 27653	Костюмы мужские для защиты от механических воздействий, воды и щелочей.
ГОСТ 28498-90	Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний <i>(Изм. № 5)</i>
ГОСТ 29169	(ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251	(ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ Р 53228-2008	"Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания". <i>(Изм. № 5)</i>
ТУ 6-09-29-76	Метиленовый голубой
ТУ 16-531-299-71	Шкафы сушильные общелабораторного назначения
ТУ2633-039-44493179-00	Ацетон
ТУ25-1894.003-90	Секундомеры механические
ГН 2.1.6.1338	ПДК загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
ГН 2.2.5.1313	ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны
СП 2.2.2.1327	Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту
СП 4783-88	Санитарные правила для производств синтетических полимерных материалов и предприятий по их переработке
СанПиН 2.1.6.1032-01	Гигиенические требования к обеспечению качества атмосферного воздуха населенных мест <i>(Изм. № 6)</i>
Методика	СТО ПОЛИАМИД 6. Методика (метод) измерений относительной



МПА 6017-02	вязкости методом капиллярной вискозиметрии
Методика МПА 6017-01	Методика измерений массовой доли экстрагируемых веществ в полиамиде 6 гравиметрическим методом
ТУ 6-09-40-3245-90	Фенол синтетический для медицинских целей. Чистый для анализа. Технические условия.
ТУ 2638-002-22671692-2000	Фенолфталеин чда
ТУ 6-09-5360-88	Фенолфталеин
ТУ 6-09-4280-76	Диметиловый желтый.
ГОСТ Р 55878	Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия
ГОСТ 25794.1	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 6995	Реактивы. Метанол-яд. Технические условия
ГОСТ 23519	Фенол синтетический технический. Технические условия

Приложение 1
(обязательное) Исключено (Изм. № 6)

Приложение 2
(справочное)

Настоящее приложение является справочным и предназначено для информирования потребителей о методах определения некоторых показателей качества полиамида 6.

1. Методика выполнения измерений молярной концентрации аминогрупп в полиамиде 6

Метод измерения – титриметрический, основан на взаимодействии аминогрупп с раствором соляной кислоты в присутствии смешанного индикатора. Полиамид 6 предварительно растворяют в фенольно-этанольном растворе.

1.1 Приписанные характеристики погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Настоящая методика количественного химического анализа обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью $\pm 0,03 \cdot X_{\text{ср}}$ в диапазоне от 20 до 70 ммоль/кг. (Изм. № 6)

1.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы
При выполнении измерения должны быть применены средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, приведенные в таблице П.1.

Таблица П.1 (Изм. № 6)

Наименование, тип, марка	ГОСТ, ТУ или обозначение	Основные характеристики
Весы лабораторные аналитические Меттлер Толодо АВ-204S	-	Пределы допускаемой погрешности $\pm 0,0006$ г
Весы лабораторные общего назначения ВЛТЭ-2200	ГОСТ Р 53228	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,15$ г
Бюретка 1-3-2-10-0,05	ГОСТ 29251	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,05$ см ³
Пипетка 2-2-20	ГОСТ 29169	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,06$ см ³
Колба мерная 2-100-2	ГОСТ 1770	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,20$ см ³
Цилиндры 1-100-2	ГОСТ 1770	Предел допускаемой погрешности $\pm 1,00$ см ³
Колбы Кн 1-100-14/23 ХС	ГОСТ 25336	-
Баня водяная	-	-
Склянка темная с широким горлом вместимостью 1дм ³	-	-
Стакан Н-1-250 ТХС	ГОСТ 25336	-
Соляная кислота	ГОСТ 3118	х.ч., раствор с молярной концентрацией $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм ³ ; приготовление по ГОСТ 25794.1
Метиленовый голубой	ТУ 6-09-29-76	ч.д.а.

	ТО	Технические условия «Полиамид 6» 2224-038-00205311-08 (с извещениями №1-3, изменениями № 4, 5)	Страница 16 Всего страниц 22
---	----	--	---------------------------------

Метиловый желтый	ТУ 6-09-4280-76	ч.д.а.
Фенол или фенол синтетический технический	ТУ6-09-40-3245-90 ГОСТ 23519	ч.д.а. марка А
ε-аминокапроновая кислота	-	Импортный, по каталогу Aldridch
Спирт этиловый технический	ГОСТ Р 55878	Сорт «экстра» или высший
<i>Примечание: Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками</i>		

Примечание:

1. Все средства измерений должны быть поверены в соответствии с нормативными документами по поверке.
2. Перечисленные средства измерений, контроля, реактивы и материалы могут быть заменены любыми другими, гарантирующими требуемую точность измерений.

1.3 Подготовка к выполнению измерений

1.3.1 Приготовление смешанного индикатора: навески метиленового голубого массой 0,05 г и метилового желтого массой 0,05 г растворяют в 100 см³ этилового спирта. Срок хранения раствора – 1 год. *(Изм. № 6)*

1.3.2 Приготовление растворителя – смеси из 3-х весовых долей фенола и 1 весовой доли этанола.

1.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $C(\text{HCl}) = 0,02$ моль/дм³
20 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, стандартизованного по ε-аминокапроновой кислоте, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор используют свежеприготовленный. Для расчетов используют коэффициент поправки раствора $C(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³. *(Изм. № 6)*

1.4 Выполнение измерений

Навеску полиамида 6 массой 1,5 г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ фенольно-этанольной смеси и растворяют при перемешивании. Для быстрого растворения пробу допускается при перемешивании нагревать до 50 °С.

В колбу добавляют 5 капель смешанного индикатора и титруют раствором соляной кислоты с молярной концентрацией $C(\text{HCl})=0,02$ моль/дм³ до перехода окраски от зеленой в фиолетовую (через серую).

Для титрования холостой пробы берут 20 см³ фенольно-этанольной смеси.

1.5 Обработка результатов измерений

Молярную концентрацию аминогрупп (X_{NH_2} , ммоль/кг) рассчитывают по формуле:

$$X_{\text{NH}_2} = \frac{(V_{\text{раб}} - V_{\text{хол}}) \cdot 0,02 \cdot K \cdot 1000}{m},$$

где: $V_{\text{раб}}$ - объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $C(\text{HCl})=0,02$ моль/дм³, пошедший на титрование рабочей пробы, см³;
 $V_{\text{хол}}$ - объем раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $C(\text{HCl})=0,02$ моль/дм³, пошедший на титрование холостой пробы, см³;
0,02 - молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³;
 K - коэффициент поправки раствора соляной кислоты с молярной концентрацией $C(\text{HCl})=0,02$ моль/дм³;
 m - масса навески анализируемой пробы, г .

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, если абсолютное расхождение между ними не превышает значения $0,019 \cdot X_{\text{ср}}$ (*Изм. № 6*)

Абсолютное расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях не должно превышать $0,035 \cdot X_{\text{ср}}$ (*Изм. № 6*)

Результаты измерений записывают с указанием целых чисел.

2 Методика выполнения измерений молярной концентрации карбоксильных групп в полиамиде 6

Определяемое с помощью данного метода содержание карбоксильных концевых групп соответствует кислотным эквивалентам, которые титруют раствором гидроксида калия в присутствии фенолфталеина. ПА-6 предварительно растворяют в бензиловом спирте при кипячении в токе азота.

2.1 Приписанные характеристики погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Настоящая методика количественного химического анализа обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью $\pm 0,056 \cdot X_{\text{ср}}$ в диапазоне от 30 до 100 ммоль/кг. (*Изм. № 6*)

2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерения должны быть применены средства измерения, вспомогательные устройства, материалы и реактивы, приведенные в таблице П.2.

Таблица П.2

Наименование, тип, марка	ГОСТ, ТУ или обозначение	Основные характеристики
Весы лабораторные аналитические Меттлер Толодо АВ-204S		Пределы допускаемой погрешности $\pm 0,0006$ г
Весы лабораторные микрокомпьютерные ВЛМК-550 г	ГОСТ Р 53228-2008 (<i>Изм. № 5</i>)	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,02$ г
Бюретка 1-3-2-10-0,05	ГОСТ 29251	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,05$ см ³
Пипетка 2-2-2-5	ГОСТ 29169	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,05$ см ³
Колба мерная 2-250-2	ГОСТ 1770	Предел допускаемой погрешности $\pm 0,3$ см ³
Цилиндры 1-25-2 1-50-2	ГОСТ 1770 (<i>Изм. № 6</i>)	Пределы допускаемой погрешности $\pm 0,50$ см ³ $\pm 1,00$ см ³

	ТО	Технические условия «Полиамид 6» 2224-038-00205311-08 (с извещениями №1-3, изменениями № 4, 5)	Страница 18 Всего страниц 22
---	----	--	---------------------------------

2-50-2 (Изм. № 6)		$\pm 1,00 \text{ см}^3$ (Изм. № 6)
Колба Кн 1-100-24/29 ХС	ГОСТ 25336	
Колбонагреватель		
Стакан Н-1-50 ТХС	ГОСТ 25336	
Колба К-1-100-14/23 ТС	ГОСТ 25336	
Холодильник ХШ-1-100-14/23 ХС	ГОСТ 25336	
Бензиловый спирт		Импортный, по каталогу Aldrich
Калия гидроокись	ГОСТ 24363 (СТ СЭВ 1439)	хч
Серная кислота	ГОСТ 4204-77	раствор с молярной концентрацией $C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0,1 \text{ моль/дм}^3$; приготовление по ГОСТ 25794.1 или из фиксанала
Этиленгликоль		Импортный, по каталогу Aldrich
Фенолфталеин (Изм. № 6)	ТУ 2638-002-22671692-2000 ТУ 6-09-5360-88 (Изм. № 6)	ч.д.а (Изм. № 6)
Метанол (Изм. № 6)	ГОСТ 6995 (Изм. № 6)	ч.д.а (Изм. № 6)
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709	

Примечание:

1. Все средства измерений должны быть поверены в соответствии с нормативными документами по поверке
2. Перечисленные средства измерений, контроля, реактивы и материалы могут быть заменены любыми другими, гарантирующими требуемую точность измерений.

2.3 Подготовка к выполнению измерений

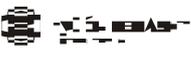
2.3.1 Приготовление индикатора 1 % раствор фенолфталеина в этиленгликоле.
0,25 г фенолфталеина растворяют в 24,75 г этиленгликоля, перемешивая при нагревании до получения прозрачного раствора.

2.3.2 Приготовление раствора гидроокиси калия в метаноле с молярной концентрацией $C(\text{KOH})=0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Гидроокись калия массой 1,6 г взвешивают с точностью до второго десятичного знака, помещают в цилиндр, заливают 25 см³ метанола и закрывают цилиндр пробкой. После отстаивания в течение 24 ч раствор декантируют в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки этиленгликолем, перемешивают. Определение коэффициента поправки приготовленного раствора проводят по раствору серной кислоты с молярной концентрацией $C(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0,1 \text{ моль/дм}^3$ ($K=1,000$) и фенолфталеину, приготовленному по п. 2.3.1.

Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 3-х недель.

2.4 Пробу полиамида 6 массой 1,5 г взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 100 см³, добавляют 25 см³ бензинового спирта, фарфоровые кипелки. Присоединяют обратный холодильник с насадкой, через которую подают ток азота (содержание кислорода в азоте н/б 10 ppm) с

	ТО	Технические условия «Полиамид 6» 2224-038-00205311-08 (с извещениями №1-3, изменениями № 4, 5)	Страница 19 Всего страниц 22
---	----	--	---------------------------------

небольшим избыточным давлением и продувают в течение 30 мин. После этого установку помещают в нагретый колбонагреватель и кипятят до полного растворения пробы 20-30 минут.

Колбу с растворенной пробой снимают с колбонагревателя, надев на руку перчатку, в горячий раствор добавляют 4 капли индикатора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси калия с молярной концентрацией $C(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ до появления розового окрашивания.

Контрольный раствор готовят следующим образом:

25 см³ бензилового спирта вносят в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 100 см³ и проводят через все операции, что и рабочую пробу. *(Изм. № 6)*

2.5 Обработка результатов измерений.

Молярную концентрацию карбоксильных групп в полиамиде 6 (X_{COOH} , ммоль/кг) рассчитывают по формуле:

$$X_{\text{COOH}} = \frac{(V_{\text{раб}} - V_{\text{хол}}) \cdot C \cdot K \cdot 1000}{m},$$

где: $V_{\text{раб}}$ - объем раствора гидроокиси калия с молярной концентрацией $C(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³, пошедший на титрование рабочей пробы, см³;

$V_{\text{хол}}$ - объем раствора гидроокиси калия с молярной концентрацией $C(\text{KOH})=0,1$ моль/дм³, пошедший на титрование холостой пробы, см³;

C - молярная концентрация раствора гидроокиси калия, моль/дм³;

K - коэффициент поправки раствора гидроокиси калия с молярной концентрацией $C(\text{KOH})=0,1$ моль/дм³;

m – масса навески анализируемой пробы, г .

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, если абсолютное расхождение между ними не превышает значения $0,03 \cdot X_{\text{ср}}$. *(Изм. № 6)*

Абсолютное расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях не должно превышать $0,06 \cdot X_{\text{ср}}$. *(Изм. № 6)*

Результаты измерений записывают с указанием целых чисел.

3. Методика выполнения измерения плотности полиамида 6

Сущность флотационного метода заключается в сравнении плотности гранул полиамида 6 с плотностью рабочей жидкости в момент перехода образца во взвешенное состояние. В качестве рабочей жидкости используют смесь четыреххлористого углерода и циклогексана (или изогексана).

3.1 Приписанные характеристики погрешности измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Настоящая методика количественного химического анализа обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью $\pm 0,003$ г /см³ в диапазоне от 1,120 до 1,150 г /см³ *(Изм. № 6)*

3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

	ТО	Технические условия «Полиамид 6» 2224-038-00205311-08 (с извещениями №1-3, изменениями № 4, 5)	Страница 20 Всего страниц 22
---	----	--	---------------------------------

При выполнении измерения должны быть применены средства измерения, вспомогательные устройства, материалы и реактивы, приведенные в таблице П.3.

Таблица П.3

Наименование, тип, марка	ГОСТ, ТУ или обозначение	Основные характеристики
Весы лабораторные аналитические Меттлер Толодо АВ-204S с приставкой для гидростатического взвешивания ME-33360, ME-210260		Пределы допускаемой погрешности $\pm 0,0006$ г
Термометр 0-50 °С	ГОСТ 28498-90 (<i>Изм. № 5</i>)	Цена деления 0,5 °С
Ареометр АОН-1 с диапазоном измерения 1060-1120 кг/м ³	ГОСТ18481	Пределы допускаемой погрешности ± 1 кг/ м ³
Пипетки 1-2-2-10	ГОСТ 29169	Пределы допускаемой погрешности $\pm 0,04$ см ³
Цилиндр 1-100	ГОСТ 1770	Пределы допускаемой погрешности $\pm 1,00$ см ³
Стакан В-1-250 ТХС	ГОСТ 25336	
Стеклянная палочка (<i>Изм. № 6</i>)	- (<i>Изм. № 6</i>)	длина ~ 15 см; диаметр ~ 3 мм (<i>Изм. № 6</i>)
Пинцет		
Четыреххлористый углерод	ГОСТ 20282	ч., $\rho = 1,59$ г/см ³
Циклогексан или изогексан (2-метилпентан)	ГОСТ 14198 Merck 1.04333 CAS:107-83-5	$\rho = 0,78$ г/см ³ (20 °С) $\rho = 0,65$ г/см ³

Примечание:

1 Все средства измерений должны быть проверены в соответствии с нормативно-техническими документами по поверке.

2 Перечисленные средства измерений, контроля, реактивы и материалы могут быть заменены любыми другими, гарантирующими требуемую точность измерений.

3.3 Подготовка к выполнению измерений

3.3.1 Приготовление смеси четыреххлористого углерода и циклогексана

Для приготовления 200 см³ смеси четыреххлористый углерод и циклогексан смешивают в равных объемах. Полученная смесь должна иметь плотность ок. 1,10 г/см³ (определяется с помощью ареометра при температуре смеси от 20 до 25 °С). Смесь хранят в плотно закрытой бутылки из темного стекла и используют многократно.

3.3.2 Подготовку весов для гидростатического взвешивания проводят в соответствии с руководством по эксплуатации (*Изм. № 6*)

3.4 Выполнение измерений

В стакан наливают ок. 200 см³ смеси четыреххлористого углерода и циклогексана с плотностью ок. 1,10 г/см³ и температурой от 20 до 25 °С. Затем опускают 5 гранул полиамида 6 и смесь помешивают стеклянной палочкой, чтобы с поверхности гранул исчезли пузырьки воздуха. Если гранулы плавают на поверхности смеси, необходимо, помешивая смесь, добавлять циклогексан, пока гранулы не осядут на дно стакана. Далее добавляют по каплям, помешивая, четыреххлористый углерод, пока первая гранула не будет свободно плавать в смеси. Всплывшую гранулу извлекают пинцетом, после чего на весах с

	ТО	Технические условия «Полиамид 6» 2224-038-00205311-08 (с извещениями №1-3, изменениями № 4, 5)	Страница 21 Всего страниц 22
---	----	--	---------------------------------

приставкой для гидростатического взвешивания измеряют плотность смеси, которая в соответствии с руководством по эксплуатации, будет равна плотности гранулы» (Изм. № 6)

Затем по каплям продолжают добавлять четыреххлористый углерод и таким же способом определяют плотность всех 5 гранул. Если гранулы всплывают одновременно, то записывают одинаковое значение плотности для этих гранул. Если разброс значений плотности значителен, то проводят измерение 5 новых гранул.

Из измеренных значений отбрасывают наиболее резко выделяющиеся значения. Эта селективная процедура проводится для того, чтобы исключить из анализа гранулы с посторонними включениями, особенно с пузырьками воздуха.

3.5 Обработка результатов измерений

Плотность полиамида 6 ($\rho_{\text{па}}$, г/см³) рассчитывают по формуле:

$$\rho_{\text{па}} = (\rho_1 + \rho_2 + \dots + \rho_n) / n,$$

где: $\rho_1; \dots; \rho_n$ - плотность смеси, г/см³

n - количество гранул, использованных для расчета плотности.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое n результатов измерений, если абсолютное расхождение между максимальным и минимальным значениями плотностей не превышает 0,004 г/см³

Результаты измерений записывают с указанием двух знаков после запятой. (Изм. № 6)

