

Открытое акционерное общество «Полифлок»

ОКП 22 1639

Группа Л 27

УТВЕРЖДАЮ:

Генеральный директор ОАО  
«Полифлок»

И.В.Самарина  
«09» ноября 2015 г.



ОКП 22 1639

ПОЛИМЕРЫ АКРИЛАМИДА ПОЛИФЛОК  
ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ  
ТУ 2414-002-74301823-2007  
(с изменениями от 09.11.2015г.)

A

Литера ТУ

Дата введения с 20 февраля 2007г

Главный инженер ОАО «Полифлок»

Н.А.Устюжанина  
«09» ноября 2015 г.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Федеральное бюджетное учреждение "Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в Кемеровской области"
зарегистрировано <u>23.11.2015</u>
за № <u>003202</u>

Ленинск – Кузнецкий  
2015 г.

Настоящие технические условия распространяются на полимеры акриламида ПОЛИФЛОК (далее по тексту ПОЛИФЛОК), предназначенные для флокуляции в горнохимической, угольной, нефтедобывающей промышленности, черной и цветной металлургии, для очистки воды в хозяйственно-питьевом водоснабжении, для осветления сусла и виноматериалов, для предприятий целлюлозно – бумажной, текстильной и строительной отраслей промышленности.

ПОЛИФЛОК изготавливается в следующих формах:

- гелеобразный вязкий раствор полимера
- гранулированный сухой полимер

Обозначения:

Полифлок X-YY-ZZ, где

X - тип ионной активности: А – анионоактивный, Н - неионогенный

YY - 05 – 25 – молекулярная масса (миллион у.е.)

ZZ - 00 – 90 – степень гидролиза

По внешнему виду ПОЛИФЛОК (далее по тексту ПОЛИФЛОК(Р)) представляет собой бесцветную или от светло-желтого до голубого или зелёного цвета гелеобразную вязкую массу.

ПОЛИФЛОК (Р) получают полимеризацией акриламида, синтезированного на биокатализаторе или в щелочном водном растворе с использованием системы окислительно-восстановительных инициаторов.

Пример условного обозначения продукта при его заказе:

ПОЛИФЛОК (Р) А-0605 ТУ 2414-002-74301823-2007, гель анионоактивного флокулянта, молекулярная масса 6 миллионов .у.е., степень гидролиза – 5%.

Гранулированный ПОЛИФЛОК (далее по тексту ПОЛИФЛОК(С)) представляет собой водорастворимый кристаллический порошок белого цвета с размером частиц не более 1,4 мм, плотностью 1150 – 1200 кг/м<sup>3</sup>, насыпной массой – 600 – 800 кг/м<sup>3</sup>.

ПОЛИФЛОК (С) получают из концентрированного раствора полиакриламида с последующей переработкой в сухой порошкообразный полимер.

Пример условного обозначения продукта при его заказе:

ПОЛИФЛОК (С) А – 1515 ТУ 2414-002-74301823-2007; порошок анионоактивного флокулянта в сухой форме, молекулярная масса 15 миллионов у.е., степень гидролиза – 15%.

Производство ПОЛИФЛОК – безотходное.

Полимеры акриламида ПОЛИФЛОК не подлежат обязательной сертификации и декларированию.

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1 ПОЛИФЛОК должен соответствовать требованиям настоящих технических условий и изготавливаться по технологическому регламенту, разработанному и утвержденному в установленном порядке.

1.2 ПОЛИФЛОК(Р) изготавливают двух марок:

- водный – гель, синтезированный на биокатализаторе;
- аммиачный – гель, полученный при нейтрализации омыленного раствора аммиачной водой.

1.3 ПОЛИФЛОК(Р) должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма для марок				Метод анализа
	H-0600 водный	A-0605 водный	A-0305 амми- ачный	водный	
Код ОКП	22 1639	22 1639	22 1639	22 1639	
1. Массовая доля нелетучих веществ, %, не менее	6	6	—	6	По п.4.4.2
2. Массовая доля основного вещества, %, не менее	—	—	6	—	По п.4.5
3. Кинематическая вязкость раствора поликариламида с массовой долей 0,25% в растворе хлористого натрия с массовой долей 3% при 30 <sup>0</sup> C, мм <sup>2</sup> /с, не менее	4	4	2,2	2-4	По п.4.8
4. Скорость осаждения по оксиду меди, мм/с, не менее	10	8	6	Не нормир.	По п.4.9
5. Массовая доля остаточного акриламида в расчете на 1% основного вещества, %, не более	0,002	0,002	0,002	0,002	По п.4.6.2 П.4.6.3

1.4 ПОЛИФЛОК(С) должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование показателя	Характеристика флокулянта			Метод анализа
Код ОКП	22 1639			
1. Характеристическая вязкость полимера в растворе хлористого натрия с массовой долей 10%, дл/г, не менее	Для $YY > 20$	Для $10 \leq YY \leq 20$	Для $10 < YY$	По п. 4.7
	15	10	5	
2. Скорость осаждения по оксиду меди, мм/с, не менее	Для $YY > 10$	Для $6 \leq YY \leq 10$	Для $YY < 6$	По п.4.9
	10	8	6	
3. Массовая доля нелетучих веществ, %, не менее,	90			По п.4.4.1
4. Массовая доля остаточного акриламида, %, не более	0,02			По п.4.6.1
5. Молярная доля карбоксильных групп (степень гидролиза), %,	$ZZ \pm 3$			По п.4.10

## Примечания.

- Показатель по п.5 таблицы 3 определяет и гарантирует изготовитель.
- ПОЛИФЛОК (С) может поставляться в виде композиции (смеси полимеров, отличающихся по молекулярной массе и степени гидролиза), по показателям качества соответствующей заданной потребителем марке. При заказе композиции после обозначения марки добавляют индекс «К». Пример условного обозначения ПОЛИФЛОК(С) А-0630К, ТУ2414-002074301823-2007
- При использовании ПОЛИФЛОК в нефтедобывающей промышленности показатель по п.5 Таблицы 3 не определяется.

## 1.5 Упаковка, маркировка

1.5.1 ПОЛИФЛОК (С) упаковывают в полипропиленовые мешки по ГОСТ 30090 с полиэтиленовым вкладышем по ГОСТ 12302, или по ТУ 6-52-18-90. Допускается полипропиленовые мешки прошивать вместе с полиэтиленовым вкладышем. Масса мешка должна быть 25 кг, допустимые отклонения массы нетто одной упаковочной единицы  $\pm 3\%$ .

ПОЛИФЛОК (Р) упаковывают в мешки полиэтиленовые по ГОСТ 17811 или мешки-вкладыши пленочные по ТУ 6-52-18, вложенные в картонные наливные барабаны по ГОСТ 17065 или новые деревянные заливные бочки по ГОСТ 8777; в полиэтиленовый мешок по ГОСТ 17811, помещенный в бу-

мажный мешок по ГОСТ2226, с последующим укладыванием в деревянный ящик по ГОСТ 2991.

Допускается упаковка ПОЛИФЛОК(Р) в новые бочки по ГОСТ8777 без вкладыша, полиэтиленовые бочки по ТУ 6-52-22 типа 1 исполнения А с вкладышем и без вкладыша, металлические контейнеры вместимостью от 0,6 до 1,5 т, изготовленные по чертежам заводов-изготовителей; бочки металлические со съемной крышкой с вкладышем и без вкладыша.

Полиэтиленовые мешки и мешки-вкладыши завязывают шпагатом по ГОСТ 17308 или другими материалами, обеспечивающими необходимую прочность вязки.

При упаковывании ПОЛИФЛОК (Р) в полиэтиленовые мешки и картонные навивные барабаны масса нетто должна быть 45 кг, допустимые отклонения массы нетто одной упаковочной единицы  $\pm 3\%$ . При упаковывании ПОЛИФЛОКА в бочки масса нетто должна быть не более 100 кг, допустимые отклонения массы нетто одной упаковочной единицы  $\pm 1,5\%$ .

Погрузка ПОЛИФЛОКА механизирована.

По согласованию с потребителем допускается упаковка продукта в другие виды тары.

1.5.2 Транспортная маркировка - для ПОЛИФЛОК (С) по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги» и следующих дополнительных обозначений:

- наименование предприятия-изготовителя и(или) его товарный знак, адрес;
- наименование продукта, марку;
- номер партии и место;
- массу нетто;
- дату изготовления;
- обозначение настоящих технических условий
- срок хранения

Транспортная маркировка - для ПОЛИФЛОК (Р) по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги» на бумажных мешках и надписи «Не бросать».

На тару наносят следующие обозначения:

- наименование предприятия-изготовителя и(или) его товарный знак, адрес;
- наименование и марку продукта;
- номер партии и место;
- массу нетто;
- дату изготовления;
- обозначение настоящих технических условий.

1.5.3 Маркировку наносят на ярлык, выполненный из бумаги, картона или других материалов, обеспечивающих сохранность маркировки.

1.5.4 Груз не опасен и по ГОСТ 19433 не классифицируется.

## 2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 ПОЛИФЛОК по степени воздействия на организм человека в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к малоопасным веществам (четвертый класс опасности). ПДК 10 мг/м<sup>3</sup>. Обладает слабым раздражающим действием на кожные покровы.

2.2 В соответствии с ГН 2.1.5.1315-03 акриламид, входящий в состав ПОЛИФЛОК, относится к первому классу опасности.

2.3 В соответствии с ГОСТ 12.1.005 ПДК акриламида в воздухе рабочей зоны – 0,2 мг/м<sup>3</sup>, в соответствии с ГН 2.1.5.1315-03 ПДК акриламида в воде водоёмов составляет 0,0001мг/л.

В организм человека акриламид способен попадать через дыхательные пути и неповреждённые кожные покровы. В основном поражает нервную систему, печень, почки. При попадании на кожу рук вызывает раздражающий эффект. При многократном поступлении в организм способен к кумуляции.

2.4 При работе с растворами ПОЛИФЛОК необходимо пользоваться средствами индивидуальной защиты кожи и глаз; защитной спецодеждой по ГОСТ 27574 и ГОСТ 27575, спецобувью, резиновыми перчатками по ГОСТ 20010 и соблюдать обычные меры личной гигиены, а именно – при попадании раствора на кожу, его необходимо смыть водой. Для защиты от пыли ПОЛИФЛОК (С) применяют респиратор типа ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028. По окончании работы рекомендуется принять душ.

2.5 При попадании раствора ПОЛИФЛОК на пол (пол становится скользким) необходимо смыть струёй воды, собрать влажной тряпкой или засыпать песком и собрать совком.

2.6 При хранении и применении ПОЛИФЛОК(Р) марок А 0605 и А0305 может выделяться небольшое количество аммиака, пары которого вызывают раздражение дыхательных путей и слизистых оболочек носа и глаз, поэтому тара должна быть плотно закрыта. При сильном запахе аммиака необходимо проветрить помещение.

ПДК аммиака в воздухе рабочей зоны – 20 мг/м<sup>3</sup> – 4 класс опасности (вещество малоопасное).

2.7 Пожароопасные характеристики ПОЛИФЛОК(С):

- горючее вещество;
- температура тления 290 °C;
- температура самовоспламенения 450 °C;
- пылевоздушные смеси не воспламеняются до концентрации 350г/м<sup>3</sup> при дисперсности порошка менее 200 мкм.

Для тушения горящего продукта применяют тонко-распыленную воду с интенсивностью орошения 0,08 л/см<sup>2</sup>.

ПОЛИФЛОК (Р) не горюч, не взрывоопасен.

2.8 Производственные и лабораторные помещения должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

2.9 Каждый работающий с ПОЛИФЛОК должен пройти обучение безопасным методам труда по ГОСТ 12.0.004, должен быть ознакомлен с действием продукта на организм, обучен методам оказания первой помощи и проходить предварительные при поступлении на работу и периодические медицинские осмотры в соответствии с приказом Минздрава и социального развития РФ №83 от 16.08.2004.

### **3 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ**

3.1 ПОЛИФЛОК (С) принимают партиями. Партией считают любое количество полимера одной марки, однородного по своим показателям качества, сопровождаемое одним документом о качестве, но не более 3000 кг.

Документ о качестве должен содержать следующие данные:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и марку продукта;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- вид тары и количество единиц упаковки в партии;
- обозначение технических условий;
- результаты проведённых испытаний или подтверждение его соответствия требованиям настоящих технических условий.

ПОЛИФЛОК (Р) принимают партиями.

Партией считают количество продукта, полученного за одну технологическую операцию, однородного по своим показателям качества, сопровождаемое одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать следующие данные:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование и марку продукта;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- вид тары и количество единиц упаковки в партии;
- обозначение технических условий;
- результаты проведённых испытаний или подтверждение его соответствия требованиям настоящих технических условий.

3.2 Для проверки качества ПОЛИФЛОК(С) пробу отбирают от 10% мест каждой партии, но не менее чем из трех мест при малых партиях.

Для проверки качества ПОЛИФЛОК (Р) отбирают пробы от 3% мест каждой партии, но не менее, чем от трех мест при малых партиях. При упаковке раствора полиакриламида в контейнеры точечные пробы отбирают из двух контейнеров при общем числе контейнеров в партии не более 10. Допускается производить отбор проб из каждого полимеризатора в начале, середине и в конце слива продукта.

3.3 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторные испытания пробы по этому показателю от удвоенной выборки, взятой от той же партии.

3.4 Результаты повторного анализа являются окончательными и распространяются на всю партию.

#### 4 МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1 Точечные пробы ПОЛИФЛОК(С) отбирают по п. 1.5 ГОСТ 21560.0.

Точечные пробы из мешка отбирают щелевидным пробоотборником или аналогичным средством, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава при отборе. Пробы отбирают при горизонтальном положении мешка, погружая пробоотборник на 2/3 длины мешка по двум диагоналям. Точечные пробы объединяют, перемешивают и сокращают до получения средней пробы массой не менее 200 г.

Допускается ручное сокращение объединенной пробы способом последовательного квартования, которое проводится на гладкой поверхности в закрытом помещении.

Среднюю пробу помещают в чистую сухую банку с притертой или зачинчивающейся пробкой или полиэтиленовый мешок, который завязывают и маркируют, указывая наименование продукта, марку, номер партии, обозначение технических условий, дату отбора пробы и фамилию пробоотборщика.

4.2 Точечные пробы ПОЛИФЛОК (Р) отбирают согласно ГОСТ 9980.2 в зависимости от вязкости продукта:

- густые высоковязкие - от общей массы продукта отрезают куски ножом или ножницами. От каждого выбранного по п.3.2 места партии отбирают из трех различных точек примерно по 50 г ПОЛИФЛОК(Р).

- жидкие низковязкие - отбирают толстостенной трубкой диаметром 10 – 15 мм. Края трубы должны быть ровно обрезаны, оплавлены и отшлифованы. Трубку опускают вертикально до дна тары, плотно закрывают верхний конец трубы, вынимают ее и сливают раствор полимера в чистую сухую банку или полиэтиленовый пакет.

Точечные пробы ПОЛИФЛОК (Р) соединяют вместе, тщательно перемешивают вручную в полиэтиленовом мешочке с достаточно свободным объемом, получая объединённую среднюю пробу.

Среднюю пробу помещают в плотно закрывающиеся сухие банки или полиэтиленовые мешочки, которые завязывают и маркируют, указывая наименование продукта, марку, номер партии, обозначение технических условий, дату отбора пробы и фамилию пробоотборщика.

4.3 Допускается для проведения испытаний применение других средств измерений и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов, по качеству не ниже указанных.

Допускается применение других методик выполнения измерений, аттестованных в установленном порядке по ГОСТ 8.010, не уступающих по точности указанным в настоящих технических условиях.

#### *4.4 Определение массовой доли нелетучих веществ*

4.4.1 Определение массовой доли нелетучих веществ в полиакриламиде ПОЛИФЛОК (С).

Метод заключается в высушивании пробы ПОЛИФЛОК (С) при температуре  $(105\pm2)$  °С до постоянной массы.

Диапазон измерения 86 – 96 % .

4.4.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Термометр ртутный по ТУ 25-2021.003 с ценой деления 1°С, диапазоном измерения от 0 до 150 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева  $(105\pm2)$  °С (допускается применять установку с инфракрасной лампой по ГОСТ 17537).

Эксикатор по ГОСТ 25336 с осушителем (например, прокаленным хлористым кальцием по ТУ 6-09-4711).

Стаканчик СН 45/13 по ГОСТ 25336.

#### 4.4.1.2 Выполнение измерения

1 – 2 г ПОЛИФЛОК (С) помещают в стаканчик для взвешивания, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный, равномерно распределяют содержимое по всей поверхности дна стаканчика тонким слоем и взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Открытый стаканчик помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре  $(105\pm2)$  °С. Затем стаканчик закрывают, охлаждают в эксикаторе в течение 20 – 30 мин и взвешивают. Первое взвешивание проводят после 2 – 3 ч высушивания, последующие – через 0,5 ч. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения постоянной массы (разность результатов двух последующих взвешиваний не превышает 0,0005 г). Степень округления результатов взвешивания 0,0001 г.

#### 4.4.1.3 Обработка результатов

Массовую долю нелетучих веществ (Х) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \cdot 100,$$

где  $m_2$  – масса стаканчика с навеской ПОЛИФЛОКа (С) после высушивания, г;

$m$  – масса стаканчика, г;

$m_1$  – масса стаканчика с навеской ПОЛИФЛОКА (С) до высушивания, г.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,6 %. Абсолютная суммарная погрешность результата измерения массовой доли нелетучих веществ выражается интервалом  $\Delta = \pm 0,01X$  (%), где  $X$  – результат измерения, при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

#### 4.4.2 Определение массовой доли нелетучих веществ (сухого остатка) в полиакриламиде ПОЛИФЛОК (Р).

Метод основан на высушивании пробы ПОЛИФЛОК (Р) до постоянной массы при определенной температуре.

Диапазон измерения 5 – 30 %.

##### 4.4.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Термометр ртутный по ТУ 25-2021.003 с ценой деления 1 °C, с диапазоном измерения от 0 до 150 °C.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева  $(105 \pm 2)$  °C (допускается применять установку с инфракрасной лампой по ГОСТ 17537).

Стаканчик для взвешивания СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336 с осушителем (например, прокаленным хлористым кальцием по ТУ 6-09-4711).

Палочка стеклянная диаметром 6 – 8 мм с расплощенным на конце утолщением в виде «пятачка» диаметром 16 – 20 мм.

##### 4.4.2.2 Выполнение измерений

0,8 – 1,2 г ПОЛИФЛОКа (Р) помещают в стаканчик, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный, равномерно распределяют содержимое стеклянной палочкой по дну стаканчика. Стаканчик закрывают крышкой и взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Открытый стаканчик помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре  $(105 \pm 2)$  °C до постоянной массы (изменение массы не более 0,0005 г). Первое взвешивание проводят через 2 – 3 ч, последующие – через 0,5 ч.

Степень округления результатов взвешивания 0,0001 г.

##### 4.4.2.3 Обработка результатов измерения

Массовую долю нелетучих веществ (сухого остатка для марки - аммиачный) (Х) ПОЛИФЛОКа (Р) в процентах рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

где  $m_1$  - масса навески ПОЛИФЛОК (Р) после высушивания, г;  
 $m$  - масса навески ПОЛИФЛОК (Р) до высушивания, г.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,40 %.

Суммарная погрешность результата измерения находится в интервале  $\Delta = \pm(0,26+0,02X) \%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ , где X – результат измерения. Допустимое расхождение между результатами измерений, выполненными в разных лабораториях, не должно превышать 0,5 % при  $P=0,95$ .

Степень округления результата измерения 0,1%.

#### *4.5 Определение массовой доли основного вещества в полиакриламиде ПОЛИФЛОК (Р) (аммиачный).*

Диапазон измерения 4,0-10,0 (%).

Массовую долю основного вещества (M) в процентах рассчитывают по формуле:

$$M = X - M_{c.a.} ,$$

где X – массовая доля сухого остатка, определяемая по п.4.4.2 ( %)

$M_{c.a.}$  – массовая доля сульфата аммония, определяемая по п.4.5.1(%).

Степень округления результата определения 0,1 %.

##### **4.5.1 Определение массовой доли сульфата аммония.**

Определение основано на взаимодействии формалина с ионами аммония с последующим титрованием выделившейся серной кислоты раствором гидроокиси натрия.

Диапазон определения 10,0-20,0 (%).

##### **4.5.1.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, реагенты.**

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, с наибольшим пределом взвешивания 2 кг.

Секундомер по ТУ 25-1819.0021 или ТУ 25-1894.003.

Электродвигатель ДВА-У4, обеспечивающий постоянную частоту вращения  $11,6 \text{ с}^{-1}$  (700 об/мин). В случае использования других типов двигателей частота вращения 600-800 об/мин обеспечивается с помощью ЛАТРа. Вал двигателя соединяют с валом мешалки при помощи втулки.

Бюretка 1,3-2-10, 25 по ГОСТ 29251;

Пипетки 2-25,10,20,50; 1-2,1 по ГОСТ 29227

Цилиндр 1,3-600-2 по ГОСТ 1770

Стакан В-1-1000, В-1-150 по ГОСТ 25336

Колба Кн 1-100 по ГОСТ 25336;

Капельница по ГОСТ 25336;

Мешалка рамная, изготовленная из нержавеющей стали, стекла, титана с размером рамки 54x38 мм.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241

Ножницы;

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации с (NaOH) =0,05 моль/дм<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 25794.1;

Формалин по ГОСТ 1625, раствор с массовой долей 20%;

Фенолфталеин по ТУ 6-09-5360, спиртовой раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4919.1;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

4.5.1.2 Приготовление раствора полимера акриламида ПОЛИФЛОК

32,0 г продукта взвешивают в стакане, добавляют 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и при помощи пинцета и ножниц под слоем воды максимально измельчают полимер. Затем в стакан добавляют 370 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Растворение проводят с использованием рамной мешалки с частотой вращения 10-13 с<sup>-1</sup>. Через каждые 30 мин ведут визуальную оценку растворения, просматривая раствор в проходящем свете или переливая тонкой струёй из стакана в стакан.

Продукт считают растворённым, если при перемешивании раствора стеклянной палочкой или переливании из стакана в стакан не наблюдается сгустков полимера акриламида ПОЛИФЛОК.

4.5.1.3 Проведение анализа

10 см<sup>3</sup> раствора полимера, приготовленного по п. 4.5.1.2, помещают в коническую колбу, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора формалина, предварительно нейтрализованного раствором гидроокиси натрия в присутствии нескольких капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски.

Через 5 минут содержимое колбы титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии раствора фенолфталеина до получения розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

4.5.1.4 Обработка результатов

Массовую долю сульфата аммония ( $X_1$ ) в полимере акриламида ПОЛИФЛОК в процентах, определяемую титрованием, рассчитывают по формуле:

$$M_{c.a.} = \frac{V \cdot 0,00332 \cdot (m+P) \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где  $V$  – объём раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;

0,00332 – масса сульфата аммония, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  – масса навески полимера акриламида ПОЛИФЛОК, взятая для приготовления раствора по п.4.5.1.2, г;

$P$  – масса дистиллированной воды, взятая для приготовления раствора по п. 4.5.1.2), г;

$V_1$  – объём раствора полимера акриламида ПОЛИФЛОК, взятого для титрования, см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,6%.

Суммарная погрешность результата определения находится в интервале  $\pm 0,03 \cdot M_{c.a.}$ , (%) при доверительной вероятности  $P=0,95$ , где  $M_{c.a.}$  – результат определения.

Степень округления результата определения 0,1 %

#### 4.6 Определение массовой доли остаточного акриламида

4.6.1 Определение массовой доли остаточного акриламида для ПОЛИФЛОК (С).

Метод основан на экстракции акриламида раствором изопропилового спирта с последующим хроматографическим определением на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Количественное определение акриламида проводят методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочного коэффициента.

Диапазон измерения 0,01 – 0,30 (%).

4.6.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с чувствительностью по току не ниже  $10 \cdot 10^{-10}$  А.

Колонка хроматографическая металлическая длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Секундомер по ТУ 25-1819.0021 или ТУ 25-1894.003 с ценой деления 0,2с.

Микрошиприц МШ-10.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (60±5) °C.

Пипетки 2-2-10 по ГОСТ 29169 и 1-1-2-1 по ГОСТ 29227.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Флакон пенициллиновый.

Сорбент-хроматон N-AW с зернением 0,20 – 0,25 мм, пропитанный 15 % Reoplex 400.

Газ-носитель – азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород технический по ГОСТ 3022, марка А.

Воздух сжатый для питания приборов.

Эталон внутренний – ацетамид по ГОСТ 684, высушенный до постоянной массы при температуре (60±5) °C, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Акриламид кристаллический с содержанием основного вещества 99,9 %, высушенный до постоянной массы при температуре  $(40\pm5)$  °C, раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Спирт изопропиловый по ТУ 6-09-402, раствор в соотношении объемов 8,8 : 1,2 (изопропиловый спирт : вода).

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый синтетический ректифицированный и денатурированный по ГОСТ Р 51999.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

#### 4.6.1.2 Условия проведения измерения

Температура термостата колонок  $(160\pm3)$  °C.

Температура испарителя  $(250,0\pm1,5)$  °C.

Объемный расход газа-носителя  $(2,50\pm0,15)$  дм<sup>3</sup>/ч.

Объемный расход водорода  $(2,50\pm0,15)$  дм<sup>3</sup>/ч.

Объемный расход воздуха  $(25,00\pm0,15)$  дм<sup>3</sup>/ч.

Объем вводимой пробы 0,5 мм<sup>3</sup>.

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч.

Предел измерения по току  $10 \cdot 10^{-10}$  А.

#### 4.6.1.3 Подготовка к выполнению измерения

##### 4.6.1.3.1 Заполнение хроматографической колонки

Подготовку и проверку режима работы хроматографа проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Хроматографическую колонку перед заполнением промывают этиловым спиртом, ацетоном, высушивают и заполняют сорбентом под вакуумом (с разрежением не более 0,05 мПа), уплотняя сорбент легким постукиванием деревянной палочкой по колонке.

Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 40 – 48 ч при температуре  $(180\pm3)$  °C. После этого колонку присоединяют к детектору и для насыщения сорбента через колонку пропускают пробу, содержащую акриламид в любой концентрации, до постоянных высот пиков.

##### 4.6.1.3.2 Приготовление растворов акриламида и ацетамида (внутреннего эталона) с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>

Навеску акриламида массой 1 г помещают в стаканчик для взвешивания, взвешивают (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, ополаскивая стаканчик дистиллированной водой, доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Раствор ацетамида готовят аналогично. Раствор акриламида готовят перед каждой градуировкой, раствор ацетамида пригоден для работы в течение месяца.

##### 4.6.1.3.3 Градуировка хроматографа

Для определения градуировочного коэффициента готовят пять градуировочных смесей с концентрацией компонента, охватывающей весь диапазон измерения.

В чистые пенициллиновые флаконы помещают пипеткой по 10 см<sup>3</sup> раствора изопропилового спирта, затем добавляют раствор акриламида в объемах 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,6 см<sup>3</sup> и по 1 см<sup>3</sup> раствора ацетамида. Растворы тщательно перемешивают и оставляют на 10 – 20 мин. Затем хроматографируют. Градуировочный коэффициент (К) рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{H_{AA} \cdot m_{et}}{H_{et} \cdot m_{AA}},$$

где  $H_{AA}$  – высота пика акриламида, мм;

$m_{et}$  – масса ацетамида во взятом объеме раствора ацетамида для градуировки, г;

$H_{et}$  – высота пика ацетамида, мм;

$m_{AA}$  – масса акриламида во взятом объеме раствора акриламида для градуировки, г.

Градуировочный коэффициент рассчитывают как среднее арифметическое результатов измерений пяти градуировочных растворов, каждый из которых хроматографируют не менее десяти раз. Результаты расчета градуировочного коэффициента записывают с точностью до второго десятичного знака. Градуировочный коэффициент определяют один раз в месяц, а также после смены сорбента и ремонта хроматографа.

#### 4.6.1.4 Проведение измерения

1,5 – 2,0 г ПОЛИФЛОК (С) помещают во взвешенный пенициллиновый флакон и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора изопропилового спирта, 1 см<sup>3</sup> раствора ацетамида. Пробу тщательно перемешивают, оставляют на 2,0 – 2,5 ч для экстракции и хроматографируют (рисунок 1).

#### 4.6.1.5 Обработка результатов

На хроматограмме определяют высоту пика акриламида и ацетамида.

Массовую долю акриламида ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{H_{AA} \cdot m_{et} \cdot 100}{H_{et} \cdot m_{ПAA} \cdot K},$$

где  $H_{AA}$  – высота пика акриламида, мм;

$m_{et}$  – масса ацетамида во взятом объеме раствора эталона, г;

$H_{et}$  – высота пика ацетамида, мм;

$m_{ПAA}$  – масса навески ПОЛИФЛОК (С), г;

$K$  – градуировочный коэффициент;

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,04 %.

Степень округления результата измерения 0,01 %. Абсолютная суммарная погрешность результата измерения находится в интервале  $\Delta_1 = \pm 0,02\%$  в диапазоне (0,01-0,10) %,  $\Delta_2 = \pm 0,03\%$  в диапазоне (0,10-0,20) %,  $\Delta_3 = \pm 0,04\%$  в диапазоне (0,20-0,30) %, при доверительной вероятности Р=0,95.

#### 4.6.2 Измерение массовой доли остаточного акриламида в полиакриламиде ПОЛИФЛОК (Р)

Метод основан на экстракции акриламида раствором изопропилового спирта с последующим хроматографическим определением на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Количественное определение акриламида проводят методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочного коэффициента.

Диапазон измерения 0,001 – 0,010 %.

##### 4.6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с чувствительностью по току не ниже  $10 \cdot 10^{-10}$  А.

Колонка хроматографическая металлическая или стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 4 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Секундомер по ТУ 25-1819.0021 или ТУ 25-1894.003 с ценой деления 0,2с.

Микрошипци МШ-10.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева  $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ .

Пипетки 1-2-2-1,10 по ГОСТ 29227.

Колбы 2-50-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Флакон пенициллиновый.

Сорбент- хроматон N-AW с зернением 0,20-0,25 мм, пропитанный 15% Reoplex 400

Газ-носитель – азот газообразный по ГОСТ 9293

Водород технический по ГОСТ 3022, марка А

Воздух сжатый для питания приборов.

Эталон внутренний – ацетамид по ГОСТ 684, высушенный до постоянной массы при температуре  $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ , раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup> и 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Акриламид кристаллический с массовой долей основного вещества не менее 99,0%, высушенный до постоянной массы при температуре  $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ , раствор с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Спирт изопропиловый по ТУ 6-09-402, раствор 8,8 : 1,2 (изопропиловый спирт : вода).

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый синтетический ректифицированный и денатурированный по ГОСТ Р 51999.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.6.2.2 Условия проведения измерения

Температура термостата колонок  $(160\pm3)$  °С.

Температура испарителя  $(250,0\pm1,5)$  °С.

Объемный расход газа-носителя  $(2,50\pm0,15)$  дм<sup>3</sup>/ч.

Объемный расход водорода  $(2,50\pm0,15)$  дм<sup>3</sup>/ч.

Объемный расход воздуха  $(25,00\pm0,15)$  дм<sup>3</sup>/ч.

Объем вводимой пробы 0,5 мм<sup>3</sup>.

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч.

Предел измерения по току  $10 \cdot 10^{-10}$  А.

4.6.2.3 Подготовка к выполнению измерений

4.6.2.3.1 Заполнение хроматографической колонки

Подготовку и проверку режима работы хроматографа проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Хроматографическую колонку перед заполнением промывают этиловым спиртом, ацетоном, высушивают и заполняют сорбентом под вакуумом (с разрежением не более 0,05 МПа), уплотняя сорбент легким постукиванием деревянной палочкой по колонке.

Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 40 – 48 ч при температуре  $(180\pm3)$  °С. После этого колонку присоединяют к детектору и для насыщения сорбента через колонку пропускают пробу, содержащую акриламид в любой концентрации, до постоянных высот пиков.

4.6.2.3.2 Приготовление раствора акриламида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup> и 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Навеску акриламида массой 0,5 г помещают в стаканчик для взвешивания, взвешивают (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, ополаскивая стаканчик дистиллированной водой, доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

Получают раствор акриламида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> готовят разбавлением раствора акриламида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup> в десять раз.

Растворы готовят непосредственно перед каждой градуировкой прибора.

4.6.2.3.3 Приготовление раствора внутреннего эталона – раствора ацетамида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup> и 0,001 г/см<sup>3</sup>.

Навеску ацетамида массой 2,5 г помещают в стаканчик для взвешивания, взвешивают (результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Получают раствор ацетамида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>.

Раствор с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> готовят разбавлением раствора ацетамида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup> в десять раз.

Приготовленные растворы пригодны в течение месяца.

#### 4.6.2.3.4 Градуировка хроматографа

Для градуировки используют четыре градуировочные смеси. Каждую градуировочную смесь хроматографируют не менее пяти раз.

В чистый пенициллиновый флакон помещают 10 см<sup>3</sup> раствора изопропилового спирта при помощи пипетки, затем добавляют объемы растворов акриламида и ацетамида, приготовленных по п.п.4.5.2.3.2 и 4.5.2.3.3. Для этого в первую и вторую градуировочные смеси вносят объемы раствора акриламида и ацетамида с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> в третью и четвертую – с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup> (табл. 4).

Таблица 4

№ сме- си	Концентрация градуировочных растворов, г/см <sup>3</sup>		Объём рас- твора акри- ламида, см <sup>3</sup>	Объём раствора ацетами- да, см <sup>3</sup>	Масса ак- риламида во взятом объёме, г	Масса ацетами- да во взя- том объ- ёме, г	Объём вводи- мой про- бы, мм <sup>3</sup>
	ак- рил- амида	ацетами- да					
1	0,001	0,001	0,2	0,5	0,0002	0,0005	0,7
2	0,001	0,001	0,5	1,0	0,0005	0,0010	0,7
3	0,010	0,010	0,1	0,2	0,0010	0,0020	0,5
4	0,010	0,010	0,2	0,3	0,0020	0,0030	0,5

Растворы тщательно перемешивают и хроматографируют.

Градуировочный коэффициент (K) рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{H_{AA} \cdot m_{et}}{H_{et} \cdot m_{AA}},$$

где H<sub>AA</sub> – высота пика акриламида, мм;

m<sub>et</sub> – масса ацетамида во взятом объеме раствора ацетамида для градуировки, г;

H<sub>et</sub> – высота пика ацетамида, мм;

m<sub>AA</sub> – масса акриламида во взятом объеме раствора акриламида для градуировки, г.

Коэффициент рассчитывают как среднее арифметическое результатов четырех градуировочных растворов, каждый из которых хроматографируют не менее пяти раз.

Результаты расчета градуировочного коэффициента записывают с точностью до второго десятичного знака.

Градуировочные коэффициенты определяют один раз в месяц, а также после смены сорбента в колонке и ремонта хроматографа.

#### 4.6.2.4. Выполнение измерений

1,5 – 2,0 г раствора полиакриламида помещают во взвешенный пенициллиновый флакон и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора изопропилового спирта, 0,2 см<sup>3</sup> раствора ацетамида с массовой концентрацией 0,01 г/см<sup>3</sup>. Пробу тщательно перемешивают, оставляют на 1,0 – 1,5 ч для экстракции и хроматографируют (рисунок 1).

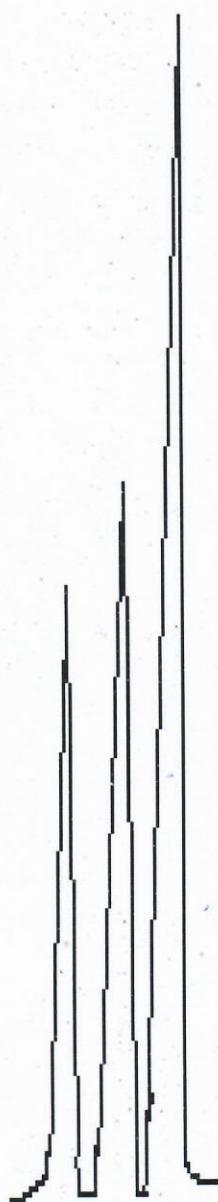


Рисунок 1 – Хроматограмма

1 – изопропиловый спирт; 2 – ацетамид; 3 – акриламид

#### 4.6.2.5 Обработка результатов измерений

На хроматограмме определяют высоту пика акриламида и ацетамида.

Массовую долю остаточного акриламида ( $X_2$ ) в процентах в расчете на 1 % основного вещества рассчитывают по формуле:

$$X_2 = \frac{H_{AA} \cdot m_{эт} \cdot 100}{H_{эт} \cdot m_{ПАА} \cdot K \cdot X},$$

где  $H_{AA}$  – высота пика акриламида, мм;

$m_{эт}$  – масса ацетамида во взятом объеме раствора, эталона, г;

$H_{эт}$  – высота пика ацетамида, мм;

$m_{ПАА}$  – масса навески ПОЛИФЛОКА (Р), г;

$K$  – градуировочный коэффициент;

$X$  – массовая доля нелетучих веществ ПОЛИФЛОКА (Р), определяемая по п.4.4.2, (%).

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0007 %. Степень округления результата измерения 0,001 %.

Суммарная погрешность результата измерения находится в интервале  $\pm 0,2 \cdot X_2 \%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ , где  $X_2$  – результат измерения для диапазона 0,003 – 0,010 (%) и  $\pm 0,3 \cdot X_2 \%$  для диапазона измерения 0,001 – 0,003 (%).

4.6.3 Определение массовой доли остаточного акриламида в полиакриламиде ПОЛИФЛОК (Р) бромид-броматным методом.

Метод основан на взаимодействии брома с ненасыщенными соединениями и определении расхода брома иодометрическим титрованием.

Диапазон измерения 0,002 – 0,050 (%).

4.6.3.1. Средства измерений, вспомогательные устройства и реагенты.

Пипетки 2-2-1,2,10 по ГОСТ 29227, 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Бюретка 7-2-10-0,01 по ГОСТ 29251;

Колба Кн-1-250-24/29 по ГОСТ 25336;

Капельница по ГОСТ 25336;

Калий бромистый по ГОСТ 4160;

Калий бромноватистокислый по ГОСТ 4457;

Калий бромид-бромат, раствор концентрации с (1/6  $KBr \cdot KBrO_3$ )=0,1 моль/дм<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 25794.2

Калий иодистый по ГОСТ 4232, х.ч., раствор с массовой долей 20%;

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068, раствор концентрации с ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ )=0,1 моль/дм<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 25794.2

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,2%

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.6.3.2. Проведение анализа.

50 см<sup>3</sup> раствора полимера акриламида ПОЛИФЛОК (Р), приготовленного по п.4.5.1.2. или п. 4.7.2.2, пипеткой помещают в коническую колбу со шлифом. В колбу приливают пипеткой 10 см<sup>3</sup> бромид-броматного раствора, 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, после чего колбу закрывают пробкой, содержимое перемешивают и ставят на 10 мин в тёмное место. Затем в колбу приливают 1 см<sup>3</sup> раствора иодистого калия, перемешивают и выделившийся иод оттитровывают раствором серноватистокислого натрия до светло-жёлтого цвета, добавляют 2-3 капли раствора крахмала и вновь титруют раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят контрольный опыт (без раствора полимера акриламида ПОЛИФЛОК) с 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### 4.6.3.3. Обработка результатов

Массовую долю остаточного акриламида ( $X_2$ ) в процентах в расчёте на 1% основного вещества вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot 0,0035 \cdot (m + P)}{V_2 \cdot m \cdot M} \cdot 100,$$

где  $V_0$  – объём раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объём раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованного на титрование рабочего раствора, см<sup>3</sup>;

0,0035 – масса амида, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$m$  – масса навески полимера акриламида ПОЛИФЛОК (Р), взятая для приготовления раствора по п. 4.5.1.2 (аммиачный) или п. 4.8.2.2 (водный), г;

$P$  – масса воды, взятая для приготовления раствора по п. 4.5.1.2 (аммиачный) или п.4.8.2.2 (водный), г;

$V_2$  – объём раствора полимера акриламида ПОЛИФЛОК (Р), взятого для анализа, см<sup>3</sup>;

$M$  – массовая доля основного вещества (нелетучих веществ) полимера акриламида ПОЛИФЛОК (Р), определяемая по п.4.4.3 (п. 4.4.2), (%).

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,002%.

Степень округления результата определения 0,001%.

Суммарная погрешность результата определения находится в интервале  $\pm(0,25 \cdot X_2)$ , % при доверительной вероятности Р=0,95, где  $X_2$  – результат определения.

#### 4.7 Определение характеристической вязкости (предельного числа вязкости)

Метод основан на измерении времени истечения разбавленных растворов ПОЛИФЛОКа (С) в растворе хлористого натрия с массовой долей 10% через капилляр вискозиметра при температуре (25,0±0,1) °С.

Диапазон измерения 3 – 22 дL/g.

4.7.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы  
 Вискозиметр типа ВПЖ-1 по ГОСТ 10028 с диаметром капилляра 0,54 мм, видоизмененный (рисунок 2)  
 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

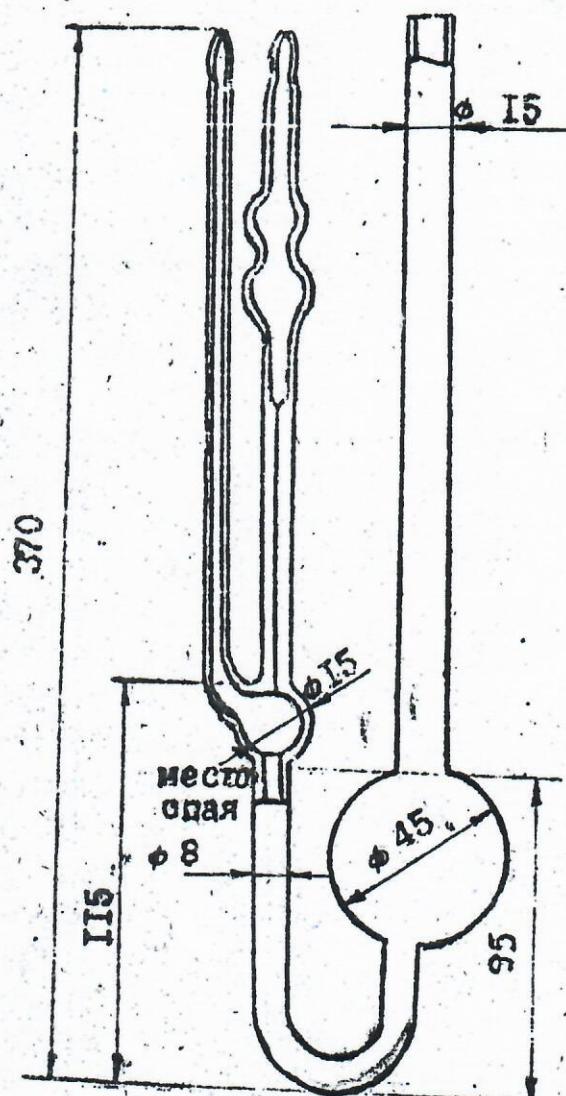


Рисунок 2 – Видоизменённый вискозиметр ВПЖ-1

Секундомер механический по ТУ 25-1819.0021 или ТУ 25-1894.003 с ценой деления 0,2 с.

Термометр по ТУ 25-2021.003 с диапазоном измерения 0-100 °C, с ценой деления 0,1 °C.

Цилиндр 1 (3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1,2-2-20 по ГОСТ 29169 и 1-2-2-5,10 по ГОСТ 29227.

Стакан В-1-150 ТС по ГОСТ 25336. Воронка ВФ-1-75 ПОР 100ХС по ГОСТ 25336.

Термостат, обеспечивающий поддерживание температуры (25,0±0,1) °C.

Мешалка двухлопастная, пропеллерная, обеспечивающая частоту вращения 5-7 с<sup>-1</sup>, или аналогичная.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., раствор с массовой долей 10 %, профильтрованный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч.

Смесь хромовая.

4.7.2 Подготовка к выполнению измерений

4.7.2.1 Приготовление раствора полимера

При измерении характеристической вязкости ПОЛИФЛОК (С) начальная массовая концентрация раствора полимера должна быть такой, чтобы значение относительной вязкости лежало в интервале 2,2-1,9. Навеску ПОЛИФЛОК (С) массой 0,10-0,12 г взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и засыпают в стакан со 100 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, перемешиваемого мешалкой, перемешивают в течение 10-15 мин и оставляют на набухание не менее 10-12 ч, затем растворяют навеску полимера, перемешивая в течение 1-4 ч до полной гомогенизации раствора, проверяя полноту растворения визуально через каждые 0,5 ч, переливая из стакана в стакан.

Массовую концентрацию (С) приготовленного раствора ПОЛИФЛОКА (С) в граммах на децилитр рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m \cdot X}{V \cdot 100},$$

где m-масса навески ПОЛИФЛОК (С); г;

X-массовая доля нелетучих веществ в ПОЛИФЛОКе (С), %;

V-объем раствора хлористого натрия, взятый на растворение полимера, дл.

4.7.2.2 Подготовка вискозиметра

Перед проведением измерений вискозиметр моют хромовой смесью, большим количеством воды, ополаскивают дистиллированной водой, ацетоном и сушат.

#### 4.7.3 Выполнение измерения

20 см<sup>3</sup> профильтрованного раствора ПОЛИФЛОКа (С), приготовленного по п. 4.7.2.1, с помощью пипетки помещают в вискозиметр и термостатируют в течение 10-15 мин при температуре (25,0 ± 0,1) °С. При этом необходимо следить за тем, чтобы капилляр и шарик вискозиметра были полностью погружены в термостатирующую жидкость.

Раствор ПОЛИФЛОКа (С) при помощи резиновой трубки и груши, надетой на колено вискозиметра, засасывают в шарик вискозиметра чуть выше верхней метки. При этом второе колено вискозиметра должно быть закрыто зажимом на резиновой трубке, надетой на конец колена. Затем приоткрывают зажим и в момент прохождения раствором полимера верхней метки включают секундомер, измеряя время истечения раствора ПОЛИФЛОКа (С) от верхней метки шарика до нижней. Определение времени истечения, таким образом, проводят не менее трех раз и вычисляют среднее значение трех параллельных измерений. После этого раствор полимера разбавляют непосредственно в вискозиметре добавляя последовательно по 3; 4; 5; 5; 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия, тщательно перемешивают с помощью груши, термостатируют и после каждого разбавления определяют время истечения.

Массовую концентрацию разбавленных растворов ПОЛИФЛОК (С) (С<sub>1</sub>) в граммах на децилитр рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{C \cdot V}{V_1},$$

где С – исходная массовая концентрация раствора ПОЛИФЛОК (С), г/дл;

V – исходный объем раствора ПОЛИФЛОК (С), дл;

V<sub>1</sub> – объем разбавленного раствора ПОЛИФЛОК (С), дл.

Необходимо проводить не менее пяти разбавлений, учитывая, что для правильного измерения характеристической вязкости концентрация растворов в вискозиметре должна быть ограничена той областью, где значения относительной вязкости лежат в интервале 2,0-1,2. Раствор хлористого натрия для разбавления раствора полимера следует термостатировать в том же термостате. По окончании работы вискозиметр тщательно промывают, сушат, а затем наливают 20 см<sup>3</sup> раствора хлористого натрия и определяют время истечения растворителя указанным способом.

#### 4.7.4 Обработка результатов

Данные измерений заносят в таблицу 5.

Таблица 5

Измерение	Обозначение	V <sub>1</sub>	V <sub>2</sub>	V <sub>3</sub>	V <sub>4</sub>	V <sub>5</sub>
Время истечения раствора полимера, с	t	t <sub>1</sub>	t <sub>2</sub>	t <sub>3</sub>	t <sub>4</sub>	t <sub>5</sub>
Время истечения растворителя, с	t <sub>0</sub>					

Измерение	Обозначение	V <sub>1</sub>	V <sub>2</sub>	V <sub>3</sub>	V <sub>4</sub>	V <sub>5</sub>
Относительная вязкость	$\eta_{\text{от}} = \frac{t}{t_0}$	$\eta_{\text{от}1}$	$\eta_{\text{от}2}$	$\eta_{\text{от}3}$	$\eta_{\text{от}4}$	$\eta_{\text{от}5}$
Удельная вязкость	$\eta_{\text{уд}} = \eta_{\text{от}} - 1$	$\eta_{\text{уд}1}$	$\eta_{\text{уд}2}$	$\eta_{\text{уд}3}$	$\eta_{\text{уд}4}$	$\eta_{\text{уд}5}$
Массовая концентрация раствора полимера, г/дл	C	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>	C <sub>4</sub>	C <sub>5</sub>
Приведенная вязкость, дл/г	$\frac{\eta_{\text{уд}}}{C}$	$\frac{\eta_{\text{уд}1}}{C_1}$	$\frac{\eta_{\text{уд}2}}{C_2}$	$\frac{\eta_{\text{уд}3}}{C_3}$	$\frac{\eta_{\text{уд}4}}{C_4}$	$\frac{\eta_{\text{уд}5}}{C_5}$

Обработку данных проводят графическим методом.

Откладывают по оси абсцисс значения массовой концентрации растворов ПОЛИФЛОК (C) (с), а по оси ординат значение приведённой вязкости ( $\eta_{\text{уд}}/C$ ). Через полученные точки проводят прямую до пересечения её с осью ординат. Значение  $\eta_{\text{уд}}/C$  в нулевой точке соответствует характеристической вязкости исследуемого полимера (рисунок 3).

Степень округления результата измерения 0,1 дл/г.

Суммарная погрешность измерения выражается интервалом  $\Delta_1 = \pm 0,5 \text{ дл/г}$  в диапазоне измерения 1 – 3 дл/г и интервалом  $\Delta_2 = \pm 1,0 \text{ дл/г}$  в диапазоне измерения 3 – 22 дл/г».

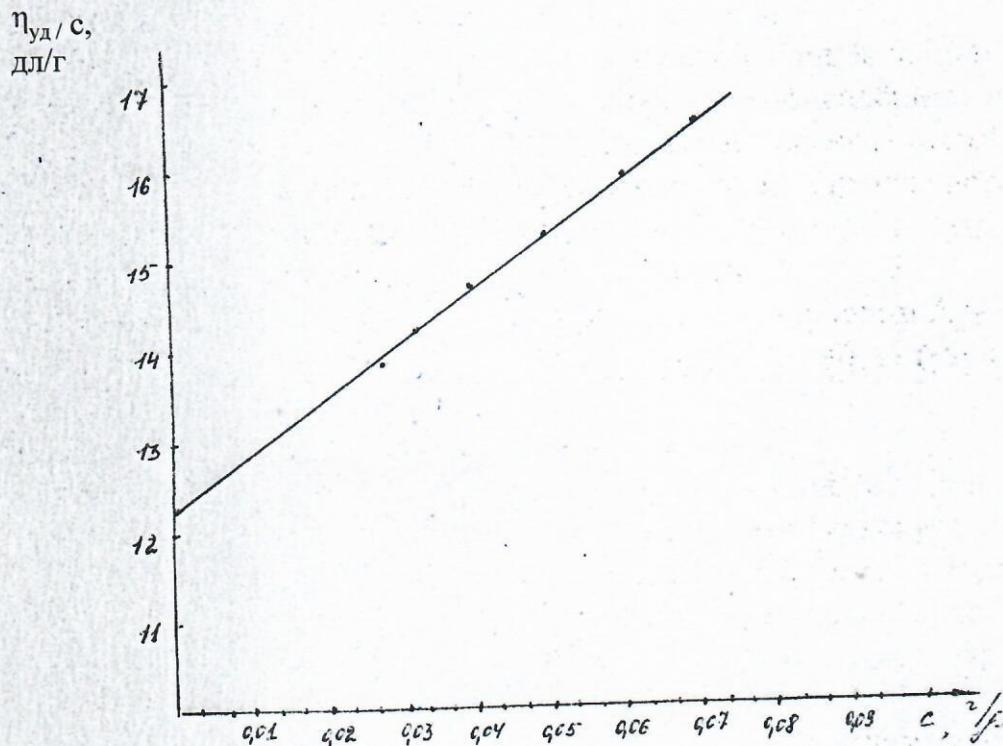


Рисунок 3 – Типовой график зависимости приведенной вязкости  $\eta_{\text{уд}}/C$  от концентрации полимера

#### 4.8 Измерение кинематической вязкости

Метод основан на измерении времени истечения раствора ПОЛИФЛОКа (Р) через капилляр вискозиметра определенного диаметра.

Диапазон измерения 1,5 – 10,0  $\text{мм}^2/\text{с}$ .

4.8.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228, с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Электродвигатель любого типа с частотой вращения 10 – 13  $\text{с}^{-1}$  (600 – 800  $\text{мин}^{-1}$ ).

Вискозиметр типа ВПЖ-2 по ГОСТ 10028, с внутренним диаметром капилляра от 0,5 до 1,0 мм.

Секундомер механический по ТУ 25-1819.0021 или ТУ 25-1894.003 с ценой деления 0,2 с.

Шкаф сушильный.

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры  $(30,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ .

Термометр ртутный по ТУ 25-2021.003 с диапазоном измерения от 0 до  $50^\circ\text{C}$  с ценой деления  $0,1^\circ\text{C}$ .

Пипетка 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1,3-250-2 по ГОСТ 1770.

Колба 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-400, 600 по ГОСТ 25336.

Воронка лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336 с коротким концом.

Воронка фильтрующая со стеклянной пористой пластинкой ПОР-100 по ГОСТ 25336.

Мешалка магнитная типа ММ-5 по ТУ 25-11.834 или аналогичная.

Мешалка рамная, изготовленная из нержавеющей стали, стекла, титана с размером рамки 54x38 мм.

Груша резиновая.

Пинцет медицинский.

Ножницы.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый синтетический ректифицированный и денатурированный по ГОСТ Р 51999

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 3 %.

Смесь хромовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.8.2 Подготовка к выполнению измерений

4.8.2.1 Подготовка вискозиметра

Для определения кинематической вязкости вискозиметр подбирают таким образом, чтобы время истечения раствора ПОЛИФЛОКа (Р) было не менее 80 с и не более 220 с.

Перед измерением вискозиметр промывают горячей водой и сушат в сушильном шкафу. Для ускорения сушки вискозиметр ополаскивают ацетоном или спиртом-ректификатом.

После окончания работы вискозиметр промывают горячей водой, заливают хромовой смесью на 10 – 15 мин. Затем вискозиметр промывают проточной водой, дистиллированной водой и сушат. Оценку чистоты вискозиметра проводят по времени истечения раствора хлористого натрия с массовой долей 3 % при температуре  $(30 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ , величина которого должна быть постоянной для каждого вискозиметра и определена перед началом измерений.

#### 4.8.2.2 Приготовление раствора ПОЛИФЛОКа (Р)

20,00 г раствора полиакриламида помещают в предварительно взвешенный стакан, добавляют 380 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и при помощи пинцета и ножниц продукт под слоем воды максимально измельчают. Растворение проводят с использованием рамной мешалки с частотой вращения 10 – 13 с<sup>-1</sup> или магнитной мешалки до полной гомогенизации раствора. Оценку полноты растворения проводят визуально, переливая раствор из стакана в стакан. Для марки А-0605(аммиачный) используется раствор, приготовленный по п. 4.5.1.2.

Массовую долю ПОЛИФЛОКа (Р) в растворе в процентах рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m \cdot X}{m_1},$$

где  $m$  – масса навески ПОЛИФЛОКА (Р), взятая на растворение, г;

$X$  – массовая доля нелетучих веществ в ПОЛИФЛОКе (Р), определенная по п.4.4.2 (массовая доля основного вещества для марки А-0605(аммиачный), п.4.5);

$m_1$  – масса полученного раствора ПОЛИФЛОКА (Р), г.

4.8.2.3. Для приготовления раствора ПОЛИФЛОКа (Р) с массовой долей 0,25 % раствор, полученный по п.4.8.2.2, разбавляют по правилу креста.

Если продукт растворяется более 3 – 4 ч, то необходимо провести разбавление по правилу креста для получения раствора ПОЛИФЛОКА (Р) с массовой долей 0,25 % непосредственно при растворении.

4.8.2.4 Приготовление раствора ПОЛИФЛОКа (Р) с массовой долей 0,25 % в растворе хлористого натрия с массовой долей 3 %

1,50 г хлористого натрия помещают в мерную колбу, добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора ПОЛИФЛОКА (Р) с массовой долей 0,25 % и растворяют путем встряхивания колбы. Доводят объем до метки этим же раствором. Затем полученный раствор фильтруют через фильтрующую воронку ПОР 100.

#### 4.8.3 Выполнение измерений

Вискозиметр устанавливают вертикально в термостат, наполненный водой. Проверку вертикального положения капилляра проводят по отвесу. Уровень воды в термостате должен быть на 3 – 4 см ниже верхнего конца колена вискозиметра.

В широкий конец вискозиметра вставляют воронку и при помощи пипетки помещают 10 см<sup>3</sup> раствора ПОЛИФЛОКа (Р), приготовленного по п.4.8.2.4

После выдержки в термостате в течение 15 мин при температуре (30,0±0,5) °с раствор при помощи груши засасывают в капилляр примерно до 1/3 вместимости верхнего шарика. Затем грушу снимают и по секундомеру определяют время истечения раствора от верхней до нижней риски.

Каждое измерение времени истечения повторяют три раза.

#### 4.8.4 Обработка результатов измерений

Кинематическую вязкость ( $v$ ) в квадратных миллиметрах на секунду определяют по формуле

$$v = K \cdot t,$$

где К – постоянная вискозиметра, мм<sup>2</sup>/с<sup>2</sup>;

$t$  – среднеарифметическое время истечения раствора ПОЛИФЛОК(Р), с.

За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,10 мм<sup>2</sup>/с.

Степень округления результатов измерения 0,1 мм<sup>2</sup>/с.

Суммарная погрешность измерения находится в интервале

$\Delta = \pm (0,12+0,05v)$  мм<sup>2</sup>/с при доверительной вероятности Р=0,95, где  $v$  – результат измерения.

#### 4.9 Определение скорости осаждения по оксиду меди

Метод основан на измерении скорости перемещения границы раздела фаз стандартной суспензии оксида меди под действием полимера.

Диапазон измерения 2 - 20 мм/с.

#### 4.9.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер механический по ТУ 25-1819.0021 либо ТУ 25-1894.003 с ценой деления 0,2 с.

pH-метр с погрешностью измерения ±0,05 pH или иономер универсальный.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Мешалка дисковая из жести или нержавеющей стали с отверстиями, соединённая с длинным стержнем гайкой, сваркой или резьбой. Размер мешалки: диаметр диска - 32-33 мм; толщина диска - 1,5-1,0 мм; диаметр отверстий в диске - 1,5-2,0 мм; число отверстий - от 20 до 25; диаметр стержня - 2-3 мм; длина стержня - 300-400 мм.

Колба 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-150 ТС по ГОСТ 25336.

Бюretка 1,3-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1-1-2-2, 1-2-2-5,10 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1 (3)-100-2, 1(3)-250-2 по ГОСТ 1770. На цилиндр наносят контрольные метки: первую на 2-3 см выше отметки 250 см<sup>3</sup>, вторую на 2 см ниже отметки 250 см<sup>3</sup>, третью на отметке 100 мм ниже второй отметки.

Фильтр обеззоленный «белая лента» по ТУ 6-09-1678.

Кипелки из керамики, полученные измельчением фарфоровых осколков до размера частиц 0,5-1,0 мм.

Палочка стеклянная.

Асбест хризотиловый по ГОСТ 12871.

Стекло часовое по ГОСТ 14183.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, раствор концентрации  $c(1/2 \text{ CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=2,0$  моль/дм<sup>3</sup>, профильтрованный через фильтр «белая лента».

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> и  $c(\text{NaOH})=4$  моль/дм<sup>3</sup>, готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации  $c(\text{HCl})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, готовят из стандарт титра.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

#### 4.9.2 Подготовка к выполнению измерений

##### 4.9.2.1 Приготовление буферного раствора

19,1 г тетраборнокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Измеряют показатель активности водородных ионов и доводят его значение до  $(9,18 \pm 0,05)$  pH, приливая по каплям раствор соляной кислоты или раствор гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

##### 4.9.2.2 Приготовление суспензии оксида меди

20 см<sup>3</sup> раствора сернокислой меди при помощи бюретки помещают в стакан с кипелками, затем пипеткой добавляют 9,5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации 4 моль/дм<sup>3</sup>. Тщательно перемешивают полученную суспензию стеклянной палочкой и доводят показатель активности водородных ионов раствора до  $(9,0 \pm 0,2)$  pH, добавляя по каплям раствор соляной кислоты или гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Затем электроды pH-метра промывают буферным раствором, взятым в объёме 20 см<sup>3</sup> который затем добавляют к полученной суспензии. Суспензию тщательно перемешивают, закрывают стеклом и кипятят 20 минут. Для исключения местного перегрева электроплитку закрывают хризотиловым асбестом.

Полученный раствор суспензии оксида меди охлаждают до комнатной температуры.

##### 4.9.3 Выполнение измерения

Суспензию, полученную по п. 4.9.2.2, переносят в цилиндр. Во избежание потерь суспензии при сливе стакан неоднократно ополаскивают дистиллированной водой, которую сливают в цилиндр для определения скорости осаждения. В цилиндр приливают 20 см<sup>3</sup> буферного раствора. Объем раствора в цилиндре доводят до верхней (первой) метки дистиллированной водой и

тщательно перемешивают дисковой мешалкой до получения равномерной суспензии, для чего мешалку опускают до дна цилиндра, а затем поднимают почти до верхнего уровня. Время одного перемешивания (одного возвратно-поступательного движения диска) должно быть постоянным и равным 2 с. Суспензию перемешивают пять раз.

В цилиндр пипеткой вносят: для ПОЛИФЛОКа (С) - 5 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей 0,1 %, полученного по п. 4.10.2.1, для ПОЛИФЛОКа (Р) - 2 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей 0,25 %, приготовленного по п.4.8.2.3. Суспензию перемешивают мешалкой 4 раза в течение 16 с, продолжительность одного возвратно-поступательного движения мешалки 4 с.

Секундомером измеряют время перемещения границы раздела фазы от второй до третьей метки на цилиндре.

#### 4.9.4 Обработка результатов

Скорость осаждения (W) в миллиметрах на секунду рассчитывают по формуле

$$W=100/t,$$

где 100- расстояние от второй до третьей метки на цилиндре, мм;

t- время осаждения оксида меди, с.

За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, расхождение между которыми не должно превышать допустимое расхождение равное 2,7 мм/с для диапазона измерения 10 – 20 мм/с и 1,1 мм/с для диапазона измерения 2 – 10 мм/с.

Суммарная погрешность измерения находится в интервале

$\Delta=\pm 0,1 \cdot W$  (мм/с) для диапазона измерения 6 – 20 мм/с и в интервале  $\Delta=\pm 0,2 W$  (мм/с) для диапазона измерения 2 – 6 (мм/с), где W – результат измерения, при доверительной вероятности Р=0,95.

Степень округления результата измерения 0,1 мм/с.

#### 4.10. Определения молярной доли карбоксильных групп (степень гидролиза).

Метод основан на прямом титровании карбоксильных групп полимера акриламида ПОЛИФЛОК (С) в водном растворе гидроокисью натрия.

Диапазон измерения – (1- 90) %.

4.10.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы технические типа ВЛТ-1 кг-1 или аналогичные.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

pH-метр с погрешностью измерения ±0,05 pH или иономер универсальный.

Блок автоматического титрования типа БАТ-15.

Бюretки 1-3-2-10-0,05, 1-3-2-25 по ГОСТ 29251.

Цилиндр 1,3-100-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы Н-1-400 ТС, Н-1-250 по ГОСТ 25336.

Мешалка двухлопастная пропеллерная, обеспечивающая частоту вращения 5 – 7 с<sup>-1</sup>, или магнитная типа ММ-5 по ТУ 25-11.834.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации  $c(HCl)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, готовят из стандарт-титра.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации  $c(NaOH)=0,05$  моль/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный по ГОСТ 25794.1.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, свежеприготовленная по ГОСТ 4517.

#### 4.10.2 Выполнение измерения

##### 4.10.2.1 Приготовление раствора

Для приготовления раствора полиакриламида ПОЛИФЛОК (С) с массовой долей 0,1 % навеску (m) в граммах рассчитывают по формуле

$$m = \frac{C \cdot P}{X},$$

где С=0,1 % – массовая доля ПОЛИФЛОКа (С) в растворе;

P=300 г – масса полученного раствора ПОЛИФЛОКа (С);

X – массовая доля нелетучих веществ в ПОЛИФЛОКе (С), %.

Рассчитанную навеску ПОЛИФЛОКа (С) взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака). В стакан наливают 300 г дистиллированной воды за вычетом массы навески ПОЛИФЛОКа (С), ставят на мешалку и навеску ПОЛИФЛОКа (С) засыпают в стакан. Растворяют до полной гомогенизации. Оценку растворения проводят визуально, переливая раствор из стакана в стакан.

##### 4.10.2.2 Проведение анализа.

100 см<sup>3</sup> раствора ПОЛИФЛОКа помещают в предварительно взвешенный стакан, взвешивают (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), добавляют 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают. Измеряют показатель активности водородных ионов, доводят его значение до  $(3,50\pm0,05)$  pH раствором соляной кислоты из бюретки. Затем титруют раствором гидроокиси натрия до показателя активности водородных ионов равного  $(8,00\pm0,05)$  pH с использованием микробюretки и блока автоматического титрования.

Одновременно проводят контрольное измерение с 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, выполняя те же операции, что и с рабочим раствором.

Допускается проводить титрование вручную.

#### 4.10.3 Обработка результатов

Молярную долю карбоксильных групп в ПОЛИФЛОКе(С) ( $X_2$ ) в процентах рассчитывают по формуле

$$X_2 = \frac{71 \cdot (V_1 - V_2) \cdot C \cdot 1/1000}{m - 23(V_1 - V_2) \cdot C \cdot 1/1000} \cdot 100,$$

где 71 - молярная масса акриламидного звена, г/моль;

$V_1$  - объём раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование рабочей пробы, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объём раствора гидроокиси натрия , израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$C$  – точная молярная концентрация раствора гидроокиси натрия  $c(\text{NaOH})=0,05$  моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  - масса полиакриламида, содержащаяся в 100 см<sup>3</sup> раствора ПОЛИФЛОКА (С) с массовой долей 0,1 %, взятого на испытание, г;

23 - грамм-молекулярная масса натрия;

1/1000 - переводной коэффициент из сантиметров кубических в дециметры кубические.

За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, расхождение между которыми не должно превышать допустимое расхождение равное 0,50 %.

Степень округления результата измерения 0,1 %.

Абсолютная суммарная погрешность измерения молярной доли карбоксильных групп выражается интервалом  $\Delta=\pm(0,20+0,05X_2)$  %, ( $X_2$ -результат измерения) при доверительной вероятности Р=0,95.

## 5 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1 ПОЛИФЛОК (С) транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида при температуре не выше 40 °С при условии предохранения продукта от атмосферных осадков.

ПОЛИФЛОК (Р) транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, при условии предохранения продукта от атмосферных осадков.

5.2 При транспортировании ПОЛИФЛОК (Р) в мешках без применения пакетирования мешки укладывают плотно один к другому в вертикальном положении в один слой по всей площади пола используемого транспортного средства.

5.3 ПОЛИФЛОК (С) хранят в крытых складских помещениях изготовителя (потребителя), исключающих попадание прямых солнечных лучей и влаги, при температуре не выше 40 °С.

ПОЛИФЛОК (Р) должен храниться в закрытых складских помещениях при температуре не выше 35 °С в закрытой таре во избежание его высыхания.

## **6 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

6.1 Изготовитель гарантирует соответствие ПОЛИФЛОК (С) и ПОЛИФЛОК (Р) требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2 Гарантийный срок хранения ПОЛИФЛОК (С) и ПОЛИФЛОК(Р) – два года со дня изготовления.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1

## ПЕРЕЧЕНЬ

документов, на которые даны ссылки в технических условиях

ГОСТ 8.010-2013	ГСИ. Метод выполнения измерений. Основные положения.
ГОСТ 12.0.004-90	ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
ГОСТ 12.4.021-75	ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования.
ГОСТ 12.4.028-76	ССБТ. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия.
ГОСТ 427-75	Линейки измерительные металлические. Технические условия
ГОСТ 684-78	Реактивы. Ацетамид. Технические условия.
ГОСТ 1625-89	Формалин технический. Технические условия
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.
ГОСТ 2226-2013	Мешки из бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия.
ГОСТ 2603-79	Реактивы. Ацетон. Технические условия.
ГОСТ 2991-85	Ящики дощатые неразборные для грузов массой до 500 кг. Общие технические условия.
ГОСТ 3022-80	Водород технический. Технические условия.
ГОСТ 3118-77	Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.
ГОСТ 4165-78	Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия.
ГОСТ 4199-76	Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия.
ГОСТ 4204-77	Реактивы. Кислота серная. Технические условия.
ГОСТ 4220-75	Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия
ГОСТ 4233-77	Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.
ГОСТ 4328-77	Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 4517-87	Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реагентов и растворов, применяемых при анализе.
ГОСТ 4457-74	Реактивы. Калий бромноватокислый. Технические условия
ГОСТ 4919.1-77	Реактивы и особо чистые вещества. Методы приго-

ГОСТ 6709-72	тования растворов индикаторов .
ГОСТ 8777-80	Вода дистиллированная. Технические условия.
	Бочки деревянные заливные и сухотарные.
	Технические условия.
ГОСТ 9078-84	Поддоны плоские. Общие технические условия
ГОСТ 9293-74	Азот газообразный и жидкий. Технические условия.
ГОСТ 9557-87	Поддон плоский деревянный размером 800x1200 мм.
	Технические условия.
ГОСТ 9980.2 -86	Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний.
ГОСТ 10163-76	Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10028-81	Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия.
ГОСТ 12302-83	Пакеты из полимерных и комбинированных материалов. Общие технические условия.
ГОСТ 12871-2013	Хризотил. Общие технические условия.
ГОСТ 14183-78	Стекло органическое часовое. Технические условия.
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов.
ГОСТ 14919-83	Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.
ГОСТ 17065-94	Барабаны картонные навивные. Технические условия.
ГОСТ 17308-88	Шпагаты. Технические условия.
ГОСТ 17537-72	Материалы лакокрасочные. Методы определения массовой доли летучих и нелетучих твердых и пленкообразующих веществ.
ГОСТ 17811-78	Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия.
ГОСТ	
ГОСТ 19360-74	Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия.
ГОСТ 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка.
ГОСТ 20010-93	Перчатки резиновые технические. Технические условия.
ГОСТ 21241-89	Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытания.
ГОСТ 21560.0-82	Удобрения минеральные. Методы отбора и подготовки проб.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
ГОСТ 25794.1-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования.
ГОСТ 25794.2-83	Реактивы. Методы приготовления титрованных рас-

ГОСТ 26381-84	тволов для окислительно-восстановительного титрования.
ГОСТ 27068-86	Поддоны плоские одноразового использования. Общие технические условия.
ГОСТ 27574-87	Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) 5-водный. Технические условия.
ГОСТ 27575-87	Костюмы женские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия.
ГОСТ 29169-91	Костюмы мужские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий. Технические условия.
ГОСТ 29227-91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.
ГОСТ 29251-91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.
ГОСТ 30090-93	Посуда лабораторная стеклянная. Бюretki. Часть 1. Общие требования.
ГОСТ Р 51999-2002	Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия.
ГОСТ Р 53228-2008	Спирт этиловый синтетический ректифицированный и денатурированный. Технические условия
ГН 2.1.5.1315-03	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.
ТУ 6-09-402-87	Гигиенические нормативы «Предельно допустимые концентрации (ПДК)» химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования.
ТУ 6-09-1678-86	2-пропанол (изопропиловый спирт). Химически чистый
ТУ 6-09-4711-81	Фильтры обеззоленные.
ТУ 6-09-5360-	Реактивы. Кальций хлористый (обезвоженный).
ТУ 6-52-18-90	Реактивы. Фенолфталеин ЧДА.
ТУ 6-52-22-90	Мешки-вкладыши пленочные для химических реагентов и продукции.
ТУ 25-11.834-80	Бочки полиэтиленовые для химической продукции.
ТУ 25-2021.003-88	Технические условия.
ТУ 25-1819.0021-90	Мешалка магнитная типа ММ-5.
ТУ 25-1894.003-90	Термометры ртутные стеклянные лабораторные.
	Секундомеры механические.

## Лист регистрации изменений и дополнений