


УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
АО «ХИМЭКС Лимитед»


В. А. Бобылев
« 19 » 03 2018 г

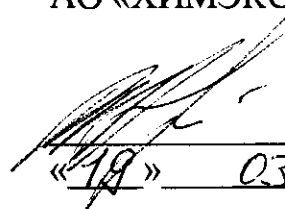
ИЗВЕЩЕНИЕ № 2
об изменении ТУ 2494-664-11131395-2010
Отвердитель марки УП-605/3

Дата введения – « 19 » 03 2018 г

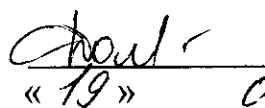
Количество листов –

Согласовано

Технический директор
АО «ХИМЭКС Лимитед»


В. В. Броневой
« 19 » 03 2018 г

Начальник ОТК
АО «ХИМЭКС Лимитед»


Г. А. Дольник
« 19 » 03 2018 г

Санкт-Петербург
2018

ИЗВЕЩЕНИЕ № 2
об изменении ТУ 2494-664-11131395-2010

Извещение № 1 отменить.

Подраздел 1.2 изложить в следующей редакции:

Таблица 1

Наименование показателя	Норма для сортов		Метод испытания
	высшего	первого	
1	2	3	4
1. Внешний вид	Кристаллический порошок от белого до коричневого цвета. При хранении допускается комкование		По п. 4.1
2 Интервал температур плавления, °С, в пределах	139-150	104-139	По п. 4.2
3 Массовая доля трехфтористого бора, %, в пределах	37-40	37-40	По п. 4.3
4 Массовая доля аминного азота, %, в пределах	7,4-8,6	7,4-8,6	По п. 4.3

Примечание: Высший сорт вводится в связи с использованием высококачественного импортного сырья.

Подраздел 2.6 изложить в следующей редакции

2.6 Все работники, занятые изготовлением, испытанием и применением отвердителя, должны быть обеспечены комплектом спецодежды и средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 и ГОСТ 12.4.103 в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, средствами защиты рук – резиновыми перчатками ГОСТ 20010, закрытыми защитными очками по ГОСТ 12.4.253. В аварийных ситуациях применяется фильтрующий противогаз марки А по ГОСТ 12.4.121.

Раздел 4. Методы контроля изложить в следующей редакции.

4.1 Определение внешнего вида

Внешний вид отвердителя определяют визуально.

4.2 Определение интервала температуры плавления.

Интервал температуры плавления определяют по ГОСТ 18995.4.

4.3 Определение массовой доли трёхфтористого бора и аминного азота.

4.3.1 Сущность метода

Определение содержания трёхфтористого бора и аминного азота проводят из одной навески раствора отвердителя марки УП-605/3 в диэтиленгликоле с массовой долей $(50 \pm 2) \%$. Метод основан на титровании в среде ацетона трёхфтористого бора раствором гидрата окиси калия в изопропиловом спирте. Амин, выделившийся при разложении комплекса щёлочью, титруют раствором бромистоводородной кислоты в ледяной уксусной кислоте. В сумме с амином титруется калиевая соль кислой борсодержащей примеси (продукта гидролиза BF_3) и избыток гидрата окиси калия, при титровании трёхфтористого бора, что учитывают в формуле расчёта массовой доли азота.

4.3.2 Средства измерений, приборы, посуда и реактивы:

- Весы лабораторные, соответствующие 2-му классу точности по ГОСТ Р 53228-2008 (или другие, имеющие идентичные метрологические характеристики);
- рН-метр;
- Электрод индикаторный стеклянный;
- Электрод сравнения типа ЭВЛ-1М1 или ЭВЛ-1М3, заполненный раствором хлорида калия или лития в метаноле; хранят электроды в дистиллированной воде;
- Мешалка магнитная ММ-3М или другого типа;
- Колбы Кн-1-1000-29/32 ТС ГОСТ 25336;
- Стаканы В-100 ТС ГОСТ 25336;
- Цилиндр 1-50 ГОСТ 1770;
- Бюретка 1-1-2-25 ГОСТ 29251;
- Колба 2-1000-2 ГОСТ 1770;
- Колба К-1-1000-29/32 ТС ГОСТ 25336;
- Колба двух- или трёхгорлая круглодонная вместимостью 250 см³ типа КГУ-2-2-250-29/32 или КГУ-3-2-250-29/32 ГОСТ 25336;
- Холодильник ХЩ-1-300-29/32 ХС ГОСТ 25336;
- Хлоркальциевая трубка с натронной известью или аскаритом;
- Ацетон ГОСТ 2603, ч. д. а;
- Спирт изопропиловый ТУ 6-09-402-81, х. ч.;
- Вода дистиллированная ГОСТ 6709;
- Диэтиленгликоль ГОСТ 10136, сорт высший;
- Кислота бензойная ГОСТ 10521; ч. д. а.;
- Кислота уксусная ГОСТ 61, ледяная, х. ч.;
- Тимоловый синий (индикатор) ТУ 6-09-3501-78, 1% раствор в диметилформамиде;

- Кристаллический фиолетовый (индикатор) ТУ 6-09-07-1758-92, 0,5% раствор в ледяной уксусной кислоте;
- Калий гидрофталат ТУ 6-09-09384-87, высушенный в течение двух часов при температуре 120°C;
- Калия гидроокись ГОСТ 24363, ч. д. а., раствор в изопропиловом спирте концентрации $C(\text{KOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$;
- Кислота бромистоводородная ГОСТ 2062, ч. д. а., раствор в ледяной уксусной кислоте концентрации $C(\text{HBr}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также отечественных или импортных реактивов, по качеству не ниже указанных.

4.3.3 Подготовка к анализу

4.3.3.1 Приготовление титрованного раствора гидроокиси калия

В круглодонной колбе вместимостью 1000 см³ в 650 см³ изопропилового спирта растворяют 4,7 г гидроокиси калия и раствор кипятят с обратным холодильником от 10 до 15 мин., предварительно защитив его от попадания CO₂ из воздуха, используя для этого хлоркальцевую трубку с натронной известью или аскаритом. Охлаждённый раствор оставляют на несколько часов для выпадения нерастворимого карбоната калия. Затем осторожно сливают раствор в ёмкость. Титр раствора устанавливают по бензойной кислоте. Для этого в колбе взвешивают около 0,1 г бензойной кислоты, растворяют в 10 см³ изопропилового спирта, прибавляют 5 см³ дистиллированной воды и титруют приготовленным раствором гидроокиси калия в изопропиловом спирте в присутствии индикатора тимолового синего до ярко-синего цвета.

4.3.3.2. Приготовление титрованного раствора бромистоводородной кислоты.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 100 см³ ледяной уксусной кислоты, приливают 15 см³ бромистоводородной кислоты, перемешивают и доливают до метки ледяной уксусной кислотой. Титр раствора устанавливают по гидрофталату калия. Для этого около 0,4 г гидрофталата калия растворяют в от 25 до 30 см³ ледяной уксусной кислоты, прибавляют 1 или 2 капли индикатора кристаллического фиолетового и титруют приготовленным раствором бромистоводородной кислоты до перехода окраски раствора в чисто-зелёную или потенциометрически до наибольшего изменения потенциала электрода.

4.3.3.3. Приготовление раствора отвердителя марки УП-605/3 в диэтиленгликоле

В двух- или трёхгорлую круглодонную колбу вместимостью 250 см³ вносят (25,0±1,0) г отвердителя и (25,0±1,0) г диэтиленгликоля, взвешенных с точностью до второго десятичного знака. Содержимое колбы подогревают до 60-80 °С на водяной бане и включают мешалку. Перемешивание при указанной температуре продолжают в течение от 1 до

колбы подогревают до 60-80 °С на водяной бане и включают мешалку. Перемешивание при указанной температуре продолжают в течение от 1 до 1,5 часов до образования гомогенного раствора. Приготовленный раствор анализируют после охлаждения его до комнатной температуры.

4.3.4 Проведение анализа

В стакане для титрования взвешивают от 0,1 до 0,3 г раствора, приготовленного по п. 4.3.3.3 настоящих технических условий. Навеску растворяют в 30 см³ ацетона. Стакан с содержимым устанавливают на магнитную мешалку и титруют потенциометрически 0,1 моль/дм³ раствором гидроокиси калия в изопропиловом спирте, добавляя его по 0,2 см³. Титрование ведут до получения двух скачков изменения потенциала индикаторного электрода (ΔE_1 и ΔE_2), которым соответствует объём титранта V_1 и V_2 . При отсутствии ΔE_1 (и соответственно V_1) в формуле расчёта X_1 вместо V_1 используют V_2 .

По достижении второго скачка изменения потенциала электрода прибавляют ещё 4 или 5 порций титранта и замечают общий объём израсходованной щёлочи (V_3).

Затем для определения азота содержимое стакана титруют раствором бромистоводородной кислоты в присутствии 2-3 капель индикатора тимолового синего, добавляя титрант по 0,2 см³. Титрование ведут до изменения окраски индикатора на розовый цвет, не исчезающей в течение 15-20 с, совпадающий со скачком потенциала индикаторного электрода в точке эквивалентности (ΔE_3). Замечают объём титранта (V_4).

4.3.5 Вычисление результатов определений

4.3.5.1 Массовую долю трёхфтористого бора (X) и массовую долю азота (X_1) в процентах вычисляют по формулам:

$$X = \frac{V_2 \cdot K_1 \cdot 0,00678 \cdot 100 \cdot A}{mB}, \quad (1)$$

$$X_1 = \frac{(V_4 \cdot K_2 - (V_3 - V_1) \cdot K_1) \cdot 0,0014 \cdot 100 \cdot A}{mB}, \quad (2)$$

где V_1 , V_2 – объём 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование пробы анализируемого отвердителя, соответствующий первому и второму скачку изменения потенциала электрода, см³;

V_3 – общий объём 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_4 – объём 0,1 моль/дм³ раствора бромистоводородной кислоты, израсходованный на титрование пробы анализируемого отвердителя, см³;

K_1 – поправочный коэффициент к 0,1 моль/дм³ раствору гидроокиси калия;

K_2 – поправочный коэффициент к 0,1 моль/дм³ раствору бромистоводородной кислоты;

m – масса навески анализируемого отвердителя, г;

0,00678 – титр точно 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия по трёхфтористому бору, г/см³;

0,0014 – титр точно 0,1 моль/дм³ раствора бромистоводородной кислоты по азоту, г/см³;

A – масса приготовленного раствора УП-605/3 в диэтиленгликоле, г;

B – масса УП-605/3 в приготовленном растворе, г.

4.3.5.2 Результат анализа по трёхфтористому бору вычисляют до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Результат анализа по азоту вычисляют до второго и округляют до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трёх параллельных определений, абсолютное значение расхождения между наиболее отличающимися значениями которых не превышает значения допускаемого расхождения, равного 1,0 % для трёхфтористого бора и 0,5 % для азота.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результата анализа $\pm 1,2$ % для трёхфтористого бора и $\pm 3,5$ % для азота при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.4. Упаковку и маркировку проверяют визуально.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное) изложить в следующей редакции:

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

ПЕРЕЧЕНЬ НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ, на которые даны ссылки в настоящих ТУ

Обозначение НД	Наименование НД
1	2
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
ГОСТ 12.4.011-89	ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация
ГОСТ 12.4.103-83	ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация
ГОСТ 12.4.121-2015	ССБТ. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

1	2
ГОСТ 12.4.253-2013	ССБТ. Средства индивидуальной защиты глаз
ГОСТ 9980.2-86	Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний
ГОСТ 18995.4-73	Продукты химические органические. Методы определения интервала температуры плавления
ГОСТ 61-75	Кислота уксусная. Технические условия
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
ГОСТ 2062-77	Кислота бромистоводородная. Технические условия
ГОСТ 2603-79	Реактивы. Ацетон. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 10136-77	Диэтиленгликоль. Технические условия
ГОСТ 10521-78	Реактивы. Кислота бензойная. Технические условия
ГОСТ 14192-96	Маркировка грузов
ГОСТ 19433-88	Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 20010-93	Перчатки резиновые технические. Технические условия
ГОСТ 29251-91	Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки
ГОСТ 24363-80	Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ Р 53228-2008	Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
ТУ 2297-002-05761883-98	Тара полимерная
Правила перевозки грузов и Устав железных дорог РФ, МПС, изд. «Транспорт», М., 1983 г.	
Правила перевозки грузов автомобильным транспортом, изд. «Транспорт», 1984 г.	
Руководство по грузовым перевозкам на внутренних воздушных линиях РФ, изд. МГА, 1984 г.	
Правила перевозки грузов водным транспортом РФ, изд. «Транспорт», М., 1984 г.	
Правила безопасности морской перевозки генеральных грузов, М., ЦРН «Морфлот», 1988 г.	