

Д Е Р Ж А В Н И Й С Т А Н Д А Р Т У К Р А І Н И

СМОЛИ ЕПОКСИДНО-ДІАНОВІ
НЕОТВЕРЖДЕНІ

Технічні умови

ДСТ України 2093-92

СМОЛЫ ЭПОКСИДНО-ДИАНОВЫЕ
НЕОТВЕРЖДЕННЫЕ

Технические условия

(ГОСТ 10587-93)
ИУ ДСТУ 12-93, с.21

ОКП 22 2511

Чинний від 01.01.94

Даний стандарт розповсюджується на не отверджені епоксидно-діанові смоли, що являють собою суміші розчинних і плавких реакційно-здатних олигомерних продуктів на основі епіхлоргідрину і дифенілолпропану та встановлює вимоги до смол /з урахуванням галузі призначення/, виготовлених для потреб народного господарства і для постачання на експорт.

Епоксидно-діанові не отверджені смоли можуть переводитись у несплавкий і нерозчинний стан дією затверджуючих агентів різного типу /аліфатичні та ароматичні ді- і поліаміни, низькомолекулярні поліаміди, ди- та полікарбонові кислоти та їх ангідриди, фенолоформальдегідні смоли, затверджувачі каталітичного типу та інші/.

Смоли використовуються у електротехнічній, радіоелектронній промисловості, авіа-, судо- та машинобудуванні, у будівництві та в інших галузях народного господарства як компонент заливних і просочуючих компаундів, клеїв, герметиків, зв'язуючих для армованих пластиків и т.д.

У залежності від галузі призначення стандарт передбачає встановлення обов'язкових та рекомендованих показників /див. примітки до табл. 1 та 2/.

І. МАРКИ ТА ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

І.1. Залежно від фізико-хімічних властивостей встановлюються такі марки епоксидно-діанових смол: ЕД-24Е, ЕД-22Е, ЕД-20Е.

Найменування показника	Норма для марки							Метод випробування
	ЕД-24Е ОКП 22 25ІІ	ЕД-22Е ОКП 22 25ІІ	ЕД-20Е ОКП 22 25ІІ	ЕД-17Е ОКП 22 25ІІ	ЕД-16Е ОКП 22 25ІІ	ЕД-8п ОКП 22 25ІІ	ЕД-7п ОКП 22 25ІІ	
1. Зовнішній вигляд	Низьков'язка прозора		В'язка	прозора	Тверда прозора			За п.4.2
2. Колір за заліснокобальтовою шкалою /за Гарднером/, не більше	3	3	3	3	3	3	3	За ГОСТ 19266 і п.4.3
3. Масова частка епоксидних груп, %	23,0-24,3	22,4-23,6	20,0-21,5	17,2-18,7	16-17,5	8,8-10	7,2-8,2	За ДСТ України 2087 і п.4.4
4. Масова частка неорганічного хлору, %, не більше	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,002	0,002	За ДСТ України 2088.1 і п.4.5
5. Масова частка легко омилюваного хлору, %, не більше	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	За ДСТ України 2088.2 і п.4.6
6. Масова частка гідроксильних груп, %, не більше	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	-	-	За ГОСТ 17555- і п.4.8
7. Масова частка летких речовин, %, не більше	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	За ГОСТ 22456 і п.4.9
у т.ч. епіхлоргідрину	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	За п.4.10
воли	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	За п.4.10
8. Динамічна в'язкість, Па·с, при /25±0,1/°C	7,0-11,0	10,0-14,0	15,0-19,0					За ГОСТ 28593- і п.4.11.1
/50±0,1/°C	-	-	-	10,0-15,0	14-18	-	-	
/120±0,1/°C	-	-	-					
9. Температура розм'якшення за методом "зілля і куля", °C, не вище	-	-	-	-	-	0,5-2,0/4,0-7,5		За ГОСТ 25276 і п.4.11.2
10. Час жорсткості /с 4,4'-діамінодифенілметаном/, хв.	15-25	15-20	14-19				60-70 70-80	За ГОСТ 11506
				13-18	12-16	10-14	-	За ГОСТ 28593 і п.4.12

Примітки: 1. Для випуску смол вказаних марок повинні поставитися епіхлоргідрин вищого сорту і дифенілолпропан марки А.
2. Норми за п.10 є факультативними протягом року з моменту введення ДСТ в дію.

Найменування показника	Норма для				марки				Метод випробування
	ЕД-22 ОКП 22 25II	ЕД-20 ОКП 22 25II	ЕД-18 ОКП 22 25II	ЕД-16 ОКП 22 25II	ЕД-14 ОКП 22 25II	ЕД-12 ОКП 22 25II	ЕД-10 ОКП 22 25II	ЕД-8 ОКП 22 25II	
1. Зовнішній вигляд	Низьков'яз- ка прозора	В'язка прозора	Високов'язка прозора	Тверда прозора					За п.4.2
2. Колір за залізно-ко- бальтовою шкалою /за Гарднером/, не більше	5	5	5	5	5	5	5	5	За ГОСТ 19266 і п.4.3
3. Масова частка епоксид- них груп, %	22,0-24,0	20,0-22,1	18,0-20,2	16,0-18,1	14,0-16,1	12,0-14,1	10,0-12,3	8,0-10,2	За ДСТ України 2087 і п.4.4.
4. Масова частка неор- ганічного хлору, %, не більше	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	0,003	За ДСТ України 2088.І і п.4.5
5. Масова частка омилю- ваного хлору, %, не більше	0,4	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,4	За ДСТ України 2088.3 і п.4.7
6. Масова частка гідро- кислих груп, %, не більше	1,0	1,8	2,3	2,7	3,0	3,5	4,0	-	За ГОСТ 17555 і п.4.3
7. Масова частка летких речовин, %, не більше	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	За ГОСТ 22456 і п.4.9
у т.ч. епіхлоргідрину	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	За п.4.10
8. Динамічна в'язкість, Па·с, при /25±0,1/°C	7-12	12-20	15-25	-	-	-	-	-	За ГОСТ 28593 і п.4.11
/50±0,1/°C	-	-	-	15-20	20-40	-	-	-	
/70±0,1/°C	-	-	-	-	-	40-80	-	-	
9. Температура розм'яг- чення за методом "кільце та кудя", °C, не вище	-	-	-	-	-	-	-	-	
10. Час желювання з мале- иновим антипретком, ч, не менше	18,0	4,0	3,5	3,0	2,5	2,0	2,0	2,0	За ГОСТ 11506

Примітка: Норма за п.8 для марки ЕД-12 є факультативною

протягом I року з моменту введення ДСТ в дію.

ЕД-17Е, ЕД-16Е, ЕД-8п, ЕД-7п - смоли підвищеної чистоти, призначені для електроізоляційних матеріалів, матеріалів із пониженою корозійною активністю; ЕД-22, ЕД-20, ЕД-18, ЕД-16, ЕД-14, ЕД-12, ЕД-10, ЕД-8 - смоли загального призначення.

1.2. Позначення марок смол складається із букв: Е - епоксидна, Д - діанова /дифенілпропанова/; цифр, які вказують /умовно/ нижню межу норми вмісту епоксидних груп.

Для смол підвищеної якості після цифр додають букви: "п" - для твердих смол і "с" - для смол низько- й середньомолекулярних.

1.3. За фізико-хімічними показниками епоксидно-діанові смоли повинні відповідати вимогам і нормам, вказаним у табл. 1 /смоли підвищеної чистоти/ і табл. 2 /смоли загального призначення/.

2. ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

2.1. Епоксидно-діанові смоли у відповідності до критеріїв ГОСТ 12.1.007 за інгаляційною дією комплексу летких залишкових домішок відносяться до 2-го класу небезпеки /за аналогією зі смолою ЕД-20 ГДК у повітрі робочої зони - 1 мг/м^3 за епіхлоргідринном, ГОСТ 12.1.005/.

2.2. Норми допустимого загального вмісту летких домішок та епіхлоргідрину включені в табл. 1 і 2, п. 7. Методи визначення сумарного вмісту летких домішок та епіхлоргідрину описані в шп. 4.9 та 4.10.

2.3. Контроль вмісту летких домішок у повітрі робочої зони виробничих приміщень здійснюють за ведучим компонентом - епіхлоргідринном, у відповідності з методичними вказівками - МУ № 1706-77, МУ № 2715-83, чи за іншими вказівками, що затверджені в установленому порядку. Періодичність контролю - 1 раз у місяць /ГОСТ 12.1.005/.

2.4. При одноразовому нанесенні на шкіру і слизову оболонку ока епоксидно-діанові смоли роздражничуючої дії не чинять. Після повторних аплікацій на шкіру відмічається виражена роздражничуюча дія, що зменшується із збільшенням молекулярної маси /і, відповідно, зменшенням епоксидного числа/. Шкірно-резорбтивної дії не виявлено, проте при проникненні через шкіру смоли здатні викликати слабкий сенсibiлізуючий ефект. Кумулятивні властивості та видова відмінність при дії смол мало виражені.

Біологічна активність смол зменшується із збільшенням молеку-

лярної маси і зниженням епоксидного чісла /Санітарні правила № 5159-89/.

2.5. У процесі переробки /до 200°C/ епоксидно-діанові смоли не деструкують і не окислюються.

2.6. Епоксидно-діанові смоли не є вибухово-небезпечними, але горять при внесенні в джерело вогню. Температура спалаху - 270-305°C, температура запалення - 280-330°C, температура самозапалення - 450-485°C. Пожаронебезпечні властивості $T_{\text{сп}}$, $T_{\text{запал.}}$, $T_{\text{самозапал.}}$ знижуються із збільшенням молекулярної маси.

2.7. При відбиранні проб, випробуваннях та переробці смол належить додержуватись вимог Санітарних правил № 5159-89 та № 4783-88:

2.7.1. У основних виробничих приміщеннях по переробці смол необхідно передбачати загальнообмінну приточно-втяжну та місцеву втяжку /від джерел скучених виділень/ механічну вентиляцію, у допоміжних /склади незатверджених смол/ - загальнообмінну приточно-втяжну вентиляцію.

У виробничих приміщеннях, де проводять роботи по переробці смол, не допускається рециркуляція повітря у системах приточної вентиляції та повітряного опалення.

Виробничі приміщення повинні бути забезпечені засобами контролю повітряного середовища.

2.7.2. Працівники повинні забезпечуватися спеціальною із бавовняної тканини та засобами індивідуального захисту, що відповідають вимогам ГОСТ 12.4.011.

При виконанні робіт, що пов'язані із можливістю випадкового забруднення рук незатвердженими смолами, необхідно наносити на шкіру рук перед роботою "спеціальні" захисні пастки типу "ІЗР-І", "Біологічні рукавички", ПМ-І та інші, у відповідності до галузевих Типових положень.

У випадку попадання смоли на шкіру її необхідно негайно усунути фільтрувальним папером чи ватним /марлевым/ тампоном, змоченим 5%-ним содовим розчином, а потім змити теплою водою з милом. Забороняється застосовувати для змивання смоли з рук ацетон чи інші органічні розчинники.

2.7.3. Працівники, що виконують операції, пов'язані з можливістю попадання пилу у зону дихання /подрібнення твердих смол, приготування порошкових епоксидних композицій та робота з ними/ по-

винні забезпечуватися протипильовими респираторами типу ШБ-І "Лепесток" /ГОСТ 12.4.028/ та інш. у відповідності до галузевих Типових положень.

2.7.4. У приміщеннях, де проводять роботи і зберігають смоли, забороняється використовувати відкрите полум'я. Електроустаткування повинно бути виконане у відповідності до Правил улаштування електроустаткування. Засоби тушіння: розширена вода, вуглекислотні та порошкові вогнегасники, пар, інертний газ, асбестове полотно, пісок повинні вибиратися відповідно до правил безпечного ведення робіт, затверджених в установленому порядку.

2.8. Охорона навколишнього середовища.

2.8.1. Сточні води і відходи при використанні смол не утворюються.

При встановленні повної непридатності до переробки : /п. 6,2/- відсутність епоксидного числа, смоли відправляють на термічне знешкодження. При цьому повинні бути виконані вимоги санітарних правил № 3185-84.

2.8.2. Під впливом різних речовин і факторів повітряного середовища епоксидно-діанові смоли не утворюють токсичних з'єднань.

2.8.3. Контроль вмісту шкідливих речовин в атмосферному повітрі населених пунктів при роботі з епоксидно-діановими смолами ведуть по ведучому компоненту летких домішок - епіхлоргідрину, у відповідності з "Руководством по методам определения вредных веществ в атмосферном воздухе" /М., "Медицина", 1974. - с. 172/ чи іншим методичним вказівкам, затвердженим в установленому порядку.

ЦДК епіхлоргідрину в атмосферному повітрі населених пунктів - 0,2 мг/м³ у відповідності зі "Списком ЦДК загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест" № 3086-84, п. 290.

2.8.4. Вимоги до санітарної охорони навколишнього середовища з розділами 12 Санітарних правил № 5159-89 і № 4783-88 та інших нормативних актів, затверджених в установленому порядку.

У кожному конкретному випадку розробляють комплекс природоохоронних заходів у відповідності до наведених Санітарних правил з урахуванням специфіки і об'єму споживання.

3. ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

3.1. Епоксидно-діанові смоли приймають партіями. Партією рахують кількість смоли однієї марки, виготовлену за одну технологічну операцію чи за обмежений період часу, але не більше, ніж

10 т і супроводжену одним документом про якість. Змішувати потрібно однорідні за якістю смоли. При транспортуванні смоли в цистернах за партію беруть кожну цистерну.

Документ про якість повинен містити:
назву чи товарний знак підприємства-виробника;
назву марки і коду ОКП смоли;
номер партії, кількість одиниць продукції в партії, масу нето;
дату виготовлення;
результати проведених випробувань чи підтвердження відповідності якості смоли вимогам цього стандарту;
позначення даного стандарту.

Документ про якість смоли, що відправляють на експорт, повинен відповідати вимогам замовлення наряду зовнішньоторгової організації.

3.2. Для перевірки якості епоксидно-діанової смоли на відповідність її показників вимогам даного стандарту відбирають 10% одиниць продукції, але не менше, ніж три одиниці.

Для перевірки відповідності якості епоксидно-діанових смол вимогам стандарту встановлюють приймально-здавальні, періодичні і типові випробування.

Приймально-здавальним випробуванням піддають кожну партію смоли за показниками шп. 1-5,7 /масова частка летких речовин/, 8-10 табл. 1 і шп. 1-4,7 /масова частка летких речовин/, 8-10 табл. 2.

Періодичні випробування проводять поквартально за п. 6 і п. 7 /масова частка води/ табл. 1 і п. 6 табл. 2.

Контроль смол за шп. 5, 7 /масова частка епіхлоргідрину/ табл. 2 і п. 7 /масова частка епіхлоргідрину/ табл. 1 проводять у типових випробуваннях.

Типові випробування проводять при зміні технологічного процесу отримання, а також при заміні вихідної сировини.

Протоколи періодичних і типових випробувань подають споживачу на його запит.

3.3. При отриманні незадовільних результатів випробувань хоча б з одного показника, проводять повторні випробування за цим показником на подвоєному об'ємі вибірки, узятої з тієї ж партії.

Результати повторних випробувань розподіляються на всю партію.

3.4. При отриманні незадовільних результатів випробувань, які проводять періодично, виробник проводить випробування кожної партії до отримання позитивних результатів не менше, ніж на двох партіях підряд.

4. МЕТОДИ ВИПРОБУВАНЬ

4.1. Відбирання проб проводиться за ГОСТ 9980.2.

4.2. Зовнішній вигляд епоксидно-діанової смоли визначають візуально. Смолу наливають у пробірку П2-2I-200 ХС за ГОСТ 25336: та проглядають її у проходячому світлі. Смоли марок ЕД-ІБЕ, ЕД-І6, ЕД-І4, ЕД-І2, ЕД-І0, ЕД-8, ЕД-8п, ЕД-7п попередньо нагрівають у термошафі при температурі 100-120°C та наливають у пробірку. Пробірку зі смолою витримують на бані з рідким середовищем чи в термошафі при температурі 100-120°C для виведення бульбашок повітря, які заважають визначенню. Потім пробірку охолоджують до кімнатної температури та оглядають у проходячому світлі.

4.3. Визначення кольору за залізо-кобальтовою шкалою /шкала Гарднера/ проводять за ГОСТ І9266. Тверді смоли аналізують у вигляді розчину в діоксані /ГОСТ І0455/ з масовою часткою 30%.

4.3.І. Контроль епоксидно-діанових смол за залізо-кобальтовою шкалою можна визначати наступним чином:

4.3.І.І. Апаратура, реактиви

Пробірки П2 2I-200 ХС за ГОСТ 25336, ампули із пробірок П2 2I-200 ХС.

Піпетки 4-І32/-І,2; 6-І/2/-5,І0,25 та 2-І/2/-50 за ГОСТ 20292.

Колба 2-І00-2 за ГОСТ І770.

Колба К_д-І-І00-29/32 ТС за ГОСТ 25336.

Штативи до пробірок та ампул.

Кислота соляна за ГОСТ 3ІІ8, ч.д.а.

Залізо хлорне за ГОСТ 4І47, ч.д.а.

Кобальт хлористий за ГОСТ 4525, ч.д.а.

Діоксан /окис діетилену/ за ГОСТ І0455, ч.

Вода дистильована за ГОСТ 6709.

4.3.І.2. Приготування розчину порівняння

Розчин соляної кислоти /І:І7/ готують, змішуючи об'єм концентрованої соляної кислоти густиною І,І9 г/см³ із І7 об'ємами води.

Розчин хлористого кобальту готують, розчиняючи хлористий кобальт у розчині соляної кислоти /І:І7/ при відношенні їхніх мас 5:І,2, відповідно.

Розчин хлорного заліза готують, розчиняючи хлорне залізо у розчині соляної кислоти /1:17/ при відношенні їх мас 5:1,2, відно-
відно.

У мірні колби місткістю 100 см³ приливають відповідно до табл. 3 точно відміряну кількість розчинів порівняння, доводять до позначки приготовленою соляною кислотою /1:17/ і ретельно пе-
ремішують. З кожної колби у підготовлені ампули переносять по 30 см³ розчину. Ампули запакують та зберігають у темному місці при кімнатній температурі. На кожну ампулу наклеюють етикетку, на якій зазначають номер розчину порівняння /табл. 3/.

Ампули з розчином придатні до використання протягом року.

4.3.1.3. Проведення випробування

У пробірку заливають випробувану смолу /із в'язкістю не вище 30 Па·с при 25°C/ і порівнюють інтенсивність забарвлення із за-
барвленням розчинів порівняння. Для цього пробірку із смолою помі-
щають між розчинами, які за забарвленням найбільше відповідають
кольору смоли. Визначення проводять на білому фоні у проходячому
світлі. Високою в'язкі смоли необхідно попередньо розігріти при тем-
пературі 70-80°C, залити у пробірку і охолодити до кімнатної тем-
ператури. Допускають відтінки: рожевий, зеленкуватий та ін.

Колір твердих епоксидно-діанових смол визначають у вигляді
розчинів у діоксані з масовою концентрацією 30% /розчинення про-
водять при температурі 60-70°C/.

Колір образчика смоли позначають номером відповідного розчи-
ну порівняння, зазначеним на етикетці /табл. 3/. Якщо колір є про-
міжним між кольорами двох номерів, то відмічають обидва номери.

4.4. Визначення масової частки епоксидних груп проводять за
ДСТ України 2087, зворотнім методом. Допускається визначати масо-
ву частку епоксидних груп прямим методом /ДСТ 2087/. При цьому
слід враховувати, що при прямому методі отримане значення масової
частки епоксидних груп перевищує /приблизно на 0,2-0,8%/ аналогічну
величину, отриману зворотнім методом.

4.5. Визначення масової частки неорганічного хлору /йону хло-
ру/ проводять за ДСТ України 2088.1.

4.6. Визначення масової частки легко омилюваного хлору про-
водять за ДСТ України 2088.2.

4.7. Визначення масової частки омилюваного хлору проводять
за ДСТ України 2088.3.

Таблиця 3

Номер розчину порівняння	Об'єм залізо-кобальтового розчину, см ³		Номер розчину порівняння	Об'єм залізо-кобальтового розчину, см ³		Номер розчину порівняння	Об'єм залізо-кобальтового розчину, см ³	
	хлорного заліза	хлористого кобальту		хлорного заліза	хлористого кобальту		хлорного заліза	хлористого кобальту
1	0,13	0,19	7	1,68	1,68	13	16,4	9,9
2	0,19	0,29	8	2,47	1,98	14	21,9	13,2
3	0,29	0,43	9	3,3	2,6	15	29,1	17,4
4	0,43	0,64	10	5,1	3,6	16	37,8	22,8
5	0,64	0,96	11	7,4	5,3	17	51,3	25,6
6	0,99	1,29	12	10	7,5	18	100	-

4.8. Визначення масової частки гідроксильних груп проводять за ГОСТ 17555.

Для смол з масовою часткою гідроксильних груп менше 1% /ЕД-24Е, ЕД-22Е, ЕД-22/ застосовують метод ІК-спектроскопії: ГОСТ 17555, розд. 6, 7.

4.9. Визначення масової частки летких речовин проводять за ГОСТ 22456, температура сушіння - $/130 \pm 2^{\circ}\text{C}$, час - 50 хв., навивка - 5 г.

Допускається застосовувати стаканчики СВ 24/10; час сушіння - 25 хв., температура сушіння - $/150 \pm 2^{\circ}\text{C}$, маса навивки - 1 г.

4.10. Визначення масової частки води та епіхлоргідрину

Визначення масової частки води та епіхлоргідрину /ЕХГ/ в епоксидно-діанових смолах проводять методом газо-рідинної хроматографії з використанням детектора з теплопровідності та сорбента на основі полісорба - І, модифікованого 12% поліетилентетрагідропінату.

Кількісні розрахунки проводять методом внутрішнього стандарту, використовують в якості останнього гептан.

4.10.1. Засоби вимірювання, устаткування, реактиви

Терези аналітичні з похибкою зважування не більше 0,0002 г.

Терези лабораторні загального призначення з похибкою зважування не більше 0,1 г.

Секундомір.

Інтегратор І-02, І-05 чи будь-який інший автоматичний інтегратор чи вимірювальна лупа за ГОСТ 25706.

Мильноплівковий виміривач витрат.

Хроматограф газовий серії "Цвет" чи будь-який інший з детектором із теплопровідності.

Колонка хроматографічна набивна довжиною 2 м та внутрішнім діаметром 3 мм.

Лінійка металева вимірювальна за ГОСТ 427.

Мікрошприц МШ-10 із ціною ділення 0,2 мм³. Можливе використання мікрошприців більшого об'єму /виробництва закордонних фірм/.

Шпатель металевий тонкий.

Скальпель медичний.

Чашка випарювальна за ГОСТ 9147, № 5 чи № 6.

Колби Кн-І-100 чи 50-І4/23 ТС за ГОСТ 25336.

Бюкси за ГОСТ 25336.

Циліндр І-25 за ГОСТ 1770.

Полімерний адсорбент: полісорб-І /0,1-0,25 мм/.

Нерухома фаза: поліетиленглікольадипінат /ПЕГА/.

Газ-носіє: гелій газоподібний.

Повітря, кл. І за ГОСТ 17433.

Вода дистильована за ГОСТ 6709 чи вода еквівалентної чистоти.

Гептан

Хлороформ за ГОСТ 20015 ч.д.а.

Диметилформамід за ГОСТ 20289 - ч., осушений.

Барію окис, прожарений.

Калію гідрат окису технічний за ГОСТ 9285, вищого ґатунку.

Епіхлоргідрин /ЭКГ/ технічний за ГОСТ 12844.

Ацетон за ГОСТ 2603, ч.д.а.

4.10.2. Підготовка до випробування

4.10.2.1. Підготування сорбенту для хроматографічної колонки.

Сорбент готують шляхом просочування полісорбу-І розчином нерухомої фази.

Нерухоому фазу наносять на полісорб-І слідуючим чином: полісорб /16 см³/ зважують у бюксі з точністю не менше 0,1 г. Щільно закритий бюкс з полісорбом кладуть в морозильну камеру холодильника на 0,5-1,0 год. Зважують ПЕГА у кількості 12% від маси полісорбу і розчиняють його в 23-25 см³ хлороформу /чи ацетону/.

Охолоджений полісорб переносять у чисту суху випаровальну чашку та змочують його розчином ПЕГА. Надлишок хлороформу видаляють при продуванні слабким струменем азоту $/20-30 \text{ см}^3/\text{хв.}/$ та постійним перемішуванням тонким металевим шпателем чи скальпелем, не допускаючи стирання зерен сорбенту.

Оброблений таким чином сорбент у щільно закритому биксі знову поміщають у морозильну камеру на 0,5–1,0 год.

4.10.2.2. Заповнення хроматографічної колонки

Хроматографічну колонку промивають ацетоном, осушують, щільно закривають кінці і поміщають у морозильну камеру холодильника.

Чисту суху охолоджену хроматографічну колонку заповнюють сорбентом за допомогою вакууму /чи стиснутого повітря/, попередньо затулівши приєднаний до вакууму /чи протилежний від джерела стиснутого повітря/ кінець колонки тампоном із скловолокна, закритим з внутрішньої сторони тоненькою шовковою тканиною чи капроном. Рівень сорбенту після заповнення повинен бути на 4–5 мм нижче верхнього кінця колонки, котрий також ущільнюють скловолокном.

4.10.2.3. Кондиціонування хроматографічних колонок

Підготовлену за п. 4.10.2.2. колонку встановлюють у термостат хроматографа і, не під'єднуючи її вихідний кінець до детектора, кондиціонують у режимі програмування температури $50-220^\circ\text{C}$ із швидкістю нагрівання 2°C за хв. Витрати газоносіїв підтримують при цьому на рівні не менш, ніж $25 \text{ см}^3/\text{хв.}$ Після досягнення 220°C сорбент витримують при цій температурі 8–10 годин.

Монтаж, налагодження та вивід приладу на робочий режим проводять відповідно до інструкції до приладу.

4.10.2.4. Режим градування та роботи хроматографа

Хроматограми знімають при таких умовах:

температура термостату колонок, $^\circ\text{C}$ – 160

температура термостату детектора, $^\circ\text{C}$ – 220

температура випарника, $^\circ\text{C}$ – 260

об'ємні витрати гелію, $\text{см}^3/\text{хв.}$ – 50

струм моста детектора, мА – 160

швидкість руху діагравної стрічки, $\text{мм}/\text{год}$ – 240

об'єм введеної проби, мм^3 – 10–15.

У залежності від типу приладу й ефективності колонки допускається змінювати умови аналізу з метою досягнення найбільш селективного розділення компонентів.

Порядок виходу піків зображений на мал. 1.

4.10.2.5. Щоб уникнути попадання в хроматографічну колонку смолистих речовин напіяну трубку випарника заповнюють скловолоконом, яке замінюють через 30-40 дозувань.

/У моделях хроматографів, які не мають виладки в випарнику, скловолокон заповнюють вхідну частину /5-6 см/ хроматографічної колонки, яке замінюють через 20-30 дозувань/.

4.10.2.6. "Тренування" хроматографічної колонки

Для підвищення точності та відтворюваності кількісних визначень проводять "тренування" колонки. Процес полягає в багаторазовому дозуванні /в режимі випробування/ епіхлоргідрину з ціллю насичення поверхневих центрів сорбента і апаратури та пригнічення поверхневої адсорбції. Цю операцію здійснюють доти, доки покази детектора по ЕХГ та воді не стануть відтворюваними.

4.10.2.7. Очищення диметилформаміду

Для очищення та висушення N, N' -диметилформамід протягом 2-3-х годин струщують з КОН, а потім перегають під вакуумом над прожареним СаО чи ВаО.

Зберігають очищений диметилформамід в темному місці чи в склянці з темного скла.

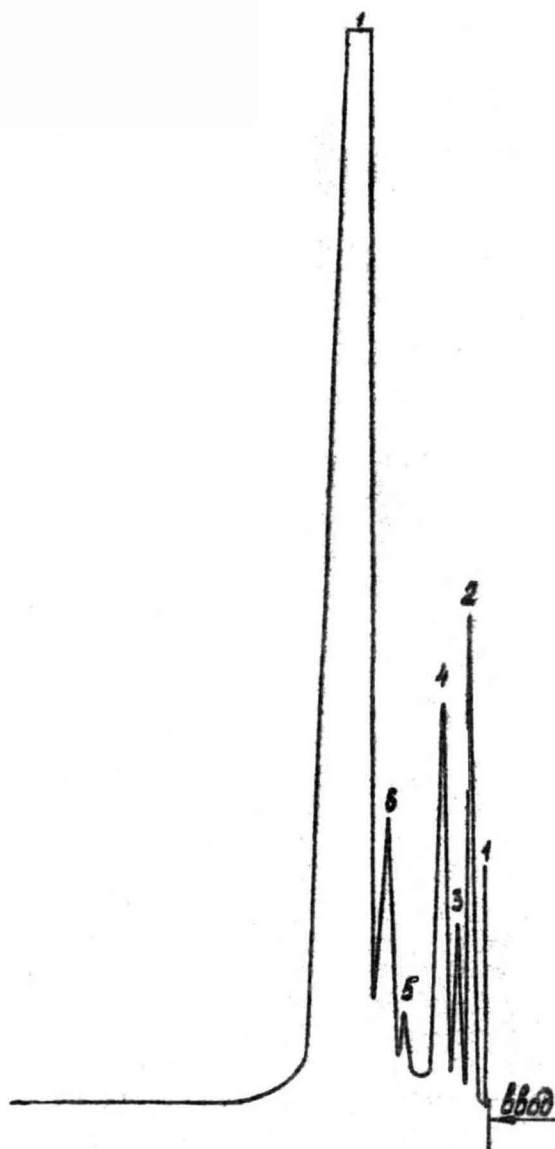
4.10.2.8. Визначення вмісту води в очищеному диметилформаміді

Визначення залишкової води в диметилформаміді здійснюють методом газової хроматографії, для цього записують його хроматограму в режимі аналізу /п. 4.10.2.4, доза 4-5 мкл, чутливість 1/.

Потім до наважки диметилформаміду, який аналізується, масою 0,5-1,0 г, що беруть з точністю не менше 0,0002 г, додають 0,002-0,004 г дистильованої води. Наважку води беруть за допомогою мікрошприца, який зважують спочатку з дозою води /2-4 мкл/, а потім порожній, кожного разу перед зважуванням ущільнюючи кінець голки за допомогою гумової прокладки для випарника. Після ретельного перемішування вміст колби аналізують у попередньому режимі, суворо дотримуючись рівності дозованого об'єму.

Масову частку води /Со/ в ДМФА у процентах розраховують за формулою

$$C_o = \frac{\Delta m \cdot 100}{m \left(\frac{S_{H_2O}}{S_{DMF}} - 1 \right)},$$



Мал. 1. Хроматограма смоли ЕД-8 у диметилформам;
1 - повітря; 2 - вода; 3 - ізопропиловий спирт;
4 - гептан; 5 - епіхлоргідрин; 6 - толуол; 7 -
диметилформамід

де

Δm — додаток дистильованої води, г;

m — наважка очищеного диметилформаміду, г;

S_{H_2O} / S'_{H_2O} — параметр піку води на хроматограмі перед і після додавання дистильованої води до проби, що аналізують.

4.10.2.9. Калібрування детектора

Масову частку ЕХГ та води визначають методом внутрішнього стандарту /гептан/ з урахуванням поправкових коефіцієнтів. Щоб їх знайти, готують суміш з точно дозованими концентраціями ЕХГ та води в ДМФА, які близькі до їх концентрацій у пробах смоли, що аналізуються /ЕХГ — 0,01 + 0,02; вода — 0,05 + 0,1% мас./ . Розчинником служить осушений диметилформамід. Готують декілька таких штучних сумішей /3-4/, до яких додають суворо дозовані кількості гептану. Найнижча концентрація гептану не повинна бути меншою, ніж концентрація ЕХГ, а найвища не повинна переважати його чотирикратного вмісту у суміші. Суміші, які отримали, після ретельного перемішування хроматографують в умовах випробування /п. 4.10.2.4/.

Розраховують за формулою

$$K = \frac{S_{cm} \cdot m_i}{S_i \cdot m_{cm}}$$

де S_i та S_{cm} — площа піку компоненту, що аналізується, та внутрішнього стандарту в штучній суміші, відповідно;

m_i та m_{cm} — маса наважки компоненту, що аналізується, та стандарту в штучній суміші, відповідно, г.

Площі піків розраховують як добуток висоти піку на його ширину, яку вимірюють на половині висоти /при відсутності магнітного інтегратора/. Дозування проводять тричі, вираховуючи площу як середнє арифметичне трьох визначень.

Калібрування детектора за визначенням компонентом потрібно повторювати щоразу, коли змінюється сорбент і умови аналізу.

4.10.3. Проведення визначення

Наважку смоли, що аналізують, масою 1-5 г беруть з точністю не менше 0,0002 г, розчиняють у 1-5 см³ очищеного диметилформаміду /допускається підігрів/ та додають 0,002-0,004 г гептану, який зважують з точністю не менше 0,0002 г. Наважку гептану беруть мікрошприцем, зважуючи його з внутрішнім стандартом /2-5 мл/ та без нього, щоразу перед зважуванням ущільнюють кінець голки за допомо-

гом резинової прокладки від випарника. Вміст колби ретельно перемішують, беруть шприцем 10 см³ суміші и вводять у випарник хроматографа. Для прискорення виходу піку диметилформаміду допускається підвищення температури термостату колонок у момент виходу піку розчинника до 200°C.

4.10.4. Обробка результатів

4.10.4.1. Масову частку /С/ ЕХГ та води у % розраховують за формулою:

$$C = \frac{S_i \cdot K \cdot R}{S_{cm}} \cdot 100,$$

де R – відношення маси внутрішнього стандарту /гептану/ до маси проби смоли, що аналізується.

За результат виміру приймають середнє арифметичне трьох визначень, абсолютна розбіжність між найбільш відмінними значеннями не перевершує 0,003% – для епіхлоргідрину та 0,03% – для води.

Границя відносної сумарної похибки результату вимірювання – $\pm 9,5\%$ для епіхлоргідрину, та $\pm 11,3\%$ для води при довірчій імовірності 0,95.

4.11. Визначення динамічної в'язкості

4.11.1. Визначення динамічної в'язкості епоксидних смол марок ЕД-8п, ЕД-7п, ЕД-14, ЕД-12, ЕД-10.

Динамічну в'язкість твердих смол визначають за ГОСТ 25276.

Температура визначення $/120 \pm 0,5/^\circ\text{C}$ і $/50 \pm 0,5/^\circ\text{C}$, час термостатування проби – 10–15 хв., кут відносного обертання реєструють через 10–12 хв., діапазон швидкостей зсуву 11,1–540 с⁻¹.

Швидкість зсуву вибирають так, щоб у положенні і ручки перемикача діапазону швидкостей ухиł стрілки індикаторного приладу становив не менше 10 поділок шкали.

При вимірюванні в'язкості на одній пробі з однією швидкістю зсуву результати окремих вимірювань не повинні відрізнятись від середнього арифметичного значення більше, ніж на 2% одиниць шкали приладу.

Границя відносної сумарної похибки $\pm 15\%$.

4.11.2. Визначення динамічної в'язкості низько- та середньомолекулярних смол /марки ЕД-24 – ЕД-16/.

Динамічну в'язкість визначають за ГОСТ 28593 п. 2.3.3.

Густина при відповідній температурі, кг/м³

ЕД-24 - II64/25 °С ЕД-20 - II66/25°С ЕД-16 - II55/50°С
 ЕД-22 - II65/25 °С ЕД-18 - II50/50°С

За результат приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних вимірювань, розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,8 Па.с.

Результат вираховують з точністю до другого десятикового знаку.

Границя відносної сумарної похибки результатів двох паралельних визначень при довірчій ймовірності $P = 0,95$ дорівнює $\pm 5\%$.

Допускається визначати динамічну в'язкість за ГОСТ 28593 - п. 2.3.1 і п. 2.3.2.

4.12. Визначення часу жалювання з малеїновим ангідридом

4.12.1. Засоби вимірювання, апаратура, реактиви

Терези лабораторні 4-го класу з межою зважування до 200 г за ГОСТ 24104.

Термометр з ціною поділок $0,1^{\circ}\text{C}$ за ГОСТ 28498.

Секундомір.

Кулька сталева за ГОСТ 3722 діаметром 7,938 мм.

Пробірка П2-2I-200ХС за ГОСТ 25336.

Стакани 2,3 за ГОСТ 9147.

Ангідрид малеїновий, ч.д.а.

Гліцерин за ГОСТ 6259, ч.

Рідина поліетилсилоксанова за ГОСТ 13004.

4.12.2. Підготовка до випробування

30 г смоли, що аналізують, зважують у фарфоровому стакані місткістю 50 см^3 і нагрівають у термошафі при $100\pm 1^{\circ}\text{C}$ до утворення гомогенного розплаву.

Наважку малеїнового ангідриду в грамах /г/ на 100 г смоли вираховують за формулою:

$$m = X \frac{M_0}{M}$$

де M_0 - молекулярна маса затверджувача /для малеїнового ангідриду - 98/;

M - молекулярна маса епоксидної групи - 43;

X - кількість епоксидних груп у 100 г смоли даної партії, у грамах, яка відповідає масовій частці епоксидних груп смоли даної партії.

Наважку малеїнового ангідриду зважують з точністю не менше

0,01 г у стакані місткістю 150 см³, прикривають стакан часовим склом і розплавляють наважку у термошафі при температурі не вище 80°C до утворення гомогенного розплаву.

4.12.3. Проведення випробування

Розплавлений малеїновий ангідрид вводять у розігріту смолу, ретельно розмішують і композицію заливають у пробірку. Пробірку ставлять у термостат, заповнений гліцерином чи поліетилсілоксановою рідиною, з температурою $100 \pm 1^\circ\text{C}$ та витримують при цій температурі до переходу композиції з рідкотекучого стану в гелеподібний, коли сталевя кулька, яку кидають у суміш, проходить через весь шар суміші більше ніж за 15 с.

Першу кульку після змішування епоксидно-діанової смоли з малеїновим ангідридом у пробірку кидають через наступні інтервали для марок:

ЕД-22 — 8 ч, ЕД-20 — 4 ч, ЕД-16, ЕД-14 — 2 ч, ЕД-10, ЕД-8 — 1 ч.

Після цього вимірювання продовжують таким чином: для епоксидно-діанових смол ЕД-24, ЕД-22, ЕД-20 і ЕД-16 кульки кидають через кожну годину, а для смол марок ЕД-14, ЕД-10 і ЕД-8 — через кожні 0,5 год. За результат вимірювання приймають час з моменту змішування смоли з затверджувачем до досягнення такої в'язкості, коли кулька через весь шар композиції пройде більше ніж за 15 с.

Час желювання можна визначати по моменту переходу композиції з рідкотекучого стану в гелеподібний за положенням меніску композиції в пробірці. Для цього через вказані вище часові інтервали пробірку нахиляють на $45-75^\circ$ від вертикального положення в будь-яку сторону та спостерігають за положенням меніску. Якщо протягом 15 с він не змінить свого положення відносно осевої лінії пробірки, то цей момент необхідно зафіксувати.

При розходженнях, які виникли в оцінці, час желювання визначають за допомогою кульки.

4.13. Визначення часу желювання з 4,4-діамінодифенілметаном /ДАДМ/.

4.13.1. Приготування проби

4.13.1.1. Засоби вимірювання, апаратура, реактиви

Терези лабораторні загального призначення з похибкою зважування не більше 0,002 г:

Секундомір.

Термошафа.

Колба КН-25-14/23 за ГОСТ 25336.

Стакан СН-85/15, СВ-24/10 за ГОСТ 25336.

Ацетон за ГОСТ 2603.

4,4'-діамінодіфенілметан.

4.13.1.1. Приготування проби

У колбі зважують $10,00 \pm 0,02$ г смоли, що аналізується, додають $5,0 \pm 0,1$ г ацетону, ретельно перемішують до утворення однорідного розчину /тверді смоли попередньо прогріваять при $40-50^{\circ}\text{C}$ /, закривають шліфованою пробкою і нагрівають до $40-50^{\circ}\text{C}$.

У стакан зважують розраховану кількість 4,4'-діамінодіфенілпропану /ДАДМ/:

$$g = \frac{198 \cdot E_4}{43 \cdot 4 \cdot 10}$$

де g - кількість ДАДМ на 10 г смоли;

198 - молекулярна маса ДАДМ;

4 - функційність ДАДМ;

43 - г-еквівалент епоксидної групи;

E_4 - масова частка епоксидних груп смоли, що аналізується;

10 - наважка смоли, що аналізується.

Зважений затверджувач нагрівають у шафі до повного розплавлення /при температурі $\sim 100^{\circ}\text{C}$ /. Потім при перемішуванні скляною паличкою до затверджувача додають розчин смоли і перемішують протягом 0,5-1 хв.

4.13.2. Проведення випробування

Випробування проводять відповідно до ГОСТ 28593, розмір ячеї: діаметр - 20 мм і глибина - 8 мм, температура випробування - $120 \pm 21^{\circ}\text{C}$, об'єм проби, яку вносять піпеткою в ячеїку - 1 см^3 .

4.13.3. Обробка результатів

За результат випробування приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних визначень, округлене до цілих хвилин. Окремі результати випробувань не повинні відрізнятися більше, ніж на 10% від середнього арифметичного значення.

5. УПАКУВАННЯ, МАРКУВАННЯ, ТРАНСПОРТУВАННЯ ТА ЗБЕРІГАННЯ

5.1. Епоксидно-діанові смоли упаковують у фляги ФСЦ /разового використання/ за ГОСТ 5799 і ФА 40 за ГОСТ 5037, барабани БГОІА₂-50 і БГОІА₁-50 за ГОСТ 5044, сталеві зварні бочки БСІ-100Ц,

БСІ-200Ц за ГОСТ 13950, бочки оцинковані 2-х типів за ГОСТ 6247.

Між посадковими кромками кришок і капсулей лючків та капсул барабанів виконання А₁ потрібно проложити ущільнюючий матеріал, який забезпечує герметичність, захищає від проникнення вологи і не вступає в реакцію зі смолою.

Епоксидно-діанові смоли марок ЕД-20 і ЕД-16 можна упаковувати в барабани, які виготовляють із оцинкованої сталі, виконання А типу II за ГОСТ 5044 і герметизовані додатковим промащуванням позовного та обох закатних швів мастилом на основі епоксидної смоли. Барабани перевіряють на герметичність опресуванням надлишковим тиском 0,02 МПа /0,2 кгс/см²/.

Смоли марок ЕД-8, ЕД-7п запаковують у барабани БТОІА₂-50 і БТОІА₁-50 за ГОСТ 5044.

Епоксидно-діанові смоли в барабанах БТО типу II, призначені для експорту, запаковують у дерев'яні ящики чи ящики з ДВП. Можна запаковувати епоксидно-діанові смоли в інший вид тари, яку встановлюють за нормативно-технічною документацією, затвердженою у встановленому порядку, що забезпечує збереження продукції та захищає від проникання вологи.

5.2. Транспортне маркування – за ГОСТ І4І92 із нанесенням додаткових даних:

маніпуляційних знаків "Оберігати від вологи", "Верх", "Герметична упаковка";

назви чи товарного знаку підприємства-виробника;

назви марки і коду ОКП;

номеру партії;

кількості одиниць продукції;

маси бруто і нето;

дати виготовлення;

позначення чинного стандарту.

За комплексом фізико-хімічних і токсикологічних властивостей епоксидно-діанові смоли за ГОСТ І9433 не класифікуються.

Епоксидно-діанові смоли, призначені для експорту, маркують відповідно до вимог зовнішньоторговельних об'єднань.

5.3. Епоксидно-діанові смоли транспортують транспортом усіх видів у критих транспортних засобах відповідно до правил перевезення вантажів, які діють на транспорті даного виду.

Пакування, маркування та перевезення епоксидно-діанових смол, які відправляють у райони Крайньої Півночі та важкодоступні райони, за ГОСТ 15846.

За узгодженням зі споживачем можливе транспортування смоли ЕД-20 у залізничних цистернах із нижнім зливом.

На залізниці смоли транспортують у пакетованому вигляді за ГОСТ 21650, ГОСТ 24597.

Формування пакетів епоксидно-діанових смол, зашакованих у металеві фляги, барабани та бочки, здійснюється на плоских двонастилових піддонах за ГОСТ 9078 і на піддонах одноразового використання за ГОСТ 26381 чи іншою нормативно-технічною документацією, затвердженою у встановленому порядку.

Формування та зкріплення пакетів на піддонах відповідно до ГОСТ 26663.

За узгодженням зі споживачем допускається транспортування смол у нестандартних місткостях об'ємом 2,5–5 м³, які встановлені на автомашині, в автоцистернах виготовлених з хромнікелю чи алюмінію.

5.4. Епоксидно-діанові смоли зберігають у щільно закритій тарі в критих складських приміщеннях при температурі не вище 40°C.

6. ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

6.1. Виробник гарантує відповідність епоксидно-діанової смоли вимогам даного стандарту при дотриманні умов зберігання та транспортування.

6.2. Гарантійний термін зберігання епоксидно-діанових смол встановлюють один рік, а для марки ЕД-20 – півтора року від дня виготовлення.

По закінченні гарантійного терміну зберігання епоксидно-діанові смоли використовують за призначенням після перевірки їх якості.

ІНФОРМАЦІЙНІ ДАНІ

1. РОЗРОБЛЕНИЙ ТА ВНЕСЕНИЙ Українським науково-дослідним інститутом пластичних мас ОПРАЦЮВАЛИ
М. С. К л е б а н о в, докт. техн. наук; А. М. Д а р а г а н,
канд. техн. наук; Т. В. Т ж а ч у к, канд. хім. наук; Х е й-
х е л з І. І.

розділ 2

- А. М. Ш е в ч е н к о, докт. мед. наук; Я. П. Я в о р і в с ь-
к и й, докт. мед. наук; М. І. В е р е м і й, канд. мед. наук
2. ЗАТВЕРДЖЕНИЙ ТА ВПРОВАДЖЕНИЙ у дію Постановою Держкомітету України зі стандартизації, метрології та сертифікації від 25.12.92 № 140
3. ЗАРЕЄСТРОВАНИЙ Українським науково-виробничим центром зі стандартизації, метрології та сертифікації за № 081/002071 від 4.02.93
4. Термін першої перевірки - 1998 р., періодичність перевірки - 5 років
5. Перегляд ГОСТ 10587-84
6. НОРМАТИВНО-ТЕХНІЧНІ ДОКУМЕНТИ, НА ЯКІ Є ПОСИЛАННЯ

Позначення НДТ, на який є посилання	Номер пункту, підпункту, перерахування, додатку
ГОСТ 12.1.005-83	2.2; 2.3
ГОСТ 12.1.007-76	2.1
ГОСТ 427-75	4.10.1
ГОСТ 1770-74	4.10.1
ГОСТ 2603-79	4.10.1
ГОСТ 3722-81	4.12.1
ГОСТ 5037-78	5.1
ГОСТ 5044-79	5.1
ГОСТ 5799-78	5.1
ГОСТ 6247-79	5.1
ГОСТ 6259-75	4.12.1
ГОСТ 6709-	4.10.1
ГОСТ 8677-76	4.10.1

Позначення НТД, на який є посилання	Номер пункту, підпункту перерахування, додатку
ГОСТ 9078-84	5.3
ГОСТ 9147-80	4.10.1; 4.12.1
ГОСТ 9285-78	4.10.1
ГОСТ 9980,2-86	4.1
ГОСТ 10455-80	4.3
ГОСТ 11506-73	1.3 /табл. 1 та 2/
ГОСТ 12844-78	4.10.1
ГОСТ 13004-77	4.12.1
ГОСТ 13950-91	5.1
ГОСТ 14192-77	5.2
ГОСТ 15846-79	5.3
ГОСТ 17433-80	4.10.1
ГОСТ 17555-72	1.3; 4.6
ГОСТ 19266-79	1.3; 4.3
ГОСТ 19433-88	5.2
ГОСТ 20015-88	4.10.1
ГОСТ 20289-74	4.10.1
ГОСТ 21650-76	5.3
ГОСТ 24104-88	4.12.1
ГОСТ 24597-81	5.3
ГОСТ 25276-82	1.3; 4.11.1
ГОСТ 25336-82	4.2; 4.10.1; 4.12.1; 4.13.1
ГОСТ 25706-83	4.10.1
ГОСТ 26381-84	5.3
ГОСТ 26663-85	5.3
ГОСТ 28498-90	4.12.1
ГОСТ 28593-90	1.3; 4.11.2; 4.13.2
ГОСТ 28498-90	4.12.1
ДСТ України 2087-92	4.4
ДСТ України 2088.1-92	4.5
ДСТ України 2088.2-92	4.6
ДСТ України 2088.3-92	4.7