ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71309— 2024

Оптика и фотоника

КЛЕИ ОПТИЧЕСКИЕ

Типовые технологические процессы приготовления

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт физической оптики, оптики лазеров и информационных оптических систем Всероссийского научного центра «Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова» (ФГУП «НИИФО-ОЛИОС ВНЦ «ГОИ им. С.И. Вавилова») и Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 296 «Оптика и фотоника»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 апреля 2024 г. № 503-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения. 4
4 Требования к производственным помещениям, оборудованию, материалам и реактивам. 4
5 Подготовка лабораторной посуды 5
6 Типовые технологические процессы приготовления оптических клеев 6
7 Параметры клеев и их контроль 34
8 Требования безопасности 35
Приложение А (рекомендуемое) Оборудование, материалы и реактивы 38
Приложение Б (обязательное) Детали установки для вакуумной перегонки 44
Приложение В (рекомендуемое) Подготовка лабораторной посуды на водяной бане 51
Приложение Г (обязательное) Условия хранения и правила использования дициклогексилового эфира надугольной кислоты 52
Приложение Д (обязательное) Метод определения содержания основного компонента в дициклогексиловом эфире надугольной кислоты 54
Приложение Е (обязательное) Перекристаллизация дициклогексилового эфира надугольной кислоты 55
Приложение Ж (справочное) Определение кислотного числа ненасыщенного полиэфира ПГМА 56
Приложение И (справочное) Технические характеристики винилацетата, используемого для приготовления клея 57
Приложение К (справочное) Технические характеристики катализатора К-18, используемого для приготовления клея 58
Приложение Л (справочное) Очистка этилового эфира (удаление перекисей) 59
Библиография 60

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Оптика и фотоника

КЛЕИ ОПТИЧЕСКИЕ

Типовые технологические процессы приготовления

Optics and photonics. Optical adhesives.
Typical technological processes of make adhesives

Дата введения — 2025—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на оптические клеи, предназначенные для склеивания оптических деталей (далее — клеи), и устанавливает типовые технологические процессы (ТТП) их приготовления.

Настоящий стандарт распространяется на оптические клеи следующих типов по ГОСТ 14887: пихтовый бальзам, бальзамин, бальзамин-М, бальзамин-М2, акриловый, ОК-50П, ОК-72ФТ$_5$, ОК-72ФТ$_{15}$, ММА, ОК-90М, УФ-235М, УФ-215, УФ-215М, ТКС-1, ОК-50ПК.

Настоящий стандарт также распространяется на оптические клеи следующих типов: ИК-1М, КМС, ОК-80, ООК-1, ОК-72ФТ$_5$С, ОК-72ФТ$_{15}$С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.1.003 Система стандартов безопасности труда. Шум. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.012 Система стандартов безопасности труда. Вибрационная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.002 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

Издание официальное

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.026 Система стандартов безопасности труда. Цвета сигнальные, знаки безопасности и разметка сигнальная. Назначение и правила применения. Общие технические требования и характеристики. Методы испытаний

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 244 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 892 Калька бумажная. Технические условия

ГОСТ 902 Натрия бисульфит технический (водный раствор). Технические условия

ГОСТ 1341 Пергамент растительный. Технические условия

ГОСТ 1625 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2222 Метанол технический. Технические условия

ГОСТ 2239 Лампы накаливания общего назначения. Технические условия

ГОСТ 2290 Бальзам пихтовый. Технические условия

ГОСТ 2405 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2652 Калия бихромат технический. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3885 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4568 Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5100 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5791 Масло льняное техническое. Технические условия

ГОСТ 5855 Реактивы. N, N-диметиланилин. Технические условия

ГОСТ 6318 Натрий сернокислый технический. Технические условия

ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 8313 Этилцеллозольв технический. Технические условия

ГОСТ 8728 Пластификаторы. Технические условия

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9410 Ксилол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 10003 Стирол. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 10558 Кислота адипиновая. Технические условия

ГОСТ 10587 Смолы эпоксидно-диановые неотвержденные. Технические условия

ГОСТ 11153 Ангидрид малеиновый технический. Технические условия

ГОСТ 11683 Пиросульфит натрия технический. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12844 Эпихлоргидрин технический. Технические условия

ГОСТ 13835 Каучук синтетический термостойкий низкомолекулярный СКТН. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14887 Клеи оптические. Типы

ГОСТ 14888 Бензоила перекись техническая. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15150 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 16756 Эфир бутиловый метакриловой кислоты (бутилметакрилат). Технические условия

ГОСТ 17139 Стекловолокно. Ровинги. Технические условия

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18270 Кислота уксусная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 19627 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

ГОСТ 19808 Стекло медицинское. Марки

ГОСТ 20010 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20282 Полистирол общего назначения. Технические условия

ГОСТ 20370 Эфир метиловый метакриловой кислоты. Технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 20491 Изопропилбензол технический. Технические условия

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 24615 Циклогексанон технический. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 26460 Продукты разделения воздуха. Газы. Криопродукты. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 28780 Клеи полимерные. Термины и определения

ГОСТ 28869 Материалы оптические. Методы измерения показателя преломления

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29298 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 30494 Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях

ГОСТ 34060 Инженерные сети зданий и сооружений внутренние. Испытание и наладка систем вентиляции и кондиционирования воздуха. Правила проведения и контроль выполнения работ

ГОСТ Р 12.0.001 Система стандартов безопасности труда. Основные положения

ГОСТ Р 51769 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Документирование и регулирование деятельности по обращению с отходами производства и потребления. Основные положения

ГОСТ Р 52108 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Основные положения

ГОСТ Р 52615 Компрессоры и вакуумные насосы. Требования безопасности. Часть 2. Вакуумные насосы

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55710 Освещение рабочих мест внутри зданий. Нормы и методы измерений

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 58373 Оптика и фотоника. Лазеры и лазерное оборудование. Термины и определения

ГОСТ Р 58577 Правила установления нормативов допустимых выбросов загрязняющих веществ проектируемыми и действующими хозяйствующими субъектами и методы определения этих нормативов

ГОСТ Р 59641 Средства противопожарной защиты зданий и сооружений. Средства первичные пожаротушения. Руководство по размещению, техническому обслуживанию и ремонту. Методы испытаний на работоспособность

ГОСТ Р 59972 Системы вентиляции и кондиционирования воздуха общественных зданий. Технические требования

ГОСТ Р 71311 Оптика и фотоника. Клеи оптические. Методы контроля и испытаний клеевых соединений

ГОСТ Р 71312 Оптика и фотоника. Клеи оптические. Общие технические условия

СП 30.13330 «СНиП 2.04.01—85* Внутренний водопровод и канализация зданий»

СП 44.13330 «СНиП 2.09.04-87 Административные и бытовые здания»

СП 52.13330 «СНиП 23-05—95* Естественное и искусственное освещение»

СП 56.13330 «СНиП 31-03—2001 Производственные здания»

СП 60.13330 «СНиП 41-01—2003 Отопление, вентиляция и кондиционирование воздуха»

СП 112.13330 «СНиП 21-01—97* Пожарная безопасность зданий и сооружений»

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил) в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку. Сведения о действии сводов правил целесообразно проверить в Федеральном информационном фонде стандартов.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 58373 и ГОСТ 28780, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **уваривание живицы:** Процесс удаление из эфирного раствора живицы растворителя и части терпенов на перегонной установке.

4 Требования к производственным помещениям, оборудованию, материалам и реактивам

4.1 Требования к производственным помещениям

4.1.1 ТТП приготовления клеев проводят в отдельном помещении.

Производственные помещения должны быть оборудованы вентиляцией и отоплением в соответствии с требованиями СП 60.13330, водопроводом с горячей и холодной водой по СП 30.13330, в соответствии с нормами проектирования освещения по СП 52.13330, оснащены всем необходимым оборудованием, реактивами и материалами для выполнения работ.

Помещение для приготовления клеев должно быть оборудовано общеобменной вентиляцией, создающей избыточное давление в помещении, и местной вытяжной вентиляцией со скоростью отвода воздуха от рабочих мест не менее 0,3 м/с.

4.1.2 Производственные помещения должны соответствовать требованиям СП 56.13330, ГОСТ 30494.

Вспомогательные помещения должны соответствовать требованиям СП 44.13330, бытовые помещения — требованиям для третьей группы производственных процессов согласно нормам проектирования административных и бытовых зданий по СП 44.13330.

В технически обоснованных случаях при соблюдении действующих норм безопасности, охраны труда и охраны окружающей среды допускается проводить приготовление клеев в помещениях, не отвечающих нормам проектирования производственных или вспомогательных помещений, или в зданиях, не относящихся к категории промышленных предприятий.

Если технологический процесс не предполагает иного, то в помещениях для изготовления клеев обеспечивают нормальные климатические условия по ГОСТ 15150.

4.1.3 Вентиляционные установки должны быть выполнены в соответствии с требованиями ГОСТ 34060, ГОСТ Р 59972.

4.1.4 Воздуховоды местных отсосов должны очищаться в соответствии с требованиями, указанными в ГОСТ Р 59972.

4.1.5 Освещенность рабочих поверхностей в помещениях для приготовления клеев должна соответствовать требованиям ГОСТ Р 55710.

4.1.6 Помещение должно быть оборудовано кранами с холодной и горячей водой и фонтанчиками с холодной водой.

4.1.7 Помещение должно быть просторным и легкодоступным для мытья и обеспыливания. Полы в помещении, в котором проводят приготовление клея, должны быть огнестойкими, ровными, нескользкими и легко подвергаться влажной уборке. Уборку помещений следует проводить два раза в день или согласно техническому регламенту предприятия.

4.2 Требования к оборудованию, реактивам и материалам

4.2.1 Оборудование, необходимое для приготовления клеев, должно соответствовать технологической и эксплуатационной доккументации.

4.2.2 Материалы, реактивы и оборудование, применяемые при нанесении просветляющих покрытий, приведены в приложении А.

Реактивы и материалы для изготовления клея должны соответствовать требованиям нормативных документов (НД) и использоваться при наличии паспортов качества и паспортов безопасности.

Материалы, реактивы и оборудование, необходимые для приготовления клеев конкретных типов, приведены в соответствующем подразделе.

Компоненты установок для вакуумной перегонки приведены в приложении Б.

4.2.3 Лабораторная посуда должна быть изготовлена из химически стойкого стекла по ГОСТ 21400 и ГОСТ 19808 или иных подходящих материалов.

5 Подготовка лабораторной посуды

5.1 Новую лабораторную посуду по ГОСТ 23932 последовательно:

- промывают водопроводной водой с небольшим количеством кальцинированной соды по ГОСТ 5100 при температуре от 60 °С до 70 °С;
- промывают водопроводной водой;
- промывают дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144;
- споласкивают техническим этиловым спиртом марки А по ГОСТ Р 55878 или ацетоном техническим марки А по ГОСТ 2603, или иным растворителем, обеспечивающим необходимую чистоту лабораторной посуды.

5.2 Посуду и пробирки, бывшие в употреблении, заливают ацетоном х. ч. по ГОСТ 2603 и выдерживают в течение нескольких часов, затем промывают свежим ацетоном. Если после промывки ацетоном остаются следы загрязнений, то посуду и пробирки промывают дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144, хромовой смесью (раствором 5 %-ного бихромата калия по ГОСТ 2652 в серной кислоте), приготовленной по ГОСТ 4517, этиловым спиртом по ГОСТ Р 55878 или моют другим подходящим способом. Затем вымытые посуду и пробирки обрабатывают на водяной бане (см. приложение В) в течение 4 ч.

5.3 После обработки лабораторной посуды на водяной бане ее в течение двух часов сушат при температуре 100 °С.

5.4 Стеклянные пористые фильтры по ГОСТ 23932 последовательно обрабатывают петролейным эфиром по ГОСТ 22300 или этиловым эфиром по ГОСТ 22300, дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144, хромовой смесью (раствором 5 %-ного бихромата калия по ГОСТ 2652 в серной кислоте), приготовленной по ГОСТ 4517, дистиллированной водой, этиловым спиртом по ГОСТ Р 55878 и

опять этиловым эфиром по ГОСТ 22300 или ацетоном х. ч. по ГОСТ 2603 и высушивают при температуре от 60 °С до 70 °С. Хранят стеклянные пористые фильтры в эксикаторе. Фильтр с забитыми порами прожигают в плавильной печи в муфеле или муфельной печи при температуре 400 °С.

Примечание — Для обеспечения необходимой чистоты лабораторной посуды допускается проводить ее подготовку другими способами.

5.5 До обеспыливания фильтрата фильтр предварительно промывают спиртом этиловым по ГОСТ Р 55878 или ГОСТ 17299 или эфиром по ГОСТ 22300, затем фильтр покрывают целлофаном и высушивают при температуре от 60 °С до 70 °С.

5.6 Стеклянную посуду, используемую при изготовлении клеев, ежедневно до начала работы проверяют на наличие повреждений.

6 Типовые технологические процессы приготовления оптических клеев

6.1 Приготовление клея «пихтовый бальзам»

6.1.1 Общие требования

Пихтовый бальзам является термопластичным оптическим клеем.

Синтезируют пихтовый бальзам из пихтовой живицы по ГОСТ 2290 путем ее специальной очистки и последующей отгонки растворителя и части терпенов.

ТТП приготовления пихтового бальзама состоит из следующих операций:

- очистки пихтовой живицы и добавления пластификатора;
- приготовления клея «пихтовый бальзам» (удаления из эфирного раствора живицы растворителя и части терпенов в вакууме).

6.1.2 Очистка пихтовой живицы и добавление пластификатора

Живицу массой 400 г растворяют в 300 $см^3$ этилового (или петролейного) эфира по ГОСТ 22300, переносят в стеклянную делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$, добавляют дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144 объемом 150 $см^3$ и взбалтывают до образования эмульсии. Уровень объема раствора отмечают меткой. После отстаивания воду сливают, а в оставшийся в делительной воронке раствор живицы прибавляют эфир до метки и снова промывают. Промывание раствора живицы повторяют до нейтральной реакции промывных вод по 1 %-ному раствору метилоранжа, приготовленному по ГОСТ 4919.1.

Перед фильтрованием в течение суток проводят сушку раствора живицы над сульфатом натрия (натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166), из расчета 250 г сульфата натрия на 400 г живицы.

В промытый раствор добавляют эфира до метки и от 3 до 5 раз фильтруют через бумажный складчатый фильтр. После каждого фильтрования в раствор живицы до первоначального уровня добавляют эфир.

Перед последним фильтрованием в раствор живицы прибавляют пластификатор — рафинированное отбеленное льняное масло по ГОСТ 5791 или льняное рафинированное отбеленное масло для живописи.

Количество добавляемого пластификатора в зависимости от требуемой твердости бальзама, в пересчете на первоначальную массу живицы, приведено в таблице 1.

Таблица 1 — Зависимость твердости клея от массы пластификатора

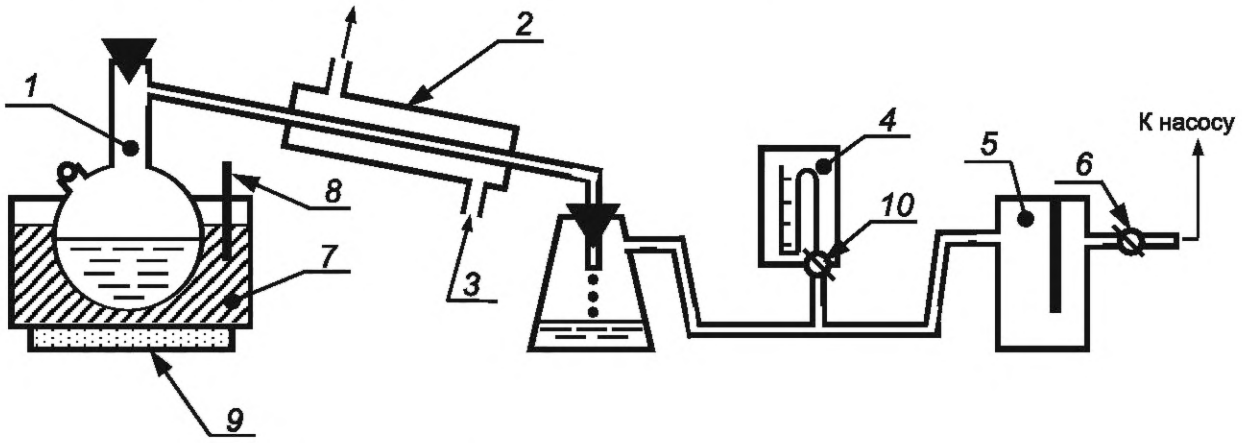
Твердость бальзама по ГОСТ 2290	Масса пластификатора, %
Твердый	От 4,0 до 5,0
Средний	От 6,0 до 8,0
Мягкий	От 8,0 до 10,0

Эфирный раствор живицы с пластификатором переливают через фильтр в перегонную колбу.

Примечание — Для предотвращения потемнения бальзама в процессе удаления терпенов хранение подготовленного к перегонке эфирного раствора живицы более 10 дней не допускается.

6.1.3 Приготовление клея

Удаление из эфирного раствора живицы растворителя и части терпенов (уваривание живицы) производят на установке, схема которой представлена на рисунке 1.



1 — перегонная колба; *2* — холодильник; *3* — приемная колба; *4* — ртутный манометр; *5* — предохранительная склянка; *6* — трехходовой кран; *7* — баня (водная при отгонке растворителей, воздушная при отгонке терпенов); *8* — термометр; *9* — электроплита; *10* — стеклянный кран

Рисунок 1 — Схема установки для уваривания живицы

Уваривание живицы проводят при температуре от 60 °С до 70 °С и нормальном атмосферном давлении согласно ГОСТ 15150.

Отгонку растворителя продолжают до тех пор, пока в приемную колбу не перестанет поступать растворитель. Как правило, продолжительность отгонки составляет от 1 до 3 ч.

После отгонки растворителя водяную баню заменяют на воздушную, включают вакуумный насос (на рисунке 1 показан вывод, подключаемый к насосу), достигают вакуума в пределах от 0,3 до 2,0 КПа (от 2 до 15 мм рт. ст.) и постепенно поднимают температуру воздушной бани до 240 °С для отгонки терпенов.

Продолжительность уваривания живицы (отгонки растворителей и терпенов) в зависимости от требуемой твердости бальзама и степени вакуума составляет от 1 до 6 ч.

Средний выход пихтового бальзама — от 60 % до 65 % от первоначальной массы живицы.

Окончание уваривания и ориентировочную твердость пихтового бальзама определяют органолептическим методом. Для этого из перегонной колбы берут пробу пихтового бальзама, погружают в воду температурой 20 °С, затем мнут пальцами. По консистенции пробы приблизительно определяют марку пихтового бальзама.

6.2 Приготовление клея типа «бальзамин»

6.2.1 Общие требования

Содержание исходных компонентов в клее типа «бальзамин» приведено в таблице 2.

Таблица 2 — Исходные компоненты клея типа «бальзамин»

Исходный компонент	Массовая доля, %
Бальзамин-мономер (перегнанная карбинольная фракция)	От 98,5 до 99,0
Перекись бензоила	От 1 до 1,5

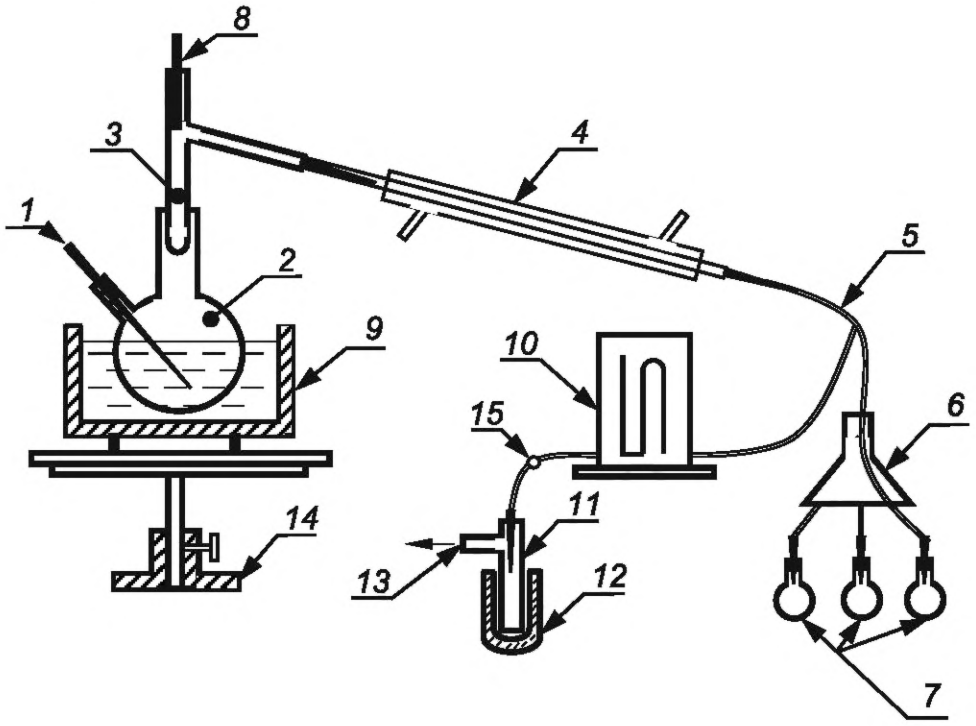
ТТП приготовления бальзамина состоит из следующих операций:

- перегонки карбинола или карбинольного сиропа под вакуумом для выделения бальзамина-мономера (карбинольной фракции) и освобождения его от стабилизатора и примесей (докарбинольной фракции, воды, летучих веществ и остатка);
- перекристаллизации перекиси бензоила;

- растворения в бальзамине-мономере перекиси бензоила;
- фильтрации;
- частичной полимеризации бальзамина-мономера до требуемой вязкости (получения клея типа «бальзамин»).

6.2.2 Перегонка карбинола

Перегонку карбинола по ГОСТ 2222 проводят под вакуумом на установке, схема которой представлена на рисунке 2.



1 — трубка капиллярная; *2* — колба для перегонки; *3* — дефлегматор; *4* — холодильник; *5* — алонж; *6* — «паук»; *7* — приемные колбы; *8* — карман для термометра; *9* — электробаня (водяная, силиконовая или воздушная); *10* — ртутный манометр со шкалой; *11* — ловушка; *12* — сосуд Дьюара; *13* — вывод к вакуумному насосу; *14* — подъемный столик для электробани; *15* — трехходовой кран

Рисунок 2 — Схема установки для перегонки карбонила

Стабилизованный карбинол вливают в колбу до 2/3 объема и вставляют капилляр, полностью завинчивая зажим.

Примечание — Для получения бальзамина-мономера используют карбинол технический (диметилвинилэтинилкарбонол) или карбинольный сироп. Карбинольный сироп имеет преимущество перед карбинолом вследствие более совершенной очистки в ректификованных колоннах промышленной установки.

В сосуд Дьюара наливают жидкий азот по ГОСТ 9293, в который помещают ловушку, включают вакуумный насос, подключенный к установке для перегонки карбинола (см. рисунок 2), и регулируют зажим капилляра таким образом, чтобы через карбинол в колбу для перегонки проходили отдельные пузырьки воздуха. В системе устанавливают остаточное давление от 1,3 до 2,6 КПа (от 10 до 20 мм рт. ст.).

В электробаню наливают дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144, пускают воду в холодильник, включают электрообогрев и поднимают электробаню с помощью подъемного столика таким образом, чтобы колба с карбинолом погрузилась в воду на 2/3 ее объема.

Разгонку ведут так, чтобы в минуту отгонялось от 4 до 5 $см^3$ бальзамина-мономера. При разгонке получают докарбинольную фракцию и остаток.

Декарбинольную и карбинольную фракции отгоняют при давлении и температуре, значения которых установлены в таблице 3.

Таблица 3 — Значения давления и температуры перегонки фракций карбинола

Давление, КПа (мм рт. ст.)	Температура кипения, °С	
	докарбинольная фракция, не более	карбинольная фракция
1,3 (10,0)	50	От 50 до 52 включ.
1,4 (11,0)	52	От 52 до 54 включ.
1,5 (12,0)	54	От 54 до 56 включ.
1.7 (13,0)	56	От 56 до 58 включ.
1,8 (14,0)	58	От 58 до 60 включ.
1,9 (15,0)	60	От 60 до 61 включ.
2,1 (16,0)	61	От 61 до 62 включ.
2,2 (17,0)	62	От 62 до 64 включ.
2,3 (18,0)	64	От 64 до 65 включ.
2,5 (19,0)	65	От 65 до 66 включ.
2,6 (20,0)	66	От 66 до 68 включ.

Докарбинольную фракцию и остаток дистиллята собирают отдельно от карбинольной фракции (бальзамина-мономера) и в дальнейшем используют для приготовления лака, склеивания неоптических деталей и в иных целях.

В конце перегонки выключают вакуумный насос, постепенно впускают в систему воздух и прекращают подачу воды в холодильник. Карбинольную фракцию (бальзамин-мономер) переливают из приемника во взвешенную сухую и чистую колбу и проверяют внешний вид, цвет и показатель преломления. По внешнему виду и цвету бальзамин-мономер должен представлять собой прозрачную бесцветную жидкость.

Показатель преломления бальзамина-мономера, пригодного для использования при синтезе клея, должен находиться в пределах от 1,475 до 1,477 при температуре окружающей среды 20 °С, в противном случае проводят его повторную перегонку. Измерение показателя преломления выполняют по ГОСТ 28869. Температура кипения бальзамина-мономера должна соответствовать температуре кипения карбинольной фракции по таблице 3.

Бальзамин-мономер используют для изготовления клея в течение 3 сут при хранении в холодильнике при температуре от 0 °С до 4 °С. После перегонки карбинола с истекшим сроком хранения следует 1 раз в 30 сут проверять его механическую прочность на разрыв по ГОСТ Р 71311. Если механическая прочность на разрыв не соответствует значению, установленному в ГОСТ 14887, то карбинол следует заменить.

6.2.3 Перекристаллизация перекиси бензоила

Для перекристаллизации используют техническую перекись бензоила по ГОСТ 14888. До перегонки перекись бензоила предварительно высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием по ГОСТ 450 или прокаленным силикагелем по ГОСТ 3956, затем растворяют в хлороформе по ГОСТ 20015 в соотношении от 60 до 100 $см^3$ хлороформа на 15 г перекиси бензоила и фильтруют через плотный фильтр. Раствор выдерживают в холодильнике от 2 до 3 ч.

К охлажденному раствору добавляют этиловый спирт по ГОСТ 17299 небольшими порциями от 200 до 250 $см^3$. Раствор с выделившимся осадком выдерживают от 2 до 3 ч в холодильнике, затем фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Для увеличения выхода перекиси бензоила фильтрат повторно помещают в морозильную камеру холодильника на полиэтиленовую пленку и выдерживают от 12 до 14 ч. Выделившийся осадок переносят на тот же фильтр и высушивают при температуре от 18 °С до 26 °С в вакуум-эксикаторе.

Перекристаллизованную перекись бензоила хранят в чашках Петри в эксикаторе над хлористым кальцием или прокаленным силикагелем.

Перекристаллизованная перекись бензоила по внешнему виду должна быть бесцветной.

Допускается применение перекиси бензоила без перекристаллизации, если она не имеет окраски и посторонних включений и обеспечивает нормальный процесс полимеризации клея (достижение необходимой вязкости бальзамина при температуре от 50 °С до 60 °С не более чем за 1,5 ч).

Перекись бензоила хранят согласно ГОСТ 14888. Запрещается хранить перекись бензоила рядом с восстановителями (ускорителями).

6.2.4 Растворение в бальзамине-мономере перекиси бензоила

В колбу с бальзамином-мономером всыпают перекристаллизованную перекись бензоила в количестве от 1,0 % до 1,5 % от массовой доли клея. Раствор тщательно перемешивают до полного растворения перекиси бензоила.

Растворение можно ускорить подогреванием смеси до температуры 50 °С в течение 2—3 мин с немедленным охлаждением.

6.2.5 Фильтрация

Полученный раствор перекиси бензоила в бальзамине-мономере фильтруют через плотный фильтр (синяя лента по ГОСТ 12026) или стеклянный пористый фильтр № 4 по ГОСТ 23932, подготовленный в соответствии с разделом 5, в чистые сухие и обеспыленные пробирки, заполняя не более 3/4 их объема.

Наполненные пробирки закрывают полиэтиленовой пленкой, пергаментной бумагой или бумажной калькой, прихватывая обертку резиновым колечком. На пробирках указывают дату перегонки карбинола.

6.2.6 Частичная полимеризация

Для получения клея типа «бальзамин» с заданной вязкостью проводят частичную полимеризацию раствора бальзамина-мономера в термостате при температуре от 50 °С до 60 °С с применением электрической лампы мощностью 150 Вт.

Пробирки с мономером размещают в специальных гнездах по кругу на расстоянии 7 см от лампы и выдерживают от 45 до 90 мин. Затем вынимают из термостата и незамедлительно охлаждают водой или помещают в холодильник. По одной из пробирок определяют вязкость клея.

Если вязкость меньше предусмотренной, то пробирки снова помещают в термостат и нагревают.

Общее время нагревания при температуре от 50 °С до 60 °С не должно превышать 1,5 ч.

Приготовленный клей пригоден к использованию в течение 3 ч при температуре окружающей среды от 18 °С до 20 °С и не более 8 ч при температуре 0 °С.

6.3 Приготовление клея типа «бальзамин-М»

6.3.1 Общие требования

Клей типа «бальзамин-М» представляет собой продукт частичной полимеризации диметилвинилэтинилкарбинола, осуществляемой без нагревания, под действием окислительно-восстановительной системы, состоящей из дициклогексилового эфира надугольной кислоты и диметиламинобензальдегида (ДМАБА).

Ввиду небольшой жизнеспособности клея, его необходимо синтезировать на одну рабочую смену в виде двух компонентов А и Б, которые в равных объемах (соотношение 1:1) смешивают незадолго до склеивания оптических деталей. Соотношения исходных материалов и компонентов А и Б клея типа «бальзамин-М» указаны в таблице 4.

Таблица 4 — Соотношения исходных материалов и компонентов А и Б клея типа «бальзамин-М»

Исходный материал компонента	Массовая доля, %	
	компонент А	компонент Б
Бальзамин-мономер (деметиовинилэтилкарбинол)	98,0	99,4
Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты	2,0	—
ДМАБА	—	0,6

Для склеивания небольшого количества оптических деталей клей синтезируют без разделения на компоненты А и Б согласно рецептуре по таблице 5.

Таблица 5 — Исходные материалы клея типа «бальзамин-М» без разделения на компоненты

Исходный материал	Массовая доля, %
Бальзамин-мономер (деметиовинилэтилкарбинол)	98,7
Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты	1,0
ДМАБА	0,3

Важно! Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты является взрывоогнеопасным веществом.

Хранение и использование дициклогексилового эфира надугольной кислоты — по приложению Г.

При склеивании поляроидов для увеличения жизнеспособности клея количество ДМАБА в клее уменьшают до 0,25 % массовой доли.

ТТП приготовления бальзамина-М состоит из следующих операций:

- вакуумной перегонки карбинола (освобождение бальзамина-М от стабилизатора и примесей) или вакуумной перегонки карбинольного сиропа (отделение мономера от полимера, а также инициатора и стабилизатора, содержащихся в карбинольном сиропе);
- приготовления компонента А (растворение дициклогексилового эфира надугольной кислоты в бальзамине-мономере);
- приготовления компонента Б (растворение ДМАБА в бальзамине-мономере);
- фильтрации компонентов А и Б;
- приготовления клея «бальзамин-М» (частичная полимеризация бальзамина-мономера).

6.3.2 Вакуумная перегонка карбинола

Вакуумную перегонку карбинола или карбинольного сиропа проводят на установке, схема которой представлена на рисунке 2.

Докарбинольную и карбинольную (бальзамин-мономер) фракции отгоняют по 6.2.2 согласно таблице 3.

6.3.3 Приготовление компонента А

Для приготовления компонента А дициклогексиловый эфир надугольной кислоты растворяют в бальзамина-мономере. Соотношение исходных материалов компонента А — по таблице 4. Расчет дициклогексилового эфира надугольной кислоты проводят на 100 % клея. Нижний предел массовой доли дициклогексилового эфира надугольной кислоты должен быть не менее 92 %.

Метод определения содержания основного вещества в дициклогексиловом эфире надугольной кислоты приведен в приложении Д. При содержании дициклогексилового эфира надугольной кислоты менее 92 % по массе проводят его перекристаллизацию по приложению Е.

6.3.4 Приготовление компонента Б

Для приготовления компонента Б ДМАБА в количестве, рассчитанном согласно таблице 4, растворяют в бальзамине-мономере.

6.3.5 Фильтрация компонентов А и Б

Компоненты А и Б фильтруют в чистые и сухие стеклянные колбы через бумажные фильтры, предварительно промытые этиловым спиртом по ГОСТ 17299 и высушенные при температуре от 60 °С до 70 °С. Для ускорения процесса приготовления клея фильтрацию проводят через стеклянный пористый фильтр № 4 по ГОСТ 23932 с помощью водоструйного насоса.

Компоненты А и Б проверяют на чистоту путем просмотра в проходящем свете с помощью лупы с 6-кратным увеличением. В качестве источника освещения используют осветитель типа ОИ-9 (или лампу накаливания мощностью от 60 до 100 Вт по ГОСТ 2239). При наличии мельчайшей взвеси в отфильтрованном компоненте А повторное фильтрование не требуется, так как взвесь не приводит к появлению дефектов склеенных оптических деталей.

Для склеивания поляроидов фильтрование компонентов А и Б необязательно.

Колбы с компонентами А и Б, закрытые полиэтиленовой пленкой, помещают в холодильник и хранят при температуре от 0 °С до 4 °С в течение рабочей смены.

6.3.6 Приготовление клея типа «бальзамин-М»

Для приготовления клея типа «бальзамин-М» растворы А и Б смешивают в соотношении 1:1 и оставляют при температуре от 20 °С до 25 °С до момента достижения вязкости 0,1 Па · с, типичное время от 30 до 60 мин.

Для небольшого количества деталей при приготовлении клея типа «бальзамин-М» тщательно растворяют дициклогексиловый эфир надугольной кислоты и затем вводят ДМАБА. После растворения ДМАБА незамедлительно приступают к фильтрованию. Время фильтрования — не более 10 мин. Приготовленный клей выдерживают до достижения вязкости 0,1 Па·с. Клей находится в рабочем состоянии (вязкость в пределах от 0,1 до 0,5 Па·с) в течение 30—60 мин.

Изменение вязкости клея, изготовленного из мономера, хранившегося после перегонки в течение 1 сут («односуточный» мономер), в зависимости от времени хранения при температуре окружающей среды 20 °С приведено на рисунке 3.

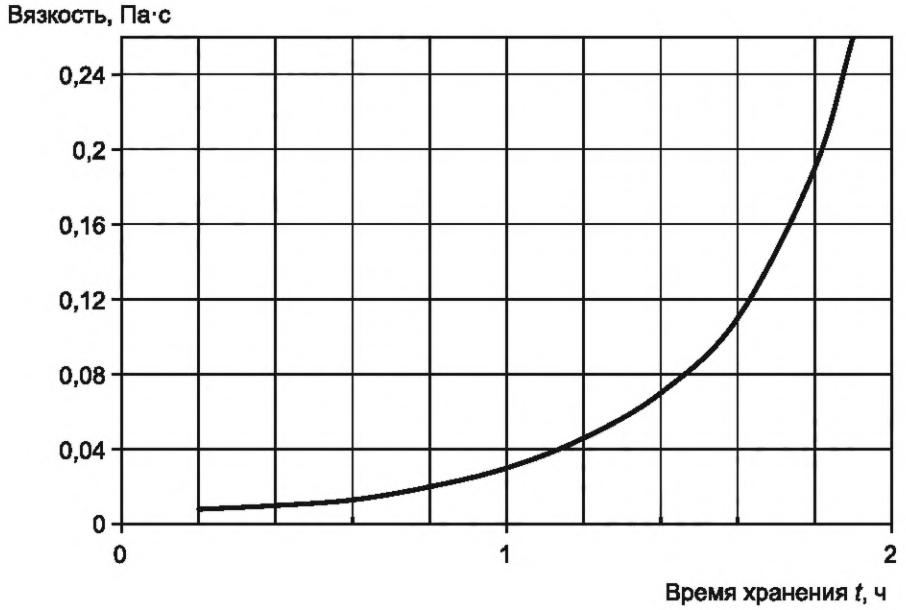


Рисунок 3 — Зависимость вязкости клея, изготовленного из мономера, от времени хранения

6.4 Приготовление акрилового клея

6.4.1 Общие требования

Акриловый клей представляет собой раствор низкомолекулярного сополимера метил- и бутилметакрилата в кислоте.

Соотношение исходных компонентов акрилового клея приведено в таблице 6.

Таблица 6 — Соотношение исходных компонентов акрилового клея

Исходный компонент	Объемная доля, $см^3$
Метилметакрилат	45,0
Бутилметакрилат	133,0
Ксилол	75,0
Перекись бензоила	3,5

ТТП приготовления акрилового клея состоит из следующих операций:

- освобождения мономеров от стабилизатора;
- полимеризации мономеров в присутствии растворителя;
- добавления ксилола к раствору полимера (приготовления акрилового клея).

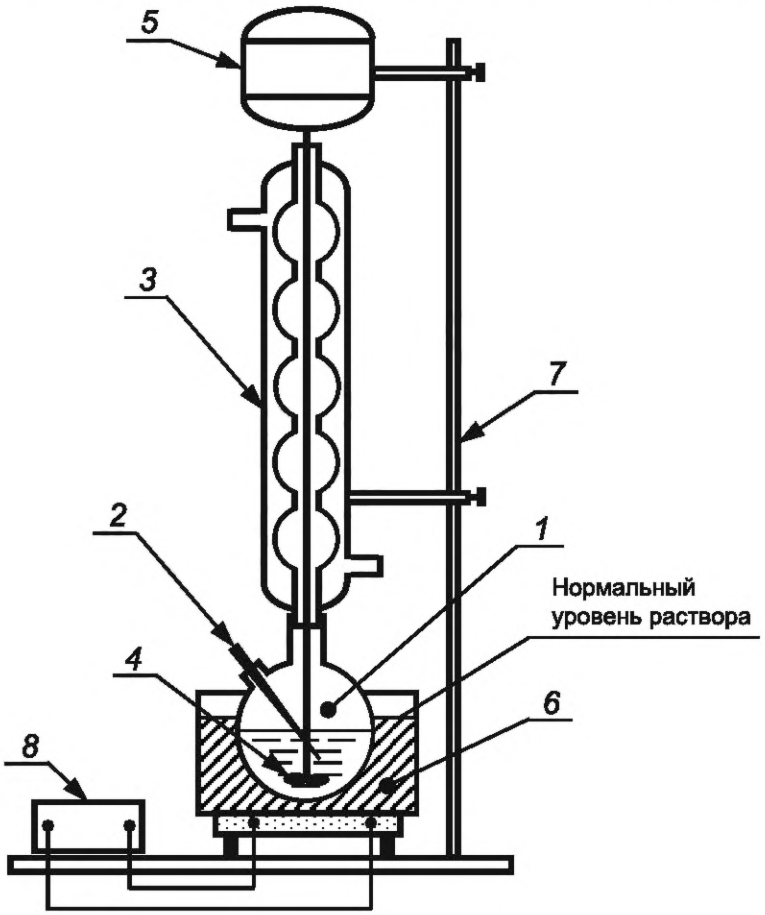
6.4.2 Освобождение мономеров от стабилизатора

Метилметакрилат-триэтоксисилан (продукт К-3) по ГОСТ 20370 освобождают от стабилизатора однократной перегонкой мономера при атмосферном давлении с последующей фильтрацией через бумажный фильтр в сухую и чистую колбу.

Бутилметакрилат по ГОСТ 16756 освобождают от гидрохинона промывкой раствором щелочи, равным по объему половине. Для этого бутилметакрилат помещают в делительную воронку, доливают к нему раствор щелочи несколькими порциями и встряхивают, дают отстояться и отделяют от водного раствора щелочи. Промывку повторяют до тех пор, пока новая порция раствора щелочи не будет окрашиваться. Затем мономер бутилметакрилата промывают дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144 до нейтральной реакции промывных вод по фенолфталеину, переливают в чистую сухую колбу с прокаленным сульфатом натрия (натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166) или хлористым кальцием (калий хлористый по ГОСТ 4568) и выдерживают в течение 2 сут. Высушенный продукт фильтруют через бумажный фильтр в сухую чистую колбу.

6.4.3 Полимеризация мономеров в присутствии растворителя

Приготовление акрилового клея заключается в полимеризации смеси мономеров — метилметакрилата и бутилметакрилата, в присутствии ксилола (ксилол нефтяной или ксилол смесь о-м-п по ГОСТ 9410) и перекиси бензоила (техническая перекись бензоила по ГОСТ 14888). Полимеризацию мономеров в присутствии растворителя проводят на установке, схема которой представлена на рисунке 4.



1 — колба двухтубусная; *2* — термометр; *3* — обратный холодильник; *4* — стеклянная центробежная или пропеллерная мешалка; *5* — мотор; *6* — силиконовая (или воздушная) баня; *7* — штатив; *8* — лабораторный автоматический трансформатор (ЛАТР)

Рисунок 4 — Схема установки для полимеризации мономеров в присутствии растворителя

Перед сборкой установки для полимеризации аппаратуру промывают перегнанным и профильтрованным ксилолом.

При полимеризации следует контролировать частоту вращения центробежной мешалки (от 300 до 400 мин$^{-1}$) и правильный разворот ее плоскостей для обеспечения хорошего теплообмена между реагирующим раствором и баней.

В ксилоле, нагретом до температуры от 30 °С до 40 °С, растворяют перекись бензоила заданного количества, затем раствор охлаждают до температуры окружающей среды и перемешивают со смесью

мономеров. Далее тщательно фильтруют до удаления ворсинок и пылинок, загружают в двухтубусную колбу вместимостью 750 $см^3$ для проведения процесса полимеризации. Включают мешалку и подводят под колбу силиконовую баню, предварительно разогретую до температуры 130 °С.

В начале процесса полимеризации содержимое колбы быстро разогревается. При температуре смеси от 110 °С до 115 °С баню отводят и колбу периодически охлаждают водой для того, чтобы температура смеси в колбе была в пределах от 128 °С до 132 °С.

Примечание — При полимеризации свежеперегнанных мономеров резкий, трудносдерживаемый подъем температуры наступает уже при температуре 100 °С.

Дальнейший процесс полимеризации содержимого проводят при температуре от 128 °С до 132 °С, при этом температура бани должна быть от 140 °С до 145 °С. Допустим кратковременный подъем температуры внутри колбы до температуры от 146 °С до 150 °С. После снижения температуры процесс полимеризации должен продолжаться при температуре от 128 °С до 132 °С. Завершение процесса полимеризации определяют по прекращению повышения вязкости полимера.

6.4.4 Добавление ксилола к раствору полимера (приготовление акрилового клея)

По окончании полимеризации раствор полимера разбавляют перегнанным ксилолом до требуемой вязкости в зависимости от назначения клея. При наличии засоряющих частиц клей фильтруют.

6.5 Приготовление клея типа ОК-50П

6.5.1 Общие требования

Клей типа ОК-50П представляет собой раствор эпоксидной смолы в эпихлоргидрине и фракции ПЭПА.

Приготавливают клей смешиванием двух компонентов $А_П$ и Б (непосредственно перед склеиванием деталей) в соотношениях от 10:0,8 до 10:1,2 в зависимости от необходимой скорости полимеризации.

Компонент $А_П$ представляет собой раствор смолы ЭД-20 по ГОСТ 10587 промышленного выпуска светло-желтого цвета в эпихлоргидрине по ГОСТ 12844.

Компонент Б представляет собой фракцию ПЭПА с температурой кипения от 85 °С до 120 °С или от 160 °С до 210 °С, применяемую в качестве отвердителя смолы.

Компоненты $А_П$ и Б должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 7.

Таблица 7 — Показатели компонентов клея типа ОК-50П

Показатель	Норма для компонента	
	компонент $А_П$	компонент Б
Внешний вид	Прозрачная жидкость желтого цвета слабой интенсивности (не желтее 2 %-ного водного раствора двухромовокислого калия)	
Чистота	На 5 $см^3$ продукта — не более 10 пылинок, видимых при 6-кратном увеличении в проходящем свете на темном фоне	
Содержание бензола или толуола	Отсутствует	—
Содержание воды	Отсутствует	—
Вязкость при температуре 20 °С, Па·с (пуаз), в пределах	От 0,18 до 0,25 (от 1,8 до 2,5)	—
Показатель преломления при температуре 20 °С, в пределах	От 1,540 до 1,552	От 1,488 до 1,490 для фракции с температурой от 85 до 120 °С при остаточном давлении 1,3 КПа (10 мм рт. ст.); от 1,538 до 1,541 для фракции с температурой от 160 до 210 °С при остаточном давлении 1,3 КПа (10 мм рт. ст.)

ТТП приготовления клея типа ОК-50П состоит из следующих операций:

- перегонки эпихлоргидрина;
- получения компонента $А_П$;
- очистки компонента $А_П$ (удаления бензола или толуола и воды);

- фильтрации компонента $А_П$;
- разгонки полиаминов (получения компонента Б);
- приготовления клея типа ОК-50П.

6.5.2 Перегонка эпихлоргидрина

Предварительно эпихлоргидрин сушат в течение 1 сут над безводным сульфатом натрия по ГОСТ 6318 (количество сульфата натрия от 3 % до 5 % от массы эпихлоргидрина), затем проводят перегонку при атмосферном давлении на глицериновой или масляной бане на установке для перегонки с дефлегматором по ГОСТ 25336. Собирают фракцию эпихлоргидрина, кипящую при температуре от 114 °С до 115 °С.

6.5.3 Получение компонента $А_П$

Навеску смолы ЭД-20 разбавляют перегнанным эпихлоргидрином в массовом соотношении 65:35 и перемешивают до исчезновения свилей.

6.5.4 Очистка компонента $А_П$ (удаление бензола или толуола и воды)

Раствор смолы ЭД-20 в эпихлоргидрине переносят в колбу Вюрца, в горло которой вставляют трубку, доходящую почти до дна колбы, на притертой пробке (пустотелой), оканчивающейся сверху расширением для резиновой трубки с зажимом. Газообразный азот по ГОСТ 9293 из баллона через редуктор пропускают в трубку и таким образом барботируют весь объем смолы. Азот пропускают до отрицательной реакции по индикатору на бензол и его гомологи.

В качестве индикатора используют формальдегидсерную кислоту, состоящую из 30 %-ного водного раствора формалина по ГОСТ 1625 и серной кислоты плотностью 1,84 (кислота серная особо чистая по ГОСТ 14262), смешанных в долях объема 1:10.

В колбу вместимостью от 25 до 50 $см^3$ наливают индикатор объемом от 2 до 4 $см^3$ и в него опускают стеклянный наконечник, соединенный резиновой трубкой с отростком колбы Вюрца, через который выходит азот после барботирования смолы. Если по истечении 2 мин цвет индикатора становится фиолетовым и выпадает бурый осадок, то это указывает на наличие бензола или толуола в смоле.

Для очистки смолы от производных бензола азот пропускают в течение 4 ч через смолу массой 200 г и в течение 15 ч через смолу массой 1000 г. Скорость пропускания азота должна быть такой, чтобы наблюдаемая картина напоминала небурное кипение воды в колбе. К концу срока барботирования цвет индикатора должен стать менее интенсивным. Если свежие порции индикатора по истечении 2 мин окрасятся до розового цвета, то следует считать, что очистка смолы закончена.

Чувствительность реакции бензола или толуола объемом от 0,3 до 0,1 $см^3$ в 1 л азота.

Примечания

1 Во время пропускания азота в индикатор горло колбы следует держать от себя.

2 Срок жизни готового индикатора — 2 сут.

3 Работу со смолой проводят под местной вытяжной вентиляцией.

Газообразный азот из баллона, барботируя через разбавленную смолу, уносит не только бензол и толуол, но и воду, содержащуюся в смоле. При этом вода удаляется раньше, чем бензол и толуол, поэтому отрицательная реакция на бензол и толуол свидетельствует об удалении из смолы и воды.

6.5.5 Фильтрация компонента $А_П$

Очищенную смолу (компонент $А_П$) фильтруют через складчатый фильтр, просушенный при температуре от 60 °С до 70 °С, до полного удаления пылинок, ворсинок и прочих механических загрязнений раствора смолы. Фильтрацию повторяют до получения требуемой чистоты смолы по таблице 7.

При повышении вязкости смолу разбавляют эпихлоргидрином до вязкости от 0,18 до 0,25 Па·с.

Полученный раствор смолы представляет собой компонент $А_П$, годный к использованию.

Компонент $А_П$ хранят в закрытой таре при температуре от 18 °С до 26 °С неограниченно долго.

6.5.6 Разгонка полиаминов (получение компонента Б)

При отсутствии диэтилентриамина (фракции с температурой кипения от 85 °С до 120 °С) проводят перегонку полиэтиленполиаминов (ПЭПА) в атмосфере азота на установке, схема которой представлена на рисунке 2.

Нагрев колбы проводят плавно.

Пределы температур кипения необходимых фракций ПЭПА (аминов-гомологов) для достижения значения вакуума в установке приведены в таблице 8.

Таблица 8 — Условия отгонки необходимых фракций

Давление, КПа (мм рт. ст.)	Температура, °С
1,3 (10)	От 85 до 120
1,3 (10)	От 160 до 210

Следует учитывать, что компонент Б гигроскопичен и под действием влаги воздуха становится непригодным для применения. Компонент Б хранят в чистой сухой посуде с притертой пробкой или в запаянных ампулах при температуре от 18 °С до 26 °С неограниченно долго.

6.5.7 Приготовление клея типа ОК-50П

В пробирку длиною от 50 до 80 мм помещают навеску компонента $А_П$, затем добавляют компонент Б в необходимом количестве и перемешивают вращением пробирки вокруг ее большой оси в течение 3—4 мин до исчезновения свилей и появления однородности. Однородность контролируют с помощью лупы с 6-кратным увеличением.

Для предотвращения разогрева пробирку с клеем помещают в стакан с этиловым спиртом или ацетоном.

6.6 Приготовление клеев типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$

6.6.1 Общие требования

Клеи типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$ представляют собой однородные прозрачные растворы смоляного компонента и отвердителя, содержащие:

- эпоксидную смолу ЭД-20 по ГОСТ 10587 промышленного выпуска желтого цвета слабой интенсивности в фенилглицидном эфире (ФГЭ) и териноне (компонент $А_{ФТ}$);
- фракцию ПЭПА с температурой кипения от 85 °С до 120 °С или от 160 °С до 210 °С (при значении вакуума 1,3 КПа (10 мм рт. ст.), модифицированную ФГЭ (оксифенилированные амины) (компонент $Б_Ф$).

Компоненты $А_{ФТ}$ и $Б_Ф$ должны удовлетворять требованиям, указанным в таблице 9.

Таблица 9 — Показатели компонентов клеев типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$

Показатель	Норма для компонента	
	компонент $А_{ФТ}$	компонент $Б_Ф$
Внешний вид	Прозрачная жидкость желтого цвета	Прозрачная жидкость желтого цвета слабой интенсивности
Чистота	На 5 см^3 продукта — не должно быть более 10 пылинок или мелких ворсинок, видимых при 6-кратном увеличении в проходящем свете на темном фоне	
Содержание толуола	Отсутствует	—
Содержание воды	Отсутствует	—
Показатель преломления при температуре 20 °С, в пределах	1,550—1,556	1,535—1,537
Вязкость при температуре 20 °С, Па·с (пуаз), в пределах	0,25—0,55 (2,5—5,5)	Вязкая жидкость

Соотношение компонентов $А_{ФТ}$ и $Б_Ф$ клея типа ОК-72ФТ$_5$ — 100:31 в соответствии с таблицей 10.

Таблица 10 — Соотношение компонентов клея типа ОК-72ФТ$_5$

Исходные материалы	Компоненты клея в массовых долях, %		
	компонент $А_{ФТ}$		компонент $Б_Ф$
Смола ЭД-20	65	95	—
ФГЭ	35		50

Окончание таблицы 10

Исходные материалы	Компоненты клея в массовых долях, %	
	компонент $А_{ФТ}$	компонент $Б_{Ф}$
Теринон	5	—
Диэтилентриамин	—	50

Соотношение компонентов $А_{ФТ}$ и $Б_{Ф}$ клея типа ОК-72ФТ$_{15}$ — 100:31 в соответствии с таблицей 11.

Таблица 11 — Соотношение компонентов клея типа ОК-72ФТ$_{15}$

Исходные материалы	Компоненты клея в массовых долях, %		
	компонент $А_{ФТ}$		компонент $Б_{Ф}$
Смола ЭД-20	65	85	—
ФГЭ	35		50
Теринон	15		—
Диэтилентриамин	—		50

ТТП приготовления клеев типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$ состоят из следующих операций:
- очистки ФГЭ;
- перегонки ПЭПА;
- растворения смолы ЭД-20 в ФГЭ;
- очистки растворенной смолы (удаление воды и толуола);
- получения компонента $А_{ФТ}$;
- фильтрации компонента $А_{ФТ}$;
- получения компонента $Б_{Ф}$;
- фильтрации компонента $Б_{Ф}$;
- приготовления клеев типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$.

6.6.2 Очистка фенилглицидного эфира

ФГЭ (глицидилфениловый эфир, КАС 122-60-1) марки ч. или х. ч. очищают фильтрованием через стеклянный пористый или бумажный фильтр, предварительно промытый спиртом и высушенный при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 1 ч.

Технический ФГЭ перегоняют на установке, схема которой представлена на рисунке 2, в атмосфере азота — на металлической бане с плавным подогревом.

Пределы температуры кипения необходимых фракций для достижения значения вакуума в установке приведены в таблице 12.

Таблица 12 — Пределы температуры кипения необходимых фракций

Давление, КПа (мм рт. ст.)	Температура кипения, °С
0,1 (1,0)	60—62
0,5 (4,0)	104—106
0,7—1,1 (5,0—8,0)	108—114
1,3 (10,0)	118—20
2,0 (15,0)	129—131

Выход продукта от 70 % до 72 % от массы ФГЭ; показатель преломления пригодного для изготовления клея ФГЭ должен находиться в диапазоне от 1,528 до 1,530. Измерение показателя преломления по ГОСТ 28869.

6.6.3 Перегонка полиэтиленполиаминов

Перегонку ПЭПА проводят по 6.5.6.

6.6.4 Растворение смолы ЭД-20 в фенилглицидном эфире

Очищенную смолу ЭД-20 и ФГЭ в необходимых количествах помещают в сосуд (реактор), имеющий мешалку и трубку, доходящую почти до дна сосуда. Содержимое сосуда перемешивают до исчезновения свилей.

6.6.5 Очистка растворенной смолы (удаление воды и толуола)

Очистку проводят пропусканием газообразного азота из баллона через весь объем растворенной смолы согласно 6.5.4.

Введение ФГЭ в дополнительных количествах для понижения вязкости не допускается.

6.6.6 Получение компонента $А_{ФТ}$

В очищенную смолу ЭД-20 добавляют теринон (терпенциклогексанон) в соотношении согласно таблице 10 (для клея ОК-72$ФТ_5$) или согласно таблице 11 (для клея ОК-72$ФТ_{15}$) и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Примечание — Теринон (терпенциклогексанон) — вязкая жидкость смесь 2- и 4-изоборнилциклогексанов и 2- и 4-изокамфилциклогесанов, получаемая гидрированием продукта конденсации камфена с фенолом с последующим окислением. Показатель преломления тиринона, используемого для синтеза компонентов клея, должен находиться в пределах от 1,498 до 1,504. Измерение показателя преломления — по ГОСТ 28869.

6.6.7 Фильтрация компонента $А_{ФТ}$

Для удаления пылинок, ворсинок и прочих механических загрязнений компонент $А_{ФТ}$ фильтруют через складчатый бумажный или стеклянный пористый фильтр, предварительно промытый спиртом и просушенный при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 1 ч, в чистую сухую плотно закрывающуюся тару.

Тара для транспортирования и хранения компонента $А_{ФТ}$ должна соответствовать ГОСТ 3885. Фасовку выполняют в тару по группе У1 ГОСТ 3885.

При помутнении компонента $А_{ФТ}$ в процессе хранения или при появлении кристаллов компонент следует нагреть в термостате до температуры от 70 °С до 80 °С и выдержать при этой температуре в течение нескольких суток до восстановления полной прозрачности.

Компонент $А_{ФТ}$ можно хранить в любой закрытой таре при температуре от 18 °С до 26 °С неограниченно долгое время.

6.6.8 Получение компонента $Б_Ф$

Компонент $Б_Ф$ получают модификацией фракций ПЭПА, полученных по 6.5.6 при температуре кипения от 85 °С до 120 °С или от 160 °С до 210 °С, и ФГЭ, очищенным по 6.6.2 в соотношении 1:1.

6.6.9 Фильтрация компонента $Б_Ф$

Компонент $Б_Ф$ фильтруют в атмосфере азота в чистую сухую плотно закрывающуюся тару $С_0$6 или $С_0$-6Ф или полиэтиленовую тару по ГОСТ 3885. Фасовку выполняют в тару по группе У по ГОСТ 3885.

В случае появления кристаллов или помутнения при попадании влаги компонент $Б_Ф$ следует прогреть при температуре 80 °С до исчезновения кристаллов и профильтровать в термостате при температуре от 100 °С до 120 °С через складчатый бумажный фильтр.

Через 1 сут после синтеза показатель преломления пригодного для синтеза клея компонента $Б_Ф$ должен находиться в диапазоне от 1,535 до 1,537. Измерение показателя преломления — по ГОСТ 28869.

Компонент $Б_Ф$ хранят в чистой сухой посуде с притертой пробкой или в запаянных ампулах при температуре от 18 °С до 26 °С неограниченное время.

6.6.10 Приготовление клеев типов ОК-72$ФТ_5$ и ОК-72$ФТ_{15}$

Приготовление клея типа ОК-72$ФТ_5$ проводят непосредственно перед склеиванием оптических деталей. В пробирке длиною от 50 до 60 мм или колбе вместимостью от 10 до 15 $см^3$ взвешивают навески компонентов $А_{ФТ}$, затем $Б_Ф$ в соотношении согласно таблице 10 с погрешностью до 0,01 г и вращением пробирки перемешивают в течение 2—5 мин до полной однородности (исчезновения свилей). Однородность контролируют с помощью лупы с 6-кратным увеличением.

При необходимости разогрева пробирку с клеем помещают в стакан с этиловым спиртом или ацетоном.

Технологический процесс приготовления клея типа ОК-72$ФТ_{15}$ аналогичен процессу приготовления клея типа ОК-72$ФТ_5$. Соотношение компонентов $А_{ФТ}$ и $Б_Ф$ — согласно таблице 11.

Меняя в компоненте $А_{ФТ}$ количество теринона от 5 % до 15 % от массы компонента $А_{ФТ}$, можно при необходимости получить клей типа ОК-72$ФТ_n$ более эластичный, чем клей типа ОК-72$ФТ_5$, но более

жесткий, чем клей типа ОК-72ФТ$_{15}$. Если вязкость компонента А$_{ФТ}$ превышает значения, указанные в таблице 8, то допускается добавление ФГЭ до достижения необходимых значений вязкости.

6.7 Приготовление клея типа ММА

6.7.1 Общие требования

Клей типа ММА представляет собой смесь однородных прозрачных растворов, содержащих:

- эпоксидную смолу ЭД-20 по ГОСТ 10587 промышленного выпуска в перегнанном метилметакрилате по ГОСТ 20370 с триаллилцианурата (ТАЦ) или триаллил-изоцианурата (ТАИЦ) и диметиланилином (ДМА) по ГОСТ 5855 (компонент А);
- эпоксидную смолу ЭД-20 по ГОСТ 10587 промышленного выпуска в перегнанном метилметакрилате по ГОСТ 20370 с перекисью бензоила по ГОСТ 14888 (компонент Б).

Соотношение исходных материалов и компонентов А и Б клея типа ММА приведено в таблице 13.

Таблица 13 — Соотношение исходных материалов и компонентов клея типа ММА

Исходные материалы	Массовые доли компонентов клея, %	
	компонент А	компонент Б
Смола ЭД-20	57,4	59,3
Метилметакрилат	38,2	39,5
ДМА	0,6	—
ТАИЦ или ТАЦ	3,8	—
Перекись бензоила	—	1,2

ТТП приготовления клея типа ММА состоит из следующих операций:

- осушки мономера метилметакрилата;
- перегонки мономера метилметакрилата;
- перегонки ДМА;
- перекристаллизации перекиси бензоила;
- растворения эпоксидной смолы ЭД-20 в мономере метилметакрилата;
- получения компонента А;
- получения компонента Б;
- фильтрации компонентов А и Б;
- приготовления клея типа ММА.

6.7.2 Осушка мономера метилметакрилата

Осушку мономера метилметакрилата проводят над прокаленными хлористым кальцием (кальций хлористый по ГОСТ 4568) или сернокислым натрием (натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166). Просушенный продукт фильтруют через бумажный фильтр, промытый и просушенный при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 30 мин.

6.7.3 Перегонка мономера метилметакрилата

Мономер метилметакрилата перегоняют на установке, схема которой приведена на рисунке 2, при атмосферном давлении. Отбирают фракцию с температурой кипения от 98 °С до 100 °С.

Показатель преломления перегнанного метилметакрилата, пригодного для дальнейшего использования, должен находиться в пределах от 1,4157 до 1,4167. Измерение показателя преломления — по ГОСТ 28869.

Метилметакрилат следует хранить в холодильнике при температуре от 0 °С до 4 °С.

6.7.4 Перегонка диметиланилина

Перегонку ДМА проводят на установке, схема которой приведена на рисунке 2, под вакуумом при комнатной температуре. Если качество клея соответствует ГОСТ 14887, то ДМА допускается не перегонять. Колбу с ДМА нагревают постепенно на силиконовой бане. Отбор необходимой фракции дистиллята проводят при температуре от 70 °С до 77 °С и остаточном давлении 1,7 КПа (13 мм рт. ст.) или при температуре от 95 °С до 100 °С и остаточном давлении 4,5 КПа (34 мм рт. ст.).

Начальную и последнюю порции дистиллята собирают отдельно и не используют. Перегнанный ДМА хранят в колбах с притертыми пробками в сухом месте при комнатной температуре.

6.7.5 Перекристаллизация перекиси бензоила

Перекристаллизация перекиси бензоила — по 6.2.3.

6.7.6 Растворение эпоксидной смолы ЭД-20 в мономере метилметакрилата

Смолу ЭД-20 растворяют в перегнанном мономере метилметакрилата в соотношении по таблице 13.

Растворенную смолу перемешивают до исчезновения свилей в растворе.

Вязкость раствора смолы, пригодного для дальнейшего использования, должна находиться в диапазоне от 0,04 до 0,05 Па·с (от 0,4 до 0,5 пуаз).

6.7.7 Получения компонента А

В приготовленный раствор смолы вводят перегнанный ДМА и ТАЦ или ТАИЦ в соотношении по таблице 13. Смесь перемешивают до полного растворения всех веществ.

Вязкость компонента А, пригодного для изготовления клея, должна находиться в диапазоне от 0,04 до 0,05 Па·с (от 0,4 до 0,5 пуаз).

Компонент А рекомендуется хранить в плотно закрытой стеклянной таре в сухом и прохладном месте.

Срок хранения готового компонента А в холодильнике — 2 года.

6.7.8 Получение компонента Б

В приготовленный раствор вводят перекись бензоила в соотношении по таблице 13. Смесь перемешивают до полного растворения перекиси бензоила.

Вязкость компонента Б, пригодного для изготовления клея, должна находиться в диапазоне от 0,04 до 0,05 Па·с (от 0,4 до 0,5 пуаз).

Компонент Б рекомендуется хранить в плотно закрытой стеклянной таре в сухом прохладном месте при температуре от 0 °С до 4 °С.

Срок хранения готового компонента Б — не более двух лет.

6.7.9 Фильтрации компонентов А и Б

Фильтрацию компонентов клея проводят через бумажный складчатый фильтр, предварительно промытый спиртом и просушенный при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 1 ч.

Чистоту профильтрованных компонентов проверяют путем просмотра в проходящем свете с помощью лупы с 6-кратным увеличением. Фильтрацию повторяют до требуемой чистоты.

6.7.10 Приготовление клея типа ММА

Навески компонентов А и Б в соотношении согласно таблице 13 взвешивают в пробирке и перемешивают до исчезновения свилей по 6.6.10.

6.8 Приготовление клея типа ОК-90М

6.8.1 Общие требования

Клей типа ОК-90М представляет собой ненасыщенную полиэфирную смолу ПН-3М, модифицированную силаном [метакрилоксиметилтриэтоксисиланом (ММТЭС) метакрилат К-2, КАС 5577-72-0], для полимеризации которой применяют окислительно-восстановительную систему — гидроперекись кумола (изопропилбензола) по ГОСТ 20491 и раствор ванадиевого ускорителя (раствор пятиокиси ванадия (ч. д. а. оксид ванадия, КАС 1314-62-1) в дибутилфосфате (дибутиловый эфир фосфорной кислоты, КАС 107-66-4)) и в диметилфталате по ГОСТ 8728.

Для повышения эластичности клея в качестве пластификатора добавляют диметилфталат.

Соотношение исходных компонентов клея типа ОК-90М в массовых долях приведено в таблице 14.

Таблица 14 — Исходные компоненты клея ОК-90М

Исходный компонент	Массовая доля, %
Полиэфирная ненасыщенная смола ПН-3М	93,0
Силан	0,9
Гидроперекись кумола (раствор ванадиевого ускорителя в диметилфталате в соотношении 1:1 в объемах)	0,9
Ванадиевый ускоритель (раствор ванадиевого ускорителя в диметилфталате в соотношении 1:1 в объемах)	0,6
Диметилфталат	4,6

ТТП приготовления клея типа ОК-90М состоит из следующих операций:

- синтеза полиэфирной ненасыщенной смолы ПН-3М;
- приготовления клея типа ОК-90М.

6.8.2 Синтез полиэфирной ненасыщенной смолы ПН-3М

6.8.2.1 Общие требования

Полиэфирная смола ПН-3М представляет собой стирольный раствор продукта поликонденсации пропиленгликоля с малеиновым ангидридом и адипиновой кислотой.

Соотношение исходных компонентов смолы ПН-3М — по таблице 15.

Таблица 15 — Исходные компоненты смолы ПН-3М

Исходный компонент	Массовая доля, %
Ненасыщенный полиэфир ПГМА	59,93
Стирол	39,95
Гидрохинол	0,12

Синтез ненасыщенной полиэфирной смолы ПН-3М состоит из следующих операций:

- перегонки пропиленгликоля (1,2-пропиленгликоля);
- очистки гидрохинона возгонкой;
- получения ненасыщенного полиэфира ПГМА;
- осушки, вакуумной перегонки и контроля стирола на отсутствие полистирола;
- получения полиэфирной ненасыщенной смолы ПН-3М (растворение ненасыщенного полиэфира ПМГА в стироле).

6.8.2.2 Перегонка пропиленгликоля

Пропиленгликоль непосредственно перед синтезом перегоняют при остаточном давлении от 0,7 до 0,9 КПа (от 5 до 7 мм рт. ст.). Необходимую фракцию отбирают при температуре от 80 °С до 82 °С, низкокипящие фракции и остаток от перегонки не используют.

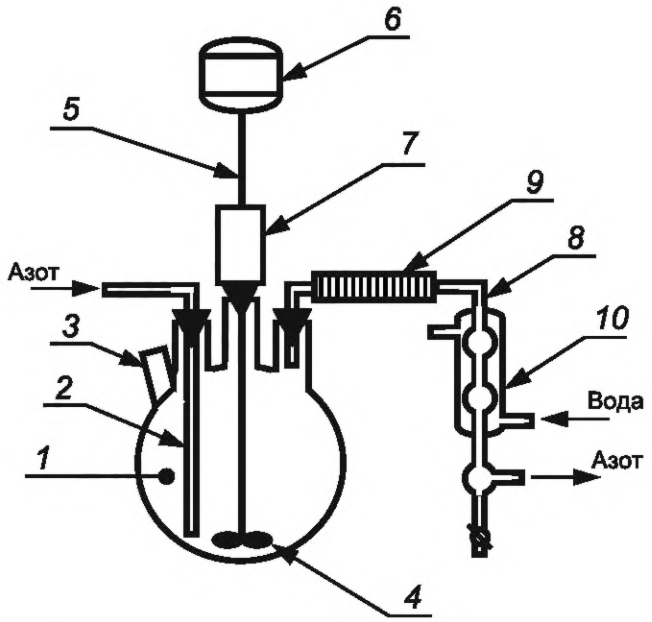
6.8.2.3 Очистка гидрохинона возгонкой

При синтезе клея используют гидрохинон по ГОСТ 19627.

Перед использованием гидрохинон подвергают очистке методом вакуумной возгонки при остаточном давлении 1,3 КПа (10 мм. рт. ст.) и температуре 163 °С.

6.8.2.4 Получение ненасыщенного полиэфира ПГМА

Процесс получения полиэфира ПГМА проводят в четырехгорлой колбе, снабженной мешалкой, газопроводной трубкой, термометром и отводной трубкой с прямым холодильником и сборником конденсационной воды. Применяют установку для получения ненасыщенного полиэфира ПГМА, схема которой представлена на рисунке 5.



1 — четырехгорлая колба; *2* — ввод для азота; *3* — карман для термометра; *4* — мешалка с лопастью из фторопласта; *5* — ось мешалки; *6* — электромотор; *7* — затвор ртутный или глицериновый; *8* — соединительная трубка; *9* — асбестовый шнур; *10* — холодильник-ловушка

Рисунок 5 — Схема установки для получения ненасыщенного полиэфира ПМГА

Соотношение исходных компонентов, используемых для получения ненасыщенного полиэфира ПГМА, представлено в таблице 16.

Таблица 16 — Исходные компоненты, используемые для получения ненасыщенного полиэфира ПГМА

Исходный компонент	Массовая доля, %
Пропиленгликоль	42,4
Ангидрид малеиновый	33,2
Кислота адипиновая	24,4

Для получения ненасыщенного полиэфира ПГМА используют перегнанный по 6.8.2.2 пропиленгликоль, ангидрид малеиновый по ГОСТ 11153, кислоту адипиновую по ГОСТ 10558.

Азот предварительно пропускают через два цилиндра с медными стружками, залитыми аммиачным раствором хлористого аммония (который готовят смешиванием концентрированного аммиака по ГОСТ 3760 и насыщенного раствора хлористого аммония в воде по ГОСТ 3773 в равных объемах), в склянки Тищенко, содержащие последовательно разбавленную серную кислоту; концентрированную серную кислоту по ГОСТ 4204 и вату из стекловолокна. К выводу для азота от ловушки присоединяют склянку Тищенко с дистиллированной водой по ГОСТ Р 58144.

Навески перегнанного пропиленгликоля, малеинового ангидрида и адипиновой кислоты в пропорции по таблице 16 помещают в колбу и при перемешивании в токе азота нагревают на металлической бане (сплав Вуда, Розе и т. п.), обогреваемой электроплиткой с закрытой спиралью.

В реакционную смесь пускают азот со скоростью от 1 до 2 пузырьков/с.

При достижении температуры смеси от 135 °С до 145 °С начинается реакция поликонденсации с выделением воды. Вода конденсируется в холодильнике и стекает в ловушку.

В течение 6—7 ч реакционную смесь нагревают до температуры от 197 °С до 200 °С. Продолжительность синтеза — от 15 до 20 ч, окончание которого контролируют значением кислотного числа, которое должно находиться в диапазоне от 40 до 45.

Определение кислотного числа ненасыщенного полиэфира ПГМА — по приложению Ж.

Первую пробу на проверку кислотного числа берут при достижении температуры реакционной смеси 195 °С с последующим его определением каждый час.

При снижении кислотного числа до 45 нагрев прекращают и реакционную смесь охлаждают до температуры окружающей среды в токе азота, затем выдерживают в течение 30 мин и окончательно определяют кислотное число.

Примечание — Допускается прерывать процесс поликонденсации. Повторный нагрев реакционной смеси до максимальной температуры проводят от 1,5 до 2 ч.

6.8.2.5 Осушка, вакуумная перегонка и контроль стирола

Осушку стирола проводят над прокаленным хлористым кальцием (кальций хлористый по ГОСТ 450) или сернокислым натрием (натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166) и фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Осушенный стирол перегоняют в установке под вакуумом, схема которой представлена на рисунке 2.

В таблице 17 приведена температура кипения основной фракции стирола в зависимости от остаточного давления при перегонке.

Таблица 17 — Температура кипения основной фракции стирола

Давление, КПа (мм рт. ст.)	Температура кипения основной фракции стирола, °С
0,8	От 29,0 до 31,0 включ.
1,1	От 32,5 до 33,0 включ.
1,6	От 33,0 до 34,0 включ.
1,9	От 41,0 до 42,0 включ.
2,1	47,0

Перегнанный пригодный для синтеза клея стирол имеет показатель преломления в пределах от 1,546 до 1,547. Измерение показателя преломления — по ГОСТ 28869.

Перегнанный стирол хранят в холодильнике при температуре от 0 °С до 4 °С не более 14 сут.

Для контроля стирола на отсутствие полистирола в пробирку помещают перегнанный стирол объемом 1 $см^3$, добавляют этиловый спирт по ГОСТ Р 55878 объемом 5 $см^3$ и перемешивают. Помутнение приготовленного раствора указывает на присутствие полистирола. Стирол со следами полистирола для приготовления клея непригоден.

6.8.2.6 Получение полиэфирной ненасыщенной смолы ПН-3М

Процесс получения полиэфирной ненасыщенной смолы ПН-3М заключается в растворении ненасыщенного полиэфира ПГМА в стироле.

Растворение смолы ПГМА проводят в той же четырехгорлой колбе (см. рисунок 5), но вместо газопроводной трубки используют обратный холодильник. Растворение осуществляют при температуре от 70 °С до 80 °С на силиконовой бане в течение 3—4 ч.

К ненасыщенному полиэфиру ПГМА необходимого количества добавляют свежеперегнанный по 6.8.2.5 и проверенный стирол и свежеочищенный по 6.8.2.3 гидрохинон.

Количество добавляемого стирола зависит от кислотного числа ПГМА. Чем ниже кислотное число, тем выше вязкость ПГМА. Для получения смолы ПН-3М необходимо добавлять стирол в большем количестве. Вязкость смолы, пригодной для синтеза клея, должна находиться в диапазоне от 0,1 до 0,2 Па·с.

6.8.3 Приготовление клея типа ОК-90М

Для приготовления клея исходные компоненты помещают в колбу в последовательности и соотношении, указанных в таблице 14, и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Каждый компонент вводят в колбу отдельной микропипеткой вместимостью 0,1 или 0,2 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$. Плотность каждого компонента принимают за единицу.

Полученный раствор готов к склеиванию.

При приготовлении клея запрещается одновременно вводить инициатор — гидроперекись кумола (изопропилбензола) и ванадиевый ускоритель, так как может произойти взрыв.

Ванадиевый ускоритель хранят в полиэтиленовой таре, диметилфталат — в любой закрытой таре, гидроперекись кумола — обязательно в полиэтиленовом сосуде.

6.9 Приготовление клея типа УФ-235М

6.9.1 Общие требования

Клей типа УФ-235М представляет собой прозрачный бесцветный раствор полимера винилацетата (виниловый эфир уксусной кислоты) в циклогексаноле по ГОСТ 24615.

Соотношение исходных компонентов клея типа УФ-235М приведено в таблице 18.

Таблица 18 — Исходные компоненты клея типа УФ-235М

Исходный компонент	Массовая доля, %		
Раствор поливенилацетата	Винилацетат	70	50
	Циклогексанол	30	
Циклогексанол			50

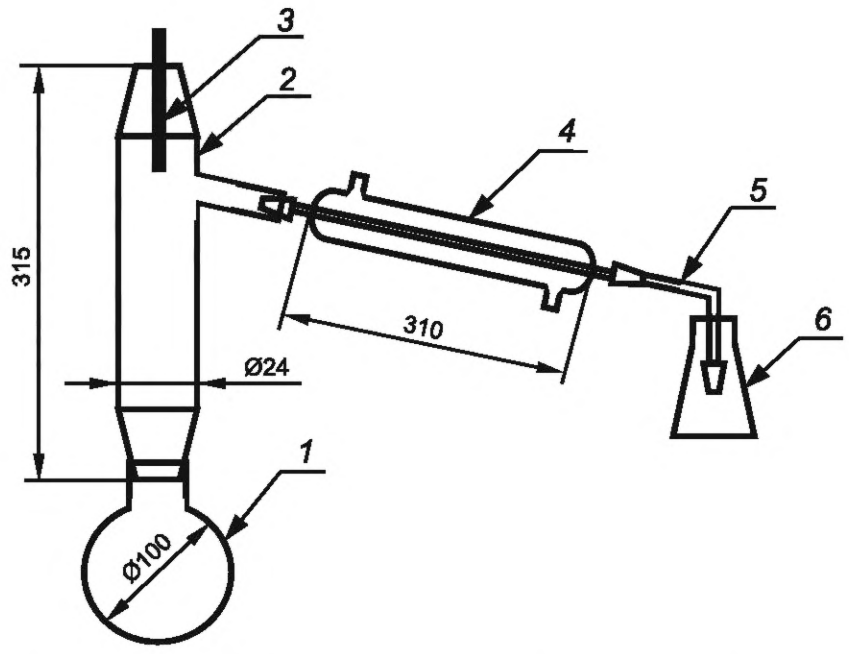
ТТП приготовления клея типа УФ-235М состоит из следующих операций:

- очистки винилацетата;
- очистки циклогексанола;
- определения прозрачности очищенных винилацетата и циклогексанола в ультрафиолетовой области спектра;
- полимеризации винилацетата в циклогексаноле (синтез раствора поливинилацетата);
- добавления циклогексанола (приготовления клея типа УФ-235М).

6.9.2 Очистка винилацетата

Технические характеристики винилацетата, используемого для приготовления клея, — по приложению И.

Схема установки перегонки для очистки исходных компонентов клея УФ-235М приведена на рисунке 6.



1 — колба; *2* — дефлегматор; *3* — термометр; *4* — холодильник; *5* — алонж; *6* — приемная колба

Рисунок 6 — Схема установки перегонки для очистки исходных компонентов клея типа УФ-235М

Очистку винилацетата проводят перегонкой в стеклянной колбе с дефлегматором, заполненным стеклянной насадкой диаметром от 2 до 3 мм, высотой 315 мм и отепленным асбестовым шнуром при температуре от 71,8 °С до 73 °С.

6.9.3 Очистка циклогексанола

Для обеспечения необходимой прозрачности клея в ультрафиолетовой области спектра циклогексанол очищают, удаляя циклогексанол.

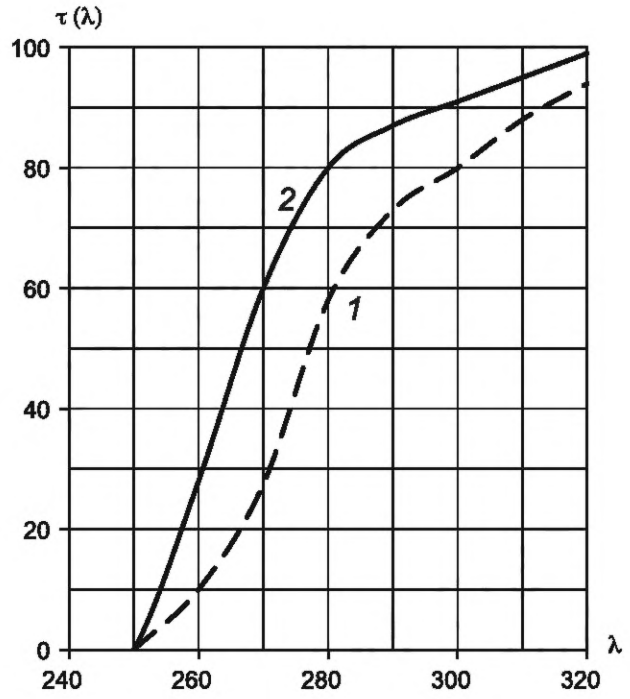
Наиболее полного удаления циклогексанола достигают путем двухкратной обработки циклогексанола 40 %-ным водным раствором бисульфита натрия по ГОСТ 902. Объемное соотношение циклогексанола к раствору бисульфита натрия при первой и второй обработках должно быть 1:2, 1:3, соответственно. Время отстаивания осадка бисульфитного соединения циклогексанола от 18 до 20 ч.

После отделения осадка фильтрованием с помощью водоструйного насоса фильтрат подвергают простой перегонке на установке, схема которой представлена на рисунке 6. Перегонку проводят при атмосферном давлении как после первой, так и после второй обработки бисульфитом натрия. Отбирают фракцию с температурой в диапазоне от 156 °С до 162 °С и подвергают ее дальнейшей очистке путем вакуумной перегонки в присутствии 1 %-ного по массе КОН (гидроксид калия по ГОСТ 24363). Отбирают фракцию, кипящую при температурах от 78 до 95 °С при давлении от 0,9 до 2,0 КПа (от 7 до 15 мм рт. ст.).

Примечание — При отсутствии гидроксида калия по ГОСТ 24363 допускается добавлять бисульфит натрия по ГОСТ 902 или метабисульфит натрия (натрий пиросернистокислый) по ГОСТ 11683, или метабисульфит калия (калий пиросернистокислый) по ГОСТ 7172 в таком же количестве, что и гидроксид калия.

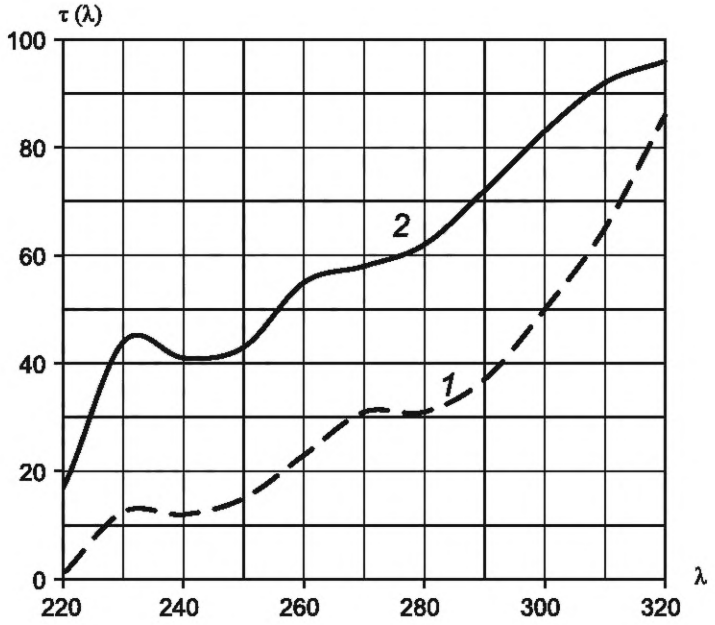
6.9.4 Определение светопропускания очищенных винилацетата и циклогексанола в ультрафиолетовой области спектра

После очистки компонентов клея определяют их прозрачность в ультрафиолетовой области спектра. Если в слое толщиной 4 мм компоненты обладают заданным светопропусканием, т. е. кривые светопропускания которых расположены выше кривой 1 на рисунках 7 и 8, то их считают пригодными для использования.



1 — образец недопустимо загрязненный; *2* — образец высокой степени прозрачности;
τ (λ) — спектральный коэффициент пропускания, %; λ — длина волны излучения, нм

Рисунок 7 — Светопропускание винилацетата при толщине слоя 4 мм



1 — образец недопустимо загрязненный; *2* — образец высокой степени прозрачности;
τ (λ) — спектральный коэффициент пропускания, %; λ — длина волны излучения, нм

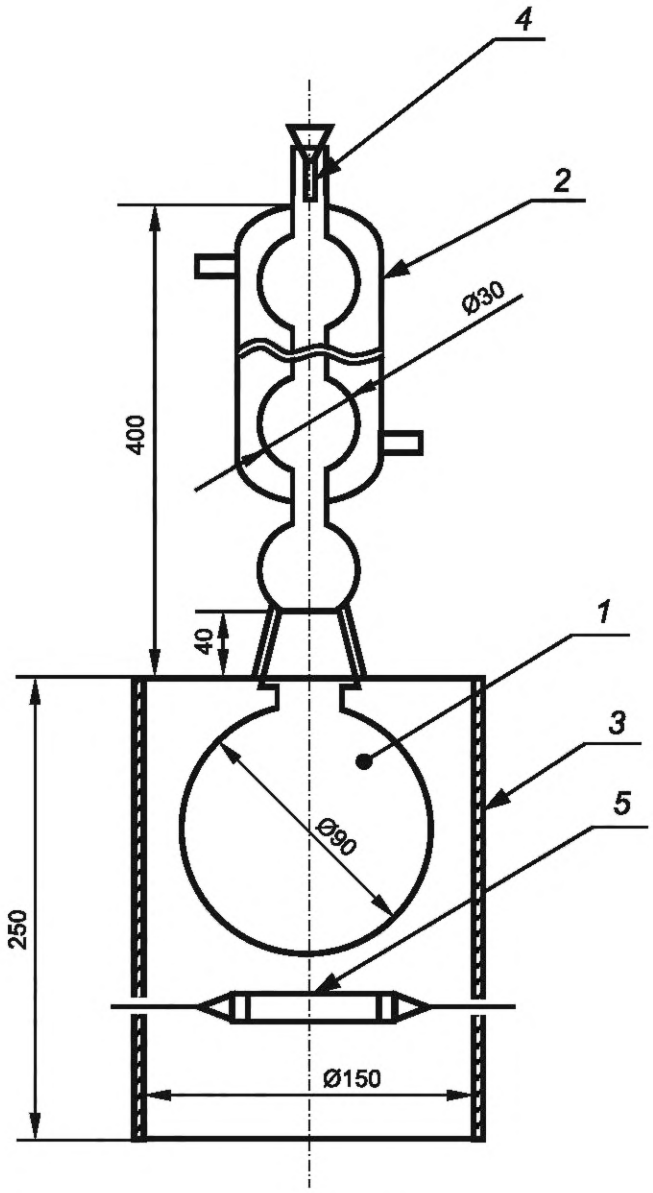
Рисунок 8 — Светопропускание циклогексанола при толщине слоя 4 мм

6.9.5 Полимеризация винилацетата в циклогексаноле (синтез раствора поливинилацетата)

Полимеризацию винилацетата проводят в колбе из прозрачного кварцевого или увиолевого стекла. Полимеризацию ведут за счет ультрафиолетового излучения лампы при слабом кипении содержимого колбы, поддерживаемом теплом лампы.

Схема установки для полимеризации винилацетата приведена на рисунке 9.

Соотношение исходных компонентов — по таблице 18.



1 — колба с тубусом; *2* — четырехшариковый холодильник; *3* — защитный кожух; *4* — капиллярная воронка; *5* — лампа ДРТ-230

Рисунок 9 — Схема установки для полимеризации винилацетата

На шлиф тубуса надевают четырехшариковый холодильник. Верхний конец холодильника закрывают стеклянной воронкой, в холодильник пускают воду, содержимое колбы нагревают на электроплитке и одновременно включают лампу ДРТ-230 (или другой подходящий источник ультрафиолетового излучения). После того, как раствор в колбе закипит, колбу помещают над лампой ДРТ-230 или другим подходящим источником ультрафиолетового излучения для облучения раствора.

По мере полимеризации вязкость раствора повышается. Процесс считают законченным после 3,5 ч облучения.

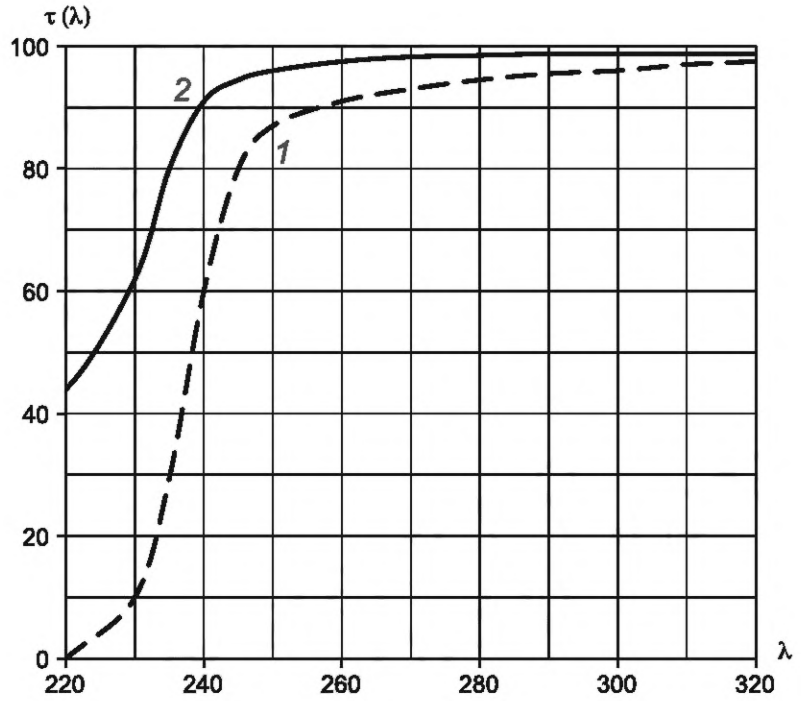
Примечание — Лампа ДРТ-230 должна быть вмонтирована в металлический цилиндр диаметром 150 мм и высотой 250 мм для защиты глаз работающего персонала от ультрафиолетового излучения. Перед каждым включением лампы ДРТ-230 кварцевую трубку протирают ватой, смоченной спиртом, а затем чистой ватой насухо. В помещении, в котором работает лампа, воздух не должен содержать дыма, в противном случае лампа перестанет пропускать слабые по интенсивности и наиболее короткие лучи ртутного спектра, обеспечивающие нормальный процесс полимеризации винилацетата. По окончании работы лампу следует закрыть во избежание попадания пыли.

6.9.6 Добавление циклогексанола (получение клея типа УФ-235М)

После окончания процесса полимеризации раствор поливинилацетата в циклогексаноле переливают в колбу для хранения клея.

В колбу добавляют циклогексанол в количестве, указанном в таблице 18, и тщательно перемешивают.

Светопропускание пригодного для использования готового клея должно находиться в области над кривой 2 по рисунку 10.



1 — образец недопустимо загрязненный; *2* — образец высокой степени прозрачности;
τ (λ) — спектральный коэффициент пропускания, %; λ — длина волны излучения, нм

Рисунок 10 — Светопропускание клея типа УФ-235М при толщине слоя 0,02 мм

6.10 Приготовление клея типа УФ-215

Клей типа УФ-215 представляет собой прозрачный бесцветный раствор полидиметилсилоксанового каучука СКТН марки А по ГОСТ 13835 и кремнийорганического катализатора К-18 (раствор диэтилдикаприлата олова в этилсиликате-3). Технические характеристики катализатора К-18, используемого для приготовления клея, — по приложению К.

Соотношение исходных компонентов клея типа УФ-215 приведено в таблице 19.

Таблица 19 — Соотношение исходных компонентов клея типа УФ-215

Исходный компонент	Массовая доля, %
Каучук СКТН марки А	От 94 до 97
Катализатор К-18	От 3 до 6

ТТП приготовления клея типа УФ-215 заключается в тщательном смешении в пробирке исходных компонентов согласно таблице 19. Полученный раствор вакуумируют от 30 с до 1 мин для удаления пузырьков воздуха, образовавшихся при перемешивании раствора. После вакуумирования клей готов к применению.

6.11 Приготовление клея типа УФ-215М

6.11.1 Общие требования

Клей типа УФ-215М представляет собой прозрачный бесцветный раствор полидиметилсилоксанового каучука СКТН марки А по ГОСТ 13835, винилацетата (виниловый эфир уксусной кислоты) и кремнийорганического катализатора К-18 (раствор диэтилдикаприлата олова в этилсиликате-3). Технические характеристики используемых для приготовления клея винилацетата — по приложению И, катализатора К-18 — по приложению К.

Соотношение исходных компонентов клея типа УФ-215М приведено в таблице 20.

Таблица 20 — Соотношение исходных компонентов клея типа УФ-215М

Исходный компонент	Массовая доля, %
Каучук СКТН марки А	От 85 до 87
Катализатор К-18	От 3 до 6
Винилацетат	От 9 до 10

ТТП приготовления клея типа УФ-215М состоит из следующих операций:

- очистки винилацетата;
- приготовления клея типа УФ-215М.

6.11.2 Очистка винилацетата

Очистку винилацетата проводят перегонкой согласно 6.9.2. Светопропускание очищенного винилацетата, пригодного для использования при изготовлении клея, — по 6.9.4.

6.11.3 Приготовление клея типа УФ-215М

Для приготовления клея типа УФ-215М в пробирке взвешивают исходные компоненты в соотношении и последовательности по таблице 20. Взвешенные компоненты клея быстро и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Полученный раствор вакуумируют для удаления пузырьков воздуха, образовавшихся при перемешивании.

Клей после вакуумирования готов к применению.

6.12 Приготовление клея типа ТКС-1

Клей типа ТКС-1 применяют для склеивания оптических деталей с одинаковым коэффициентом температурного расширения. Как правило, клей типа ТКС-1 используют для склеивания оптических деталей с показателем преломления более 2.

Самостоятельное приготовление клея не предусмотрено. Клей приобретают в готовом виде. Технические параметры клея типа ТКС-1 должны соответствовать требованиям ГОСТ 14887.

6.13 Приготовление клея типа ИК-1М

6.13.1 Общие требования

Клей типа ИК-1М используют для склеивания оптических деталей площадью контакта не более 10 мм^2 при температуре окружающей среды от 20 °С до 25 °С.

Соотношение исходных компонентов клея типа ИК-1М приведено таблице 21.

Таблица 21 — Соотношение исходных компонентов клея типа ИК-1М

Исходный компонент	Массовая доля, %
Стирол	91,0
ММТЭС, метакрилат К-2	4,7
ТАЦ	3,0
Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты	1,0
ДМАБА	0,3

Условия хранения и правила пользования дициклогексиловым эфиром надугольной кислоты — по приложению Г.

ТТП приготовления клея типа ИК-1М состоит из следующих операций:

- осушки, вакуумной перегонки и контроля стирола на отсутствие полистирола;
- приготовления смеси стирола и ММТЭС;
- растворения ТАЦ, дициклогексилового эфира надугольной кислоты и ДМАБА;
- приготовления клея типа ИК-1М (частичной полимеризации стирола с ММТЭС).

6.13.2 Осушка, вакуумная перегонка и контроль стирола на отсутствие полистирола

Осушку, вакуумную перегонку и контроль стирола осуществляют по 6.8.2.5.

6.13.3 Приготовление смеси стирола и метакрилоксиметилтриэтоксисилана

Стирол и ММТЭС последовательно добавляют в колбу в нужном количестве в соотношении по таблице 21 и тщательно перемешивают.

6.13.4 Растворение триаллилцианурата, дициклогексилового эфира надугольной кислоты и диметиламинобензальдегида

До введения дициклогексилового эфира надугольной кислоты проводят его проверку на содержание основного компонента по приложению Д. При необходимости проводят перекристаллизацию по приложению Е.

В приготовленную смесь последовательно вводят ТАЦ, дициклогексиловый эфира надугольной кислоты и ДМАБА. После введения каждого компонента раствор тщательно перемешивают до полного растворения кристаллов.

После приготовления раствора сосуд плотно закрывают пластмассовой пробкой.

6.13.5 Приготовление клея типа ИК-1М

Частичную полимеризацию клея проводят при температуре от 20 °С до 25 °С в течение 2 сут или при равномерном нагреве до температуры 80 °С в течение двух часов.

Сосуд с клеем в течение всего процесса полимеризации должен быть плотно закрыт пластмассовой пробкой.

Жизнеспособность готового клея при температуре 20 °С — 2 сут.

6.14 Приготовление клея КМС

6.14.1 Общие требования

Приготовление клея КМС проводят непосредственно перед склеиванием оптических деталей путем смешения компонентов $А_{КМС}$ и $Б_{КМС}$ в соотношении 1:1.

Соотношение исходных материалов и компонентов $А_{КМС}$ и $Б_{КМС}$ клея типа КМС указано в таблице 22.

Таблица 22 — Соотношение исходных материалов и компонентов $А_{КМС}$ и $Б_{КМС}$ клея типа КМС

Исходный материал компонента	Массовая доля компонента, %		
	компонент $А_{КМС}$		компонент $Б_{КМС}$
Поливинилэтилаль ПВЭ	10—15	92—95	—
Этилцеллозольв	90—85		
Эпоксидная смола ЭД-20	8—5		42—45
Толуилендиизоцианат (продукт Т-65/35, ТДИ 65/35)	—		58—55

ТТП приготовления клея типа КМС состоит из следующих операций:

- осушки эпоксидной смолы ЭД-20;
- осушки этилцеллозольва;
- получения компонента $А_{КМС}$;
- получения компонента $Б_{КМС}$;
- приготовления клея типа КМС.

6.14.2 Осушка эпоксидной смолы

Осушку эпоксидной смолы ЭД-20 проводят в эксикаторе над прокаленным хлористым кальцием или сернокислым натрием путем ее выдерживания при температуре 55 °С в течение 1 ч. Нагрев смолы выше 60 °С не допускается.

6.14.3 Осушка этилцеллозольва

Осушку этилцеллозольва проводят над прокаленным хлористым кальцием или прокаленным силикагелем с последующей фильтрацией через бумажный складчатый фильтр. Осушенный этилцеллозольв перегоняют в установке под вакуумом, схема которой приведена на рисунке 2.

При использовании этилцеллозольва с массовой долей воды не более 0,05 % осушка не требуется.

6.14.4 Получение компонента $А_{КМС}$

Синтез компонента $А_{КМС}$ [перегонку крезилглицидного эфира (КГЭ)] проводят в стеклянной колбе на установке для вакуумной перегонки в атмосфере азота на металлической бане, с плавным нагревом.

Необходимую фракцию КГЭ отбирают при температуре и значениях вакуума, указанных в таблице 23 и остаточном давлении от 0,1 до 0,7 КПа (от 1 до 5 мм рт. ст.) в течение 1 ч.

Таблица 23 — Давление и температура для отбора фракции КГЭ

Давление, Па (мм. рт. ст.)	Температура кипения, °С
1999,8 (15)	139—140
От 113,3 до 266,6 (1—2)	114—117

Готовый компонент $А_{КМС}$ разливают в стеклянные колбы с притертыми пробками. Готовый компонент хранят в сухом месте. Срок хранения не ограничен.

После длительного хранения компонент $А_{КМС}$ перед использованием осушают в условиях, указанных в таблице 23, и отбирают при остаточном давлении от 0,1 до 0,7 КПа (от 1 до 5 мм рт. ст.).

6.14.5 Получение компонента $Б_{КМС}$

Для получения компонента $Б_{КМС}$ (изоцианатный форполимер) в колбу помещают необходимое количество толуилендиизоцианата (продукт Т-65/35) и осушенной эпоксидной смолы ЭД-20 в пропорции согласно таблице 22. Затем при механическом перемешивании нагревают до температуры от 70 °С до 80 °С в течение 6—8 ч.

Полученный компонент $Б_{КМС}$ разливают в колбы вместимость от 20 до 30 $см^3$ с притертыми пробками и хранят в эксикаторе над хлористым кальцием или прокаленным силикагелем.

Срок хранения компонента $Б_{КМС}$ определяют сроком годности использованного толуилендиизоцианата.

Примечание — Срок хранения толуилендиизоцианата составляет 6 мес со дня его изготовления.

6.14.6 Приготовление клея типа КМС

Навески компонентов $А_{КМС}$ и $Б_{КМС}$ в соотношении по таблице 22 помещают в двугорловую колбу с механической мешалкой и тщательно перемешивают в течение 3 ч.

Затем снижают частоту перемешивания, подключают на время от 5 до 7 мин вакуумный насос и создают в системе остаточное давление от 0,1 до 0,7 КПа (от 1 до 5 мм рт. ст.). В процессе вакуумирования в систему многократно впускают воздух, чтобы сбить пену, возникающую при перемешивании, и удалить пузырьки. После отключения мешалки клей продолжают вакуумировать от 3 до 4 мин.

Вакуумированный клей готов к использованию. Срок хранения готового клея при температуре окружающей среды 20 °С с сохранением рабочей вязкости (от 0,3 до 0,5 Па·с) —1 ч.

6.15 Приготовление клея типа ОК-80

6.15.1 Общие требования

Приготовление клея типа ОК-80 проводят непосредственно перед склеиванием оптических деталей путем смешивания компонентов А и Б в соотношении 1:1.

Соотношение исходных материалов и компонентов А и Б клея типа ОК-80 приведено в таблице 24.

Таблица 24 — Соотношение исходных материалов и компонентов А и Б клея типа ОК-80

Исходный материал компонента	Массовая доля компонента, %	
	компонент А	компонент Б
Эпоксидная смола ЭД-20	50	—
Бензилфенилглицидный эфир	50	50
Диэтилентриамин	—	50

ТТП приготовления клея типа ОК-80 состоит из следующих операций:

- синтеза компонента А;
- синтеза компонента Б;
- приготовления клея типа ОК-80.

6.15.2 Синтез компонента А

Синтез компонента А заключается в растворении смолы ЭД-20 в бензилфенилглицидном эфире с фильтрацией полученного раствора. Для этого смолу ЭД-20 и бензилфенилглицидный эфир в заданных количествах и пропорции согласно таблице 24 помещают в колбу с механической мешалкой и перемешивают до исчезновения свилей.

Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый и высушенный при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 1 ч. Полученный компонент А хранят в сухой стеклянной посуде с притертой пробкой.

6.15.3 Синтез компонента Б

Синтез компонента Б заключается в модификации диэтилентриамина безилфенилглицидным эфиром. Для этого диэтилентриамин (фракцию с температурой кипения от 85 °С до 120 °С или от 160 °С до 210 °С при остаточном давлении 1,3 КПа) и бензилфенилглицидный эфир в заданных количествах и в соотношении согласно таблице 24 помещают в колбу, перемешивают и оставляют на 1 сут.

Через 1 сут проверяют показатель преломления компонента Б. Показатель преломления компонента Б, пригодного для приготовления клея должен находиться в диапазоне от 1,540 до 1,545. Измерение показателя преломления — по ГОСТ 28869.

Полученный компонент Б хранят в сухой посуде с притертой пробкой.

Компонент Б гигроскопичен. Не допускается проводить фильтрацию компонента Б.

6.15.4 Приготовление клея типа ОК-80

Навески компонентов А и Б массой в соотношении 1:1 помещают в стакан и перемешивают стеклянной палочкой до полной однородности содержимого. Однородность клея проверяют с помощью лупы с 6-кратным увеличением.

Срок хранения готового клея при температуре 20 °С с сохранением рабочей вязкости (от 0,3 до 0,5 Па·с) — 1 ч.

6.16 Приготовление клея типа ООК-1

6.16.1 Общие требования

Клей типа ООК-1 представляет собой раствор полистирола в смеси мономеров-стирола и метилметакрилата с добавкой *п* -диметиламинобензальдегида.

Соотношение исходных компонентов клея типа ООК-1 приведено в таблице 25.

Таблица 25 — Соотношение исходных компонентов клея типа ООК-1

Исходный компонент	Массовая доля, %
Стирол	78,9
Метилметакрилат	6,2
п-диметиламинобензальдегид	0,4
Полистирол	14,5

ТТП приготовления клея типа ООК-1 состоит из следующих операций:

- осушки мономера метилметакрилата;

- перегонки мономера метилметакрилата;
- отмывки стирола от ингибитора;
- осушки, вакуумной перегонки и контроля стирола;
- приготовления смеси мономеров с добавкой *п*-диметиламинобензальдегида;
- растворения полистирола в смеси мономеров (приготовления клея типа ООК-1);
- фильтрации клея типа ООК-1.

6.16.2 Осушка мономера метилметакрилата

Осушку мономера метилметакрилата проводят по 6.7.2.

6.16.3 Перегонка мономера метилметакрилата

Перегонку мономера метилметакрилата проводят по 6.7.3.

6.16.4 Отмывка стирола от ингибитора

Для отмывки стирола от ингибитора стирол помещают в делительную воронку, добавляют 10 %-ный водный раствор гидроокиси натрия (или едкого калия) равного объема, встряхивают, дают отстояться, отделяют отмытый от ингибитора стирол, затем промывают его три раза дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по фенолфталеину.

6.16.5 Осушка, вакуумная перегонка и контроль стирола

Осушку, вакуумную перегонку и контроль стирола проводят по 6.8.2.5.

6.16.6 Приготовление смеси мономеров с добавкой *п*-диметиламинобензальдегида

Для приготовления смеси мономеров с добавкой и *п*-диметиламинобензальдегида к свежеперегнанному стиролу добавляют метилметакрилат и перемешивают. Затем добавляют при перемешивании *п*-диметиламинобензальдегид. Навески компонентов берут в соотношении согласно таблице 25.

6.16.7 Растворение полистирола в смеси мономеров (приготовления клея типа ООК-1)

Для растворения полистирола в смеси мономеров (приготовление клея типа ООК-1) в смесь мономеров добавляют навеску гранулированного полистирола в соотношении согласно таблице 25 и оставляют в темном месте при температуре от 20 °С до 25 °С до исчезновения границы раздела отдельных гранул и раствора. Выдерживают от 1 до 5 сут. Затем клей тщательно перемешивают до получения однородного раствора без свилей.

6.16.8 Фильтрация клея

На завершающем этапе изготовления клей фильтруют через плотный бумажный складчатый фильтр.

Клей типа ООК-1 хранят в герметичной темной или непрозрачной для ультрафиолетового излучения таре вместимостью от 50 до 100 $см^3$ при температуре от 0 °С до 4 °С. Срок хранения готового клея, при соблюдении условий хранения — 2 года.

6.17 Приготовление клея типа «бальзамин-М2»

Для приготовления клея типа «бальзамин-М2» применяют компоненты А и Б в соотношении 1:1. Соотношение исходных материалов и компонентов А и Б клея типа «бальзамин-М2» приведено в таблице 26.

Таблица 26 — Соотношение исходных материалов и компонентов А и Б клея типа «бальзамин-М2»

Исходный материал	Массовая доля, %	
	компонент А	компонент Б
Бальзамин-мономер (диметилвинилэтинилкарбинол)	78,0	99,4
Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты	2,0	—
Продукт К-3	10,0—20,0	—
ДМАБА	—	0,6

Приготовление клея типа «бальзамин-М2» проводят по 6.3 с соблюдением пропорций исходных материалов и компонентов по таблице 26.

6.18 Приготовление клея типа ОК-50ПК

6.18.1 Общие требования

Для приготовления клея типа ОК-50ПК применяют компоненты $А_{ПК}$ и Б в соотношении 1:0,2. Соотношение исходных материалов и компонентов $А_{ПК}$ и Б клея типа ОК-50ПК приведено в таблице 27.

Таблица 27 — Соотношение исходных материалов и компонентов $А_{ПК}$ и Б клея типа ОК-50ПК

Исходный материал	Массовая доля, %	
	компонент $А_{ПК}$	компонент Б
Эпоксидная смола ЭД-20	60	—
КГЭ	40	—
Триэтилентетрамин	—	100

ТТП приготовления клея типа ОК-50ПК состоит из следующих операций:

- приготовления компонента $А_{ПК}$;
- фильтрации и контроля компонента $А_{ПК}$;
- смешивания компонентов $А_{ПК}$ и Б (приготовления клея типа ОК-50ПК).

6.18.2 Приготовление компонента $А_{ПК}$

Компонент $А_{ПК}$ должен состоять из эпоксидной смолы ЭД-20 и КГЭ, перегнанного в соответствии с 6.14.4.

Материалы перемешивают с помощью механической мешалки до получения раствора с вязкостью от 0,24 до 0,26 Па·с (2,4 до 2,6 пуаз).

6.18.3 Фильтрация и контроль компонента $А_{ПК}$

Приготовленный компонента $А_{ПК}$ фильтруют через складчатый бумажный фильтр, промытый ацетоном и высушенный при температуре 105 °С.

Компонент $А_{ПК}$ проверяют на чистоту путем просмотра в проходящем свете с помощью лупы с 6-кратным увеличением. В качестве источника освещения используют осветитель типа ОИ-9 (или лампу накаливания мощностью от 60 до 100 Вт по ГОСТ 2239). При наличии мельчайшей взвеси в отфильтрованном растворе $А_{ПК}$ повторное фильтрование не требуется, так как взвесь не приводит к появлению дефектов склеенных деталей.

Фильтрацию компонента $А_{ПК}$ проводят до полного удаления пылинок, ворсинок и других механических загрязнений.

Полученный профильтрованный раствор смолы представляет собой компонент $А_{ПК}$, пригодный к использованию.

6.18.4 Смешивания компонентов $А_{ПК}$ и Б (приготовление клея типа ОК-50ПК)

Клей типа ОК-50ПК готовят непосредственно перед склеиванием оптических деталей. В стеклянный стакан помещают компоненты $А_{ПК}$ и Б в заданном соотношении, взвешенные с погрешностью до 0,01 г.

Компоненты смешивают вращением стаканчика до получения однородной массы от 2 до 5 мин.

6.19 Приготовление клеев типов ОК-72ФТ$_5$С и ОК-72ФТ$_{15}$С

Для приготовления клеев типов ОК-72ФТ$_5$С и ОК-72ФТ$_{15}$С в синтезированные по 6.6 клеи типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$ дополнительно добавляют эпоксисилан (органосилан ЭС-1, эпоксипропоксипропилтриэтоксисилан, жидкость кремнийорганическую ЭС-1, $C_{12}H_{26}O_5Si$, КАС 2602-34-8) в количестве 5 % от массовой доли компонента $А_{ФТ}$ и тщательно перемешивают.

7 Параметры клеев и их контроль

7.1 Параметры клеев, приготовленных в соответствии с настоящим стандартом, должны соответствовать требованиям ГОСТ Р 71312.

7.2 Контроль параметров готовых клеев — по ГОСТ Р 71312.

7.3 Контроль клеевых соединений оптических деталей, выполненных с применением клеев, приготовленных в соответствии с настоящим стандартом, — по ГОСТ Р 71311.

8 Требования безопасности

8.1 Организация и проведение типовых технологических процессов приготовления клеев

8.1.1 ТТП приготовления клеев должны быть безопасны на всех стадиях и соответствовать требованиям ГОСТ 12.3.002, ГОСТ Р 12.0.001.

8.1.2 При организации и проведении ТТП приготовления клеев в соответствии с настоящим стандартом административно-технический персонал подразделений в установленном на предприятии порядке обязан:

- установить все опасные и вредные факторы и допустимые нормы их воздействия при проведении конкретных работ, процессов и операций;
- разработать и осуществить мероприятия, направленные на исключение или уменьшение воздействия опасных и вредных факторов;
- обеспечивать безопасность труда на рабочих местах, исправное состояние и безопасную эксплуатацию оборудования, приспособлений, инструмента, защитных и оградительных средств, безопасную организацию рабочих мест, проходов;
- осуществлять постоянный контроль за соблюдением установленных в настоящем разделе требований безопасности;
- обеспечивать контроль воздушной среды;
- разработать инструкции по технике безопасности, определить наименования и число сред пожаротушения во всех помещениях и на рабочих местах и утвердить суточные и сменные нормы хранения растворителей, кислот, щелочей, пленкообразующих растворов и их смесей;
- организовать безопасное хранение и транспортирование вредных и легковоспламеняющихся жидкостей и своевременное обеспечение работников защитной одеждой и предохранительными приспособлениями.

8.1.3 Все работы с химическими веществами, в том числе процессы нагревания, следует проводить в вытяжном шкафу (через проемы рук или манипуляторами) при исправно действующей вентиляции, при систематическом лабораторном контроле за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007.

Работы с перекисями и дициклогексиловым эфиром надугольной кислоты проводят в отдельном вытяжном шкафу или в общем вытяжном шкафу отдельно от других операций.

Приточно-вытяжные вентиляционные установки должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.4.021.

Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должны превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.007. Допустимые показатели микроклимата в рабочей зоне — по ГОСТ 12.1.005.

Производство должно быть обеспечено техническими средствами контроля воздушной среды. Контроль состояния воздушной среды помещения надлежит проводить по графику, утвержденному в установленном порядке.

8.1.4 Перед работой проверяют исправность вентиляции, водопровода и канализации. При наличии неисправностей к работе не приступают.

8.1.5 Контактирование открытых поверхностей кожи человека с химическими материалами, включая клеи не допускается. В технологии приготовления клеев предусматривают защитные меры, направленные на исключение контакта химических компонентов, включая клеи, с кожей рук, и также обеспечивают защиту глаз.

При попадании на кожу оптического клея следует немедленно удалить его с помощью ваты или салфетки и тщательно промыть место контакта теплой водой с мылом.

8.1.6 Тара с химическими веществами должна иметь этикетки с наименованием и краткой характеристикой содержимого.

8.2 Помещения и технологическое оборудование

8.2.1 Требования безопасности к помещениям и технологическому оборудованию — по ГОСТ 12.3.002, ГОСТ 12.2.003, ГОСТ Р 12.0.001.

8.2.2 Требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004 и СП 112.13330, правила противопожарного режима в производственном помещении — в соответствии с [1].

Работы с пожаровзрывоопасными веществами проводят в отдельном помещении или организуют ТТП таким образом, чтобы в помещении, где проводят работы с пожаровзрывоопасными веществами не производились другие работы, обеспечивая при этом выполнения норм и правил безопасности при работе с такими веществами.

При работе с легковоспламеняющимися веществами необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

Не допускается применение искрообразующих инструментов, открытого огня, оголенных токоведущих инструментов, накопление статического электричества.

Производственные, вспомогательные и бытовые помещения должны быть оборудованы пожарной сигнализацией и средствами пожаротушения, соответствующими требованиям ГОСТ 12.4.009, ГОСТ 12.1.004, ГОСТ Р 59641.

8.2.3 Требования электробезопасности к помещениям, применяемому технологическому оборудованию и оснастке — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с [2], правила безопасности при эксплуатации электроустановок — по [3]. Технологическое оборудование должно быть заземлено. Требования безопасности к защитному заземлению, занулению производственного оборудования — по ГОСТ 12.1.030.

8.2.4 Уровни шума и нормы вибрации на рабочем месте не должны превышать предельно допустимых значений по ГОСТ 12.1.003 и ГОСТ 12.1.012 соответственно.

8.2.5 Помещения должны быть обозначены сигнальными цветами и знаками безопасности по ГОСТ 12.4.026, иметь ограждения взрывоопасной зоны.

8.3 Персонал

8.3.1 Перед началом работы по приготовлению клеев персонал должен быть ознакомлен со свойствами используемых химических веществ и материалов и ознакомлен с мерами безопасности при работе с ними.

8.3.2 Если при приготовлении клея применяют вещества, включенные в [4], то к работе допускаются лица, не имеющие медицинских противопоказаний, перечисленных в [5] и прошедшие обязательные предварительный и периодический медицинские осмотры в соответствии с [6].

8.3.3 Персонал, непосредственно участвующий в приготовлении клеев, должен быть обеспечен спецодеждой и другими средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103, соответствующими требованиям [7], с учетом условий проведения работ.

Работы по приготовлению клеев проводят в халатах из плотной ткани без карманов и в перчатках по ГОСТ 20010, стойких к воздействию используемых химических веществ. Если в руководящих технических документах (технический регламент предприятия, инструкция и др.) не указано иное, то замену перчаток проводят каждые 2 ч, промывая при этом руки теплой водой с мылом.

Использованные перчатки замачивают в концентрированной соляной кислоте в течение 30 мин или обрабатывают иным подходящим способом. Повторное использование перчаток без процедуры обработки не допускается.

8.3.4 Все работающие и вновь поступающие на работу должны проходить инструктаж по технике безопасности в соответствии с правилами, установленными на предприятии. К работе допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие инструктаж по технике безопасности.

8.3.5 При работе с источником ультрафиолетового излучения предпринимают меры, направленные на предотвращение воздействия ультрафиолетового излучения на персонал. Например, располагают источник ультрафиолетового излучения в защитном кожухе, проводят работу в защитных очках, одевают хлопчатобумажные перчатки с отрезанными на длину первой фаланги пальцев концами.

8.4 Требования безопасности при работе со сжатым азотом

8.4.1 Организация работ со сжатым азотом — в соответствии с требованиями настоящего стандарта и ГОСТ 26460, ГОСТ 9293 и [8].

8.4.2 До начала работы со сжатым азотом проверяют исправность арматуры, вентилей, редукторов, соответствие окраски и надписей на баллоне установленным, осматривают баллоны на отсутствие коррозии, трещин, искажений формы.

8.4.3 Баллоны с газом устанавливают на расстоянии не менее 1 м от нагревательных приборов и предпринимают меры, направленные на то, чтобы во время работы баллон был закреплен в вертикальном положении (если конструкция баллона не предусматривает иного) и предохранен от падения.

8.4.4 При работе не допускается оставлять систему, находящуюся под давлением, без наблюдения.

При расходе газа из баллона в нем обеспечивают остаточное давление не менее 0,5 кг/см^2.

8.4.5 После завершения работы вентили баллов плотно закрывают, регулировочные винты редукторов переводят в открытое положение, остаточный газ выпускают из магистралей в атмосферу.

8.5 Охрана окружающей среды

8.5.1 Охрана окружающей среды, выбросы вредных веществ в атмосферу — по ГОСТ Р 58577, сточные воды при производстве клеев не образуются.

8.5.2 Утилизация отходов — в соответствии с ГОСТ Р 52108 и ГОСТ Р 51769.

Приложение А
(рекомендуемое)

Оборудование, материалы и реактивы

А.1 Оборудование и материалы

В ТТП приготовления клеев применяют оборудование и материалы, указанные в таблице А.1

Таблица А.1

Оборудование, материал	Назначение
Лампа ДРТ-220 или ДРТ-375 (в качестве источника ультрафиолетового излучения)	Для полимеризации клея типа ООК-1 или полимеризации винилацетата при изготовлении клея типа УФ-235М
Электрическая лампа мощностью 150 Вт	При полимеризации раствора бальзамина-мономера в термостате
Лампа накаливания мощностью от 60 до 100 Вт по ГОСТ 2239	В качестве источника освещения при проверке растворов на чистоту
Осветитель типа ОИ-9	
Колбы Вюрца (круглодонные) вместимостью 1000 $см^5$ по ГОСТ 23932	Для приготовления и хранения компонентов клея
Воронки делительные цилиндрические, вместимостью 1000 $см^3$, тип УШ по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932	Для приготовления компонентов клея
Воронки стеклянные для фильтрования с паром, тип УШ по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932	
Склянки по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932	Для промывания газов
Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932	Для приготовления компонентов клея
Эксикаторы по ГОСТ 23932	Для сушки и хранения материалов
Колбы плоскодонные и конические вместимостью 1000 и 1500 $см^3$ по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932	Для приготовления и хранения компонентов клея
Вакуум-эксикатор по ГОСТ 25336	Для вакуумирования клеев типов УФ-215 и УФ-235М
Оборудование по ГОСТ 25336 и ГОСТ 23932 в соответствии с приложением Б	Детали установки для вакуумной перегонки
Посуда мерная по ГОСТ 1770	Для соблюдения пропорций
Пипетки по ГОСТ 29227	Для соблюдения пропорций
Лупа по ГОСТ 25706	При контроле однородности растворов
Весы по ГОСТ Р 53228	Для взвешивания
Термометры по ГОСТ 28498	Для контроля температуры при перегонке и фильтрации
Мешалка	Для перемешивания компонентов
Пористый стеклянный фильтр по ГОСТ 23932	Для фильтрования
Манометр ртутный U-образный стеклянный по ГОСТ 2405 (или иной подходящий)	Для контроля давления в установках
Насос водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 25336	Для ускорения процесса фильтрации
Вакуумный насос по ГОСТ Р 52615	В установке для работы под вакуумом

Окончание таблицы А.1

Оборудование, материал	Назначение
Колба с тубусом по ГОСТ 23932	Для фильтрования под вакуумом
Электроплитка по ГОСТ 14919	Для нагрева
Термостат	
Баня водяная	
Баня воздушная	
Баня силиконовая	
Баня масляная	
Баня глицериновая	
Баня металлическая	
Электропечь сопротивления лабораторная	Для сушки
Бумага фильтровальная (лабораторная) по ГОСТ 12026	Для бумажных лабораторных фильтров
Салфетки из батиста хлопчатобумажные или бязи тонкой отбеленной, или фланели белой или мадеполама отбеленного по ГОСТ 29298	Для чистки деталей, лабораторной посуды
Вата медицинская по ГОСТ 5556	
Лабораторный автоматический трансформатор (ЛАТР)	Применяют в установке для полимеризации мономеров в присутствии растворителя
Вата из стекловолокна по ГОСТ 17139	Для перегонки пропиленгликоля
Пленка полиэтиленовая по ГОСТ 10354, пергаментная бумага по ГОСТ 1341 или бумажная калька по ГОСТ 892	Для хранения компонентов клея
Тара по ГОСТ 3885	Для транспортироваеия и хранения компонента $А_{ФТ}$
Перчатки резиновые по ГОСТ 20010	Для работы с клеями

А.2 Реактивы

В ТТП приготовления клеев применяют реактивы, указанные в таблице А.2.

Таблица А.2

Реактив	Назначение
Живица пихтовая по ГОСТ 2290	Основной компонент клея типа «пихтовый бальзам»
Эфир этиловый (серный) или эфир этиловый технический по ГОСТ 22300	В качестве растворителя
Эфир петролейный	В качестве растворителя
Масло льняное рафинированное отбеленное и нейтрализованное по ГОСТ 5791 или масло льняное рафинированное отбеленное (для живописи)	Пластификатор для пихтового бальзама
Эфир этиловый (серный) по ГОСТ 22300 или эфир этиловый технический по ГОСТ 17299 Эфир петролейный	Растворители (очистку проводят по приложению Л)
Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	Для приготовления растворителя

Продолжение таблицы А.2

Реактив	Назначение
Метиловый оранжевый, 1 %-ный раствор в этиловом спирте	В качестве индикатора
Спирт этиловый ректификованный технический высший сорт марки А по ГОСТ Р 55878	Для перекристаллизации перекиси бензола, для промывки фильтров, посуды и удаления избытка клея
Спирт этиловый ректификованный технический ГОСТ 17299	Для промывки бумажных фильтров и промывки перекристаллизованного дициклогексилового эфира
Ацетон технический марки А по ГОСТ 2603	Для промывки фильтров, посуды и удаления избытка клея
Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100	Для промывки посуды
Бензоила перекись техническая по ГОСТ 14888	В качестве инициатора полимеризации
Кальций хлористый кристаллический по ГОСТ 450	Для осушки растворов
Калий хлористый по ГОСТ 4568	
Силикагель по ГОСТ 3956	
Хлороформ технический по ГОСТ 20015	Для перекристаллизации перекиси бензоила
Смола эпоксидно-диановая неотвержденная по ГОСТ 10587, ЭД-20, светло-желтого цвета, сорт высший, цветность не выше трех баллов	Основной компонент клеев типов ОК-50П, ОК-72ФТ, ММА
Эфир метиловый метакриловой кислоты, чистый (метилметакрилат) по ГОСТ 20370	Для получения акрилового клея и клеев ММА и ООК-1
Метилметакрилат-триэтоксисилан (продукт К-3) по ГОСТ 20370	Для повышения прозрачности клея бальзамин-М2
Эфир триаллиловый циануровой кислоты (триаллилцианурат, ТАЦ, $C_{12}H_{15}N_3O_3$, КАС 101-37-1)	В качестве сшивателя при изготовлении клеев типов ММА и ИК-1М
Триаллилизоцианурат (ТАИЦ, $C_{12}H_{15}N_3O_3$, КАС 1025-15-6)	
Диметиланилин (ДМА, $C_8H_{11}N$, КАС 21-69-7) по ГОСТ 5855, чистый	В качестве ускорителя полимеризации клея типа ММА
Фенилглицидный эфир (фенилглицидиловый эфир, глицидил фениловый эфир, ФГЭ, смола ЭФГ, $C_9H_{10}O_2$, КАС122-60-1)	Для приготовления клеев типов ОК-72ФТ$_5$ и ОК-72ФТ$_{15}$, ОК-80
Полиэтиленполиамины дистиллированные (ПЭПА, отвердитель ПЭПА, $C_{12}H_5N_7O_{12}$, КАС 68131-73-7) или диэтилентриамин (ДЕТА, ДЭТА, DETA, КАС 111-40-0), ч.	В качестве компонента Б и Б$_Ф$ для клеев типов ОК-50П и ОК-72ФТ
Карбинол технический (диметилвинилэтинилкарбонол) по ГОСТ 2222 или карбинольный сироп (метиловый спирт, древесный спирт, метилгидрат, гидроксид метила, метанол-яд) по ГОСТ 2222	Для получения бальзамина-мономера. Карбинольный сироп имеет преимущество перед карбинолом вследствие более совершенной очистки в ректификованных колоннах промышленной установки
Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,83-1,835	Для получения индикатора
Кислота серная особо чистая по ГОСТ 14262	

Продолжение таблицы А.2

Реактив	Назначение
Поливинилэтилаль (ПВЭ, альвар, мовиталь А, ревиль А), белый порошок, полученный конденсацией поливинилового спирта с ацетальдегидом	Компонент клея типа КМС
Этилцеллозольв (мокоэтилэвый эфир этиленгликоля) по ГОСТ 8313	
Толуилендиизоцианат (продукт Т-65, ТДИ 65/35, толуен диизоциана, $C_9H_6N_2O_2$, КАС 584-84-9)	
Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты (дициклогексилпероксидикарбонат, новинит, продукт 23, $C_{12}H_{22}O$, КАС 6531-86-8) с указанием «Для оптических целей»	В качестве инициатора полимеризации клея типа «бальзамин-М»
Диметиламинобезальдегид, 4-диметиламинобензальдегид (ДМАБА, $C_9H_{11}NO$, КАС 100-10.7), ч.д.а. или ч.	В качестве ускорителя полимеризации клея типа «бальзамин-М» и компонента клея типа ИК-1М
Бутилметакрилат по ГОСТ 16756	Для получения акрилового клея
Ксилол нефтяной по ГОСТ 9410	
Ксилол (смесь-о-м-п) по ГОСТ 9410	
Эпихлоргидрин по ГОСТ 12844, чистый	Для разбавления смолы ЭД-20
Формалин технический по ГОСТ 1625, 30 %-ный водный раствор	Для получения индикатора
Азот газообразный и жидкий технический по ГОСТ 9293 (в баллоне)	Для очистки компонентов $А_П$, $А_{ФТ}$ клеев типов ОК-72ФТ и ОК-50П
Теринон (терпенциклогексанон)	В качестве пластификатора компонента $А_{ФТ}$ клея типа ОК-72ФТ
Метакрилоксиметил-триэтоксисилан (ММТЭС, метакрилат К-2, КАС 5577-72-0)	Вводят для увеличения адгезии клея типа ОК-90М к стеклу. Исходный компонент клея типа ИК-1М
Гидроперекись изопропилбензола (кумол) по ГОСТ 20491очищенная	Инициатор, вводят для полимеризации смолы ПН-3М
Ванадиевый ускоритель (раствор пятиокиси ванадия в дибутилфосфате)	Ускоритель полимеризации клея типа ОК-90М
Пятиокись ванадия (оксид ванадия, КАС 1314-62-1)	Для приготовления ванадиевого ускорителя
Дибутилфосфат (дибутиловый эфир фосфорной кислоты, КАС 107-66-4)	
Диметилфталат (диметиловый эфир фталевой кислоты) по ГОСТ 8728	Пластификатор. Вводят для повышения эластичности клея типа ОК-90М
Ангидрид малеиновый по ГОСТ 11153	При синтезе смолы ПН-3М для клея типа ОК-90М
Кислота адипиновая по ГОСТ 10558	
Гидрохинон по ГОСТ 19627 марки А (пара-дигидроксибензол, бензол-1,4-диол, хинол)	
Пропиленгликоль (монопропиленгликоль-1,2-пропандиол, 1,2-дигидроксипропан)	
Аммиак водный по ГОСТ 3760	Для очистки азота при получении полиэфира ПГМА
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773	

Продолжение таблицы А.2

Реактив	Назначение
Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166	Для сушки эпихлоргидрина
Сульфат натрия по ГОСТ 6318	
Винилацетат ректификат (см. приложение И)	Для получения клеев типов УФ-235М и УФ-215М
Циклогексанол по ГОСТ 24615	
Натрий пиросернистокислый по ГОСТ 11683	При очистке циклогексанола
Натрия бисульфит технический 40 %-ный водный раствор по ГОСТ 902	
Гидроксид калия по ГОСТ 24363	
Метабисульфит натрия (натрий пиросернистокислый) по ГОСТ 11683	
Метабисульфит калия (калий пиросернистокислый) по ГОСТ 7172	
Полиметилсилоксановый каучук СКТН марки А по ГОСТ 13835	Основной компонент клеев типов УФ-215 и УФ-215М
Кремнийорганический катализатор К-18 (раствор диэтилдикаприлата олова в этилсиликате-3, катализатор 18) (см. приложение К)	Для вулканизации клеев типов УФ-215 и УФ-215М
Бензилфенилглицидный эфир	Для приготовления клея ОК-80
Диэтилентриамин (ДЕТА, ДЭТА, DETA, КАС 111-40-0), чистый	Для получения компонентов $А_{ФТ}$ и $Б_{Ф}$ клеев типов ОК-72ФТ$_5$С и ОК-72ФТ$_{15}$С
Натрия гидрат окиси (натрий едкий) чистый или химически чистый 10—15 %-ный водный раствор и 0,5 н раствор по ГОСТ 4328	Для смывания клея типа ТКС-1 и освобождения бутилметакрилата от гидрохинона
Стирол по ГОСТ 10003	Для приготовления клеев типов ОК-1, ИК-1М и ОК-90М
Полистирол блочный прозрачный оптический марки ПСМ-О или ПСМ-111, прозрачный высшего сорта по ГОСТ 20282	Компонент клея типа ООК-1
Фенолфталеин	Для определения кислотного числа ненасыщенного полиэфира ПГМА
Кислота соляная ос.ч. по ГОСТ 3118, 0,1 н раствор	
Смола ПН-3М	
Кислота уксусная ледяная, х. ч. или ос.ч. по ГОСТ 18270	Для определения содержания основного компонента в дициклогексиловом эфире надугольной кислоты
Калий йодистый по ГОСТ 4232, 2 %-ный раствор в этиловом спирте	
Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 244, 0,1 н раствор	
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,5 %-ный раствор	
Бихромат калия по ГОСТ 2652	Для очистки лабораторной посуды
Триэтилентетрамин	Для приготовления клея типа ОК-50ПК

Окончание таблицы А.2

Реактив	Назначение
Эпоксисилан (органосилан ЭС-1, эпоксипропоксипропилтриэтоксисилан, жидкость кремнийорганическая ЭС-1, $C_{12}H_{26}O_5Si$, КАС 2602-34-8)	Для приготовления клеев типов ОК-72ФТ$_5$С и ОК-72ФТ$_{15}$С
Крезилглицидный эфир (КГЭ, крезилглицидиловый эфир, КАС 26447-14-3)	Для приготовления клея типа КМС
Жидкость кремнийорганическая ЭС-1 (эпоксисилан, эпоксипропоксипропилтриэтоксисилан, $C_{12}H_{25}O_5Si$, КАС 2602-34-8)	Для повышения прозрачности клеев типов ОК-72ФТ$_5$С и ОК-72ФТ$_{15}$С
Марганцевокислый калий по ГОСТ 20490	Для очистки этилового эфира

Приложение Б
(обязательное)

Детали установки для вакуумной перегонки

Компоненты установок для вакуумной перегонки приведены на рисунках Б.1—Б.8.

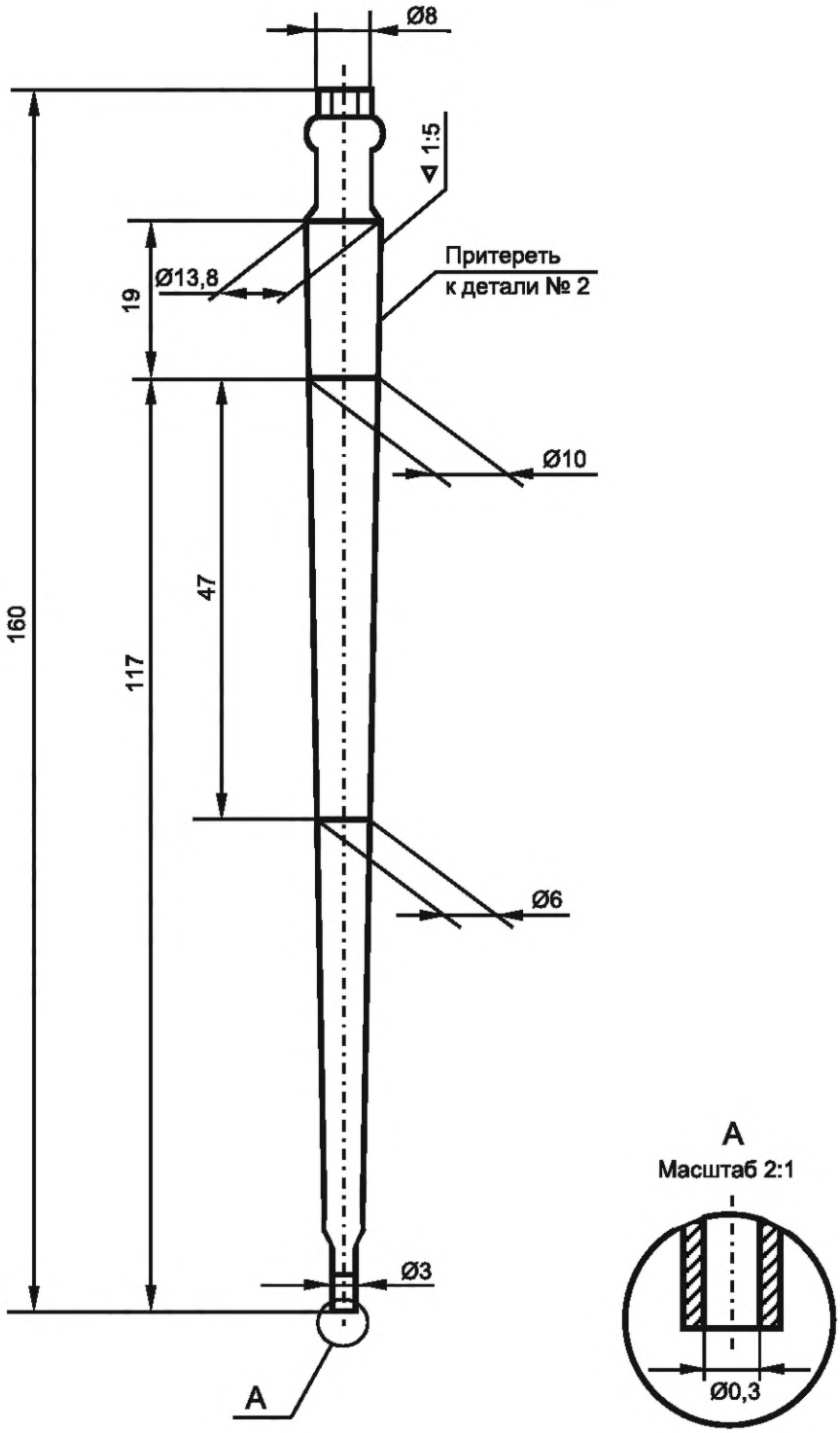


Рисунок Б.1 — Трубка капиллярная

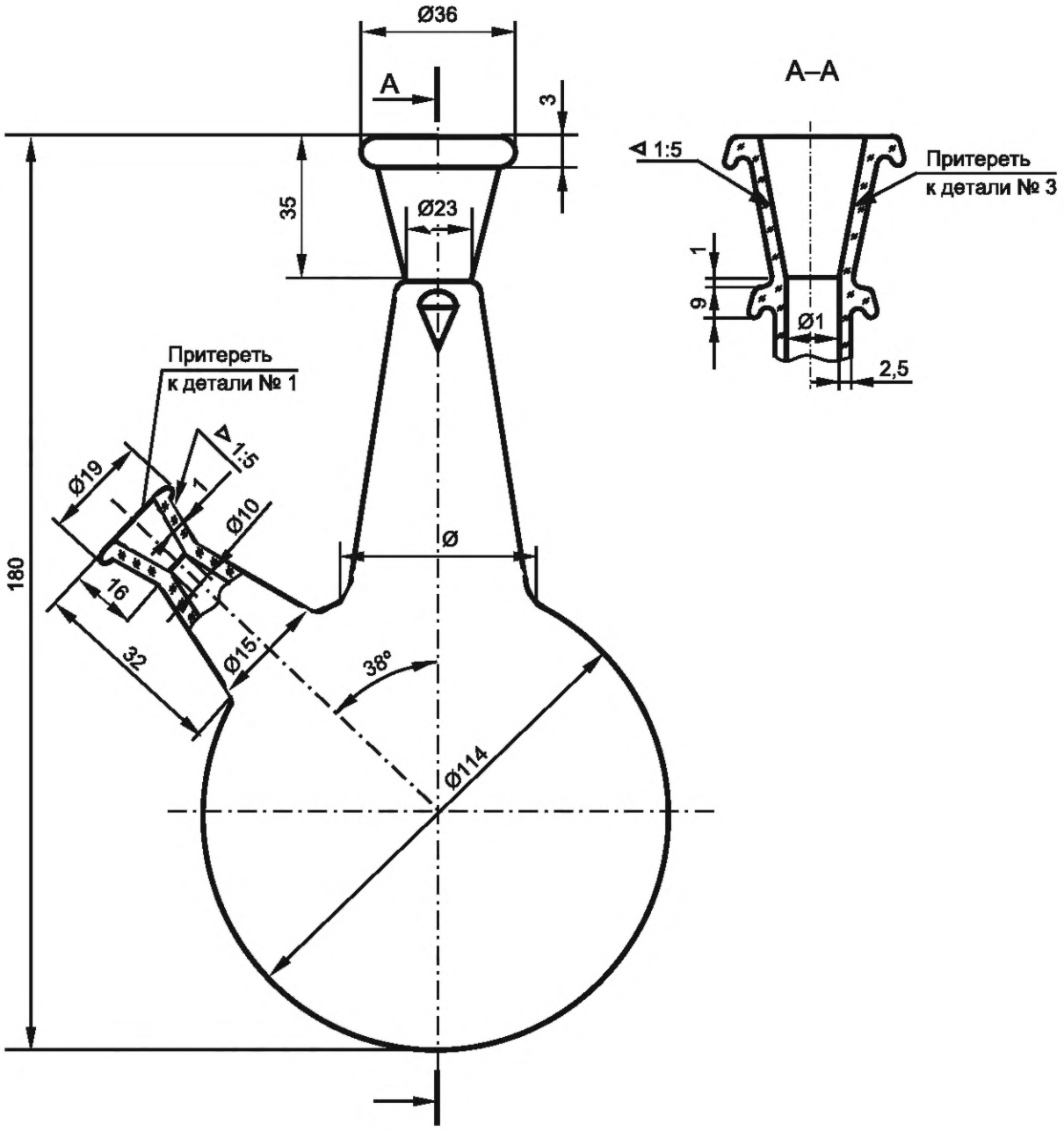


Рисунок Б.2 — Колба для перегонки

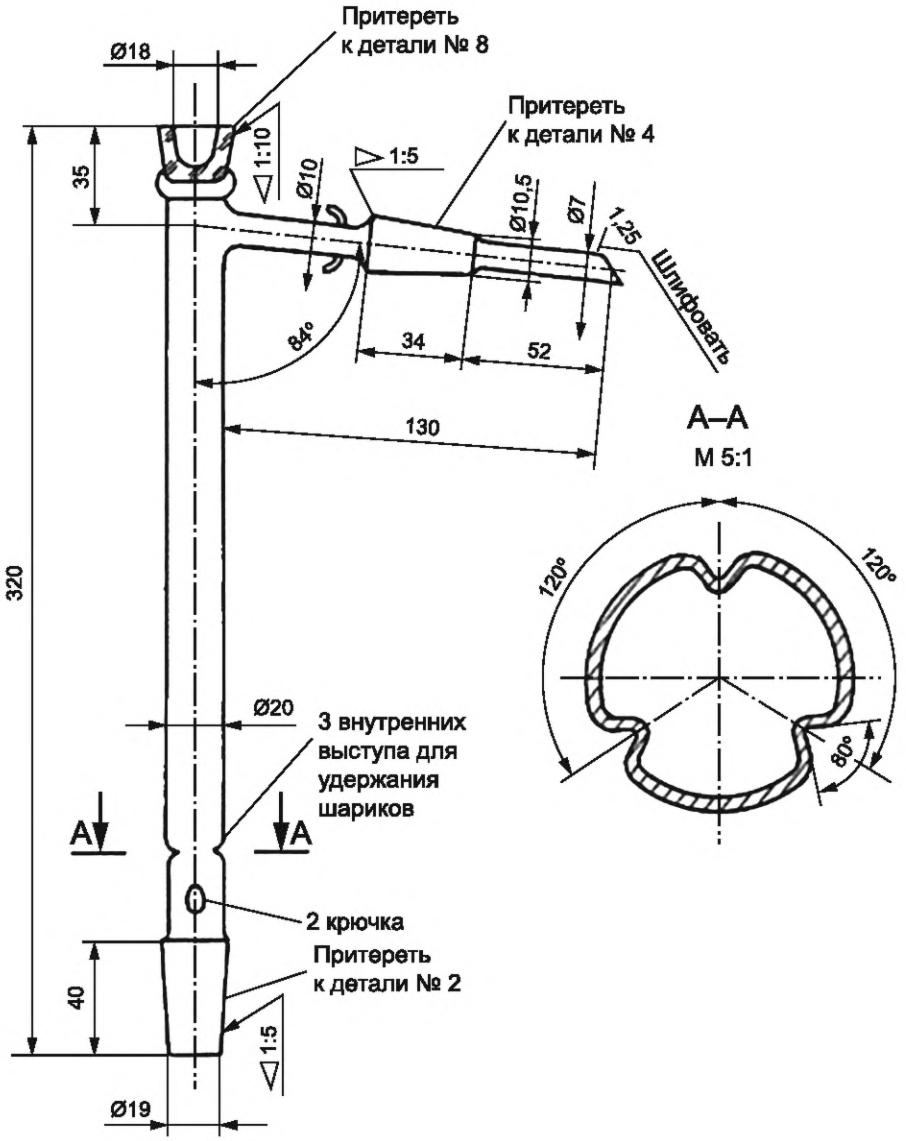


Рисунок Б.3 — Дефлегматор

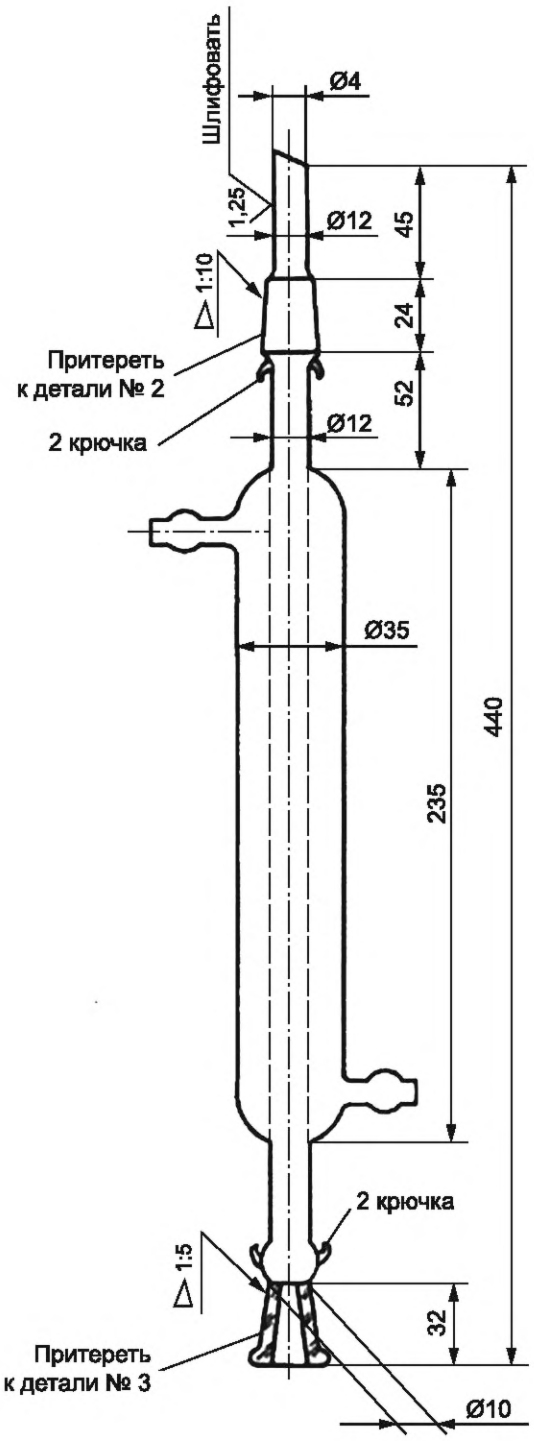


Рисунок Б.4 — Холодильник

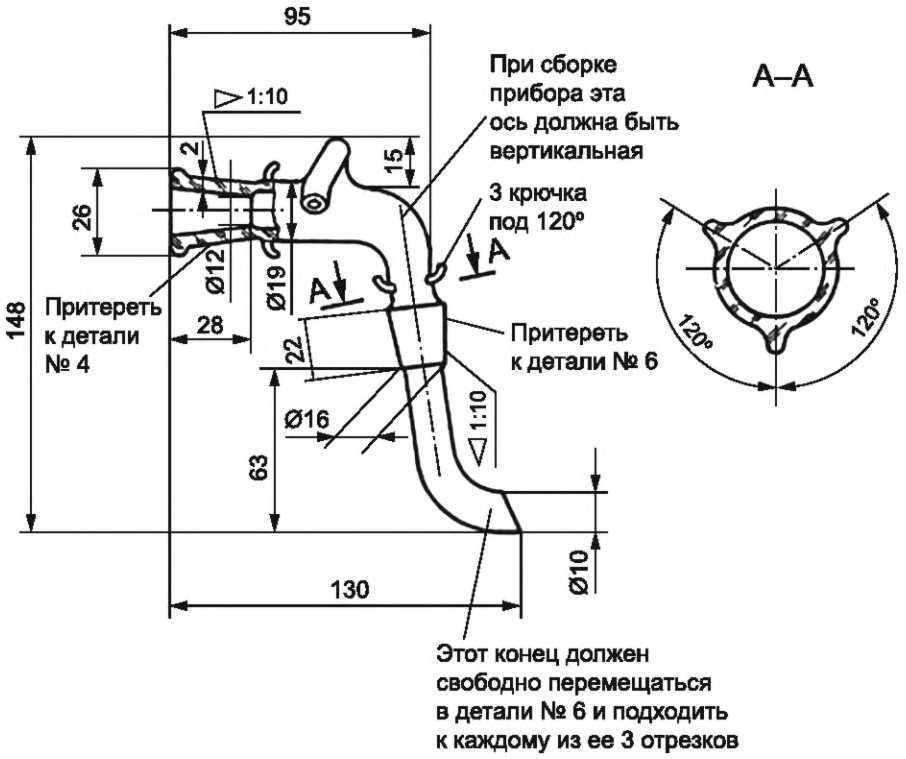


Рисунок Б.5 — Алонж

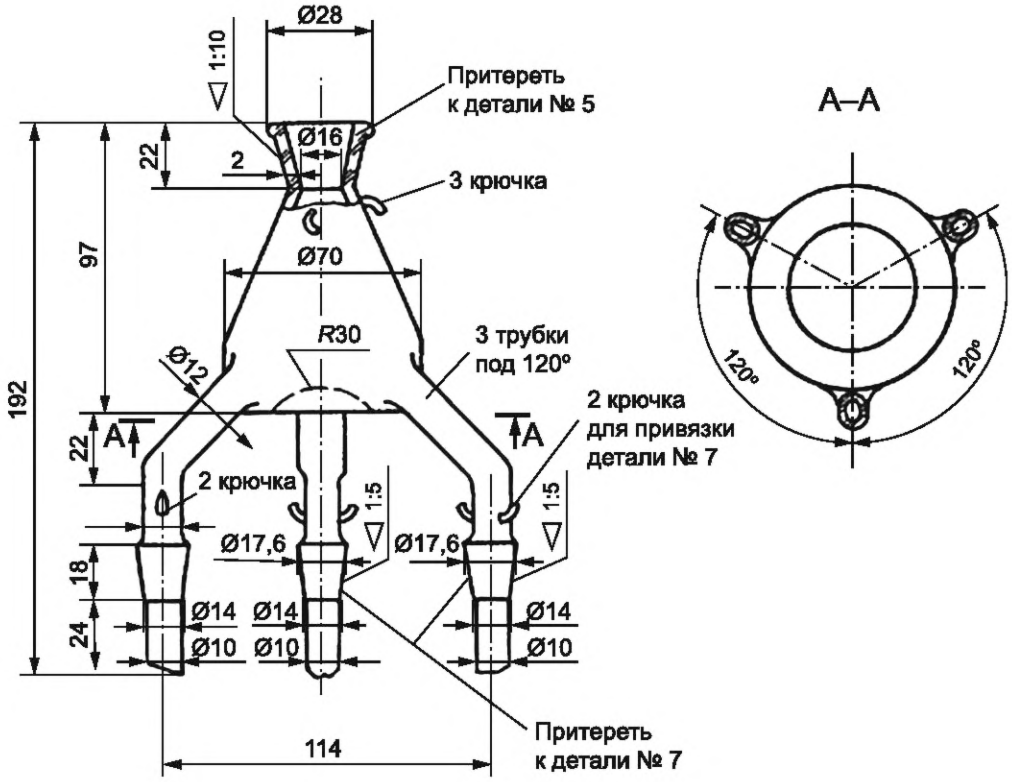


Рисунок Б.6 — «Паук»

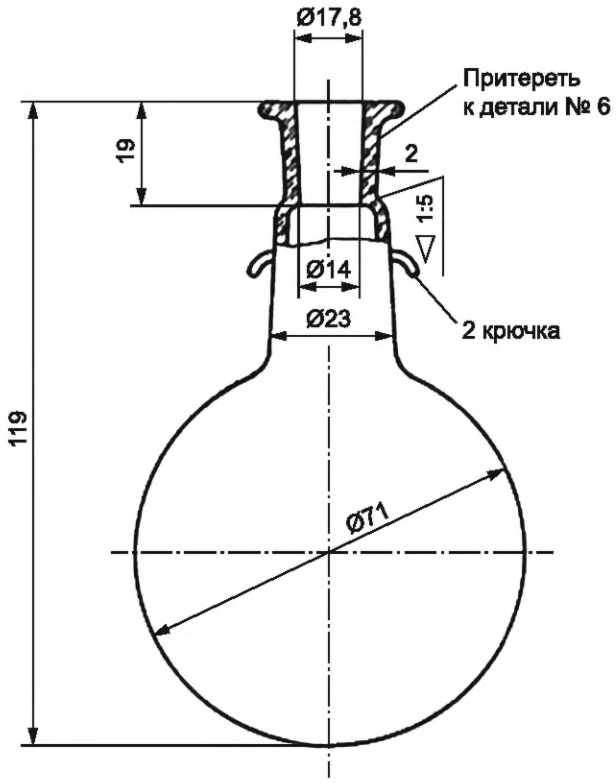


Рисунок Б.7 — Приемная колба

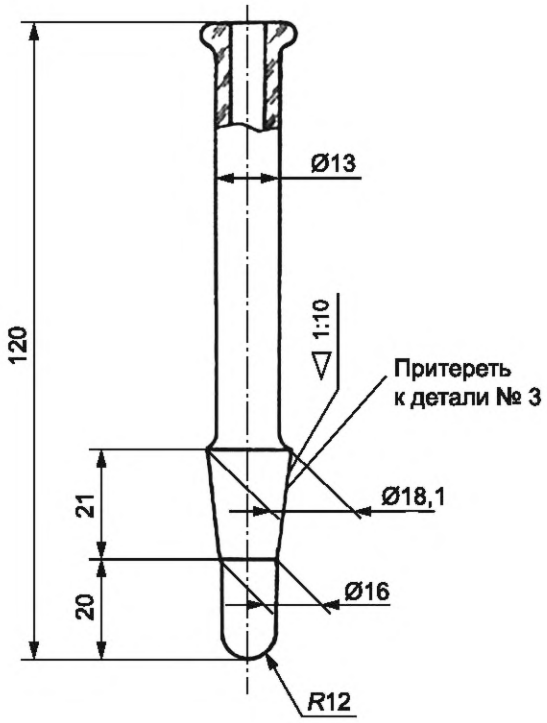
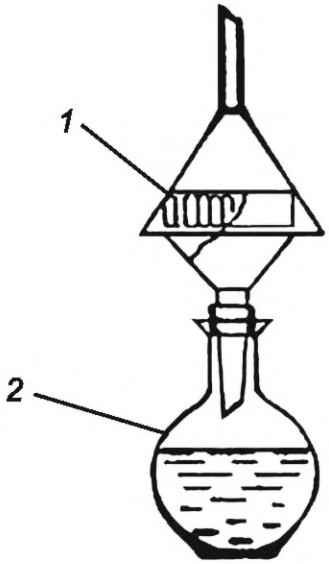


Рисунок Б.8 — Карман для термометра

Приложение В
(рекомендуемое)

Подготовка лабораторной посуды на водяной бане

Вымытые посуду и пробирки обрабатывают на установке «водяная баня», схема которой приведена на рисунке В.1, в течение 4 ч.



1 — пробирка; *2* — колба

Рисунок В.1 — Схема установки «водяная баня» для подготовки лабораторной посуды

Установка «водяная баня» состоит из двух бюхнеровских воронок, в которые помещают стеклянную лабораторную посуду, прошедшую процедуру промывки. Размер воронок подбирают в зависимости от объема посуды, проходящей процедуру очистки.

Воронки с посудой помещают в колбу с дистиллированной водой (см. рисунок В.1). Объемы используемой колбы и заливаемой в нее дистиллированной воды подбирают с учетом размеров используемых воронок и времени процедуры.

Приложение Г
(обязательное)

Условия хранения и правила использования дициклогексилового эфира надугольной кислоты

Г.1 Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты — это твердое вещество белого цвета, легко взрывающееся при ударе, трении и нагревании. Температура плавления сухого продукта — 46 °С. Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты растворим в спирте, ацетоне, серном эфире и бальзамине-мономере.

Г.2 Запас дициклогексилового эфира надугольной кислоты следует хранить в темной стеклянной банке, закрытой резиновой пробкой со стеклянной трубкой или отверстием диаметром 2—3 мм при температуре от 0 °С до 15 °С. Влажность дициклогексилового эфира надугольной кислоты не должна быть ниже 40 %, что обеспечивается постоянным наличием над его поверхностью тонкого слоя воды.

При замерзании воды в дициклогексиловом эфире надугольной кислоты ее защитные свойства теряются. Замерзший дициклогексиловый эфир надугольной кислоты взрывоопасен и, прежде чем им пользоваться необходимо емкость с этим веществом разморозить при комнатной температуре.

Отбор, измельчение комочков и перемешивание дициклогексилового эфира надугольной кислоты необходимо проводить только пластмассовой или деревянной лопаточкой. Запрещается пользоваться металлическими шпателями или ложками, так как металлы катализируют разложение дициклогексилового эфира надугольной кислоты со взрывом.

Г.3 Высушивание влажного дициклогексилового эфира надугольной кислоты проводят многократным отжатием его комочков между листами фильтровальной бумаги и одновременным измельчением этих комочков до состояния порошка. Осушенный таким образом дициклогексиловый эфир надугольной кислоты помещают в сосуд типа кристаллизатора и взвешивают на весах по ГОСТ Р 53228. Сосуд с дициклогексиловым эфиром надугольной кислоты помещают в эксикатор над хлористым кальцием и взвешивают ежедневно. По достижении постоянной массы дициклогексиловый эфир надугольной кислоты допускается использовать для изготовления клея. Если вода была тщательно извлечена фильтровальной бумагой, то постоянная масса небольших количеств дициклогексилового эфира надугольной кислоты в небольших количествах (массой 5—6 г) достигается через 1 сут при условии распределения его тонким слоем.

Г.4 Хранение сухого дициклогексилового эфира надугольной кислоты в рабочем помещении допускается в количествах, не превышающих недельного запаса. Недельный запас сухого дициклогексилового эфира надугольной кислоты должен быть установлен в НД предприятия. Сухой дициклогексиловый эфир надугольной кислоты следует хранить только в стеклянных или фарфоровых (покрытых глазурью) сосудах типа кристаллизатора, закрытых полимерной пленкой, в эксикаторе над хлористым кальцием. На эксикаторе должна быть надпись: «Осторожно, дициклогексиловый эфир надугольной кислоты!» или «Осторожно, продукт 23!». Хлористый кальций, потерявший гигроскопичность, не подлежит повторному использованию.

Не допускается хранить сухой дициклогексиловый эфир надугольной кислоты при температуре от 20 °С до 25 °С более 1 мес. Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты в сухом виде постепенно разлагается. Содержание основного вещества в сухом дициклогексиловом эфире надугольной кислоты уменьшается в среднем на 4—5 г в 1 мес.

Эксикатор с дициклогексиловым эфиром надугольной кислоты следует хранить в затемненном месте при температуре от 0 °С до 25 °С вдали от нагревательных приборов, легко воспламеняющихся жидкостей, восстановителей и баллонов со сжатыми газами.

В эксикаторе для хранения не должно быть других веществ кроме осушителя и дициклогексилового эфира надугольной кислоты.

Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты не допускается подвергать ударам, трению и нагреванию.

Навески сухого дициклогексилового эфира надугольной кислоты следует отбирать с помощью бумажных или пластмассовых совочков.

Г.5 Случайно просыпанный дициклогексиловый эфир надугольной кислоты следует собирать с помощью фильтровальной бумаги и растворять в бальзамине-мономере или 50 %-ной уксусной кислоте по ГОСТ 61. Раствор выливают в емкость для отходов.

Для растворения дициклогексилового эфира надугольной кислоты не допускается использовать сильные кислоты во избежание выбросов.

Г.6 Перед началом работы с дициклогексиловым эфиром надугольной кислоты необходимо освободить рабочее место от посторонних предметов. Вблизи не должно быть сильных кислот, хромовой смеси, восстановителей и открытого огня.

Следует учитывать, что при непосредственном смешивании дициклогексилового эфира надугольной кислоты с ДМАБА происходит взрыв.

По окончании работы с дициклогексиловым эфиром надугольной кислоты следует тщательно убирать рабочее место с соблюдением всех мер предосторожности.

Г.7 Хранящийся в запасе дициклогексиловый эфир надугольной кислоты следует подвергать химическому анализу на содержание основного компонента 1 раз в 3 мес (см. приложение Д) с занесением результатов в рабочий журнал. Результаты анализа учитывают при изготовлении клея.

Приложение Д
(обязательное)

Метод определения содержания основного компонента в дициклогексиловом эфире надугольной кислоты

Д.1 Реактивы

Для определения содержания основного компонента в дициклогексиловом эфире надугольной кислоты применяют следующие реактивы:

- кислоту уксусную ледяную, х. ч. или ос.ч. по ГОСТ 18270;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, 2 %-ный раствор в этиловом спирте;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия по ГОСТ 244), 0,1 н раствор;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,5 %-ный раствор.

Д.2 Проведение анализа

Дициклогексиловоый эфир надугольной кислоты массой 5 г высушивают при комнатной температуре до постоянной массы. Навеску дициклогексилового эфира надугольной кислоты отбирают с помощью бумажного или пластмассового совочка. Высушенный дициклогексиловый эфир надугольной кислоты массой 0,2 г взвешивают на весах по ГОСТ Р 53228 с погрешностью не более 0,01 г и помещают в коническую колбу вместимостью от 100 до 150 $см^3$ с полиэтиленовой пробкой. Затем в колбу добавляют ледяную уксусную кислоту объемом 3 $см^3$ и спиртовой раствор йодистого калия объемом 28 $см^3$. Колбу закрывают пробкой, содержимое колбы слегка встряхивают и оставляют в затемненном месте на 30—40 мин. Выделившийся йод оттитровывают (анализ на основании измерения объема реактива, расходуемого для реакции) 0,1 н раствором тиосульфата натрия в присутствии раствора крахмала объемом 0,5—1,0 $см^3$ до исчезновения фиолетовой окраски. Перед титрованием к раствору добавляют дистиллированную воду объемом 20 $см^3$.

Д.3 Обработка результатов

Массовую долю дициклогексилового эфира надугольной кислоты X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{143 \cdot 0{,}1 \cdot K \cdot в}{а \cdot 10}, \qquad (Д.1)$$

где K — поправочный коэффициент к 0,1 н раствору тиосульфата натрия;

$в$ — объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование выделившегося йода, $см^2$;

$а$ — масса навески дициклогексилового эфира надугольной кислоты, г;

143 — грамм-эквивалент дициклогексилового эфира надугольной кислоты.

Приложение Е
(обязательное)

Перекристаллизация дициклогексилового эфира надугольной кислоты

Дициклогексиловый эфир надугольной кислоты массой 5 г, высушенный по Г.3, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в коническую стеклянную колбу вместимостью 100 $см^3$ и добавляют ацетон объемом 30—40 $см^3$. После растворения дициклогексилового эфира надугольной кислоты раствор фильтруют через плотный бумажный фильтр небольшими порциями, собирая фильтрат в колбу с дистиллированной водой количеством 30 $см^3$, охлажденной до температуры от 0 °С до 7 °С. Запавшие кристаллы дициклогексилового эфира надугольной кислоты в охлажденной дистиллированной воде отфильтровывают через бумажный складчатый фильтр, промывают их на фильтре охлажденным этиловым спиртом и высушивают до постоянной массы.

Приложение Ж
(справочное)

Определение кислотного числа ненасыщенного полиэфира ПГМА

Ж.1 Реактивы

Для определения кислотного числа ненасыщенного полиэфира ПГМА применяют следующие реактивы:
- ацетон по ГОСТ 2603;
- фенолфталеин;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363, 0,1 н спиртовой раствор;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878;
- кислоту соляную ос.ч. по ГОСТ 3118, 0,1 н раствор;
- смолу ПН-3М.

Ж.2 Проведение анализа

Для проведения анализа навеску смолы ПН-3М массой 0,5—1,0 г помещают в бокс, растворяют в ацетоне объемом 10—20 $см^3$ и титруют по фенолфталеину 0,1 н спиртовым раствором гидроокиси калия. Титр раствора гидроокиси калия устанавливают путем титрования 0,1 н соляной кислотой.

Ж.3 Обработка результатов

Кислотное число КЧ смолы ПН-3М вычисляют по формуле

$$КЧ = \frac{56 \cdot N \cdot V}{q}, \qquad (Ж.1)$$

где N — нормальность раствора гидроокиси калия;

V — количество 0,1 н раствора гидроокиси калия для титрования навески смолы, $см^3$;

q — масса навески смолы ПН-3М, мг.

Примечание — При определении кислотного числа на 1000 г смолы ПН-3М расходуют 100 г этилового спирта.

Приложение И
(справочное)

Технические характеристики винилацетата, используемого для приготовления клея

Винилацетат (виниловый эфир уксусной кислоты) представляет собой бесцветную жидкость с характерным эфирным запахом. Относится к сложным виниловым эфирам. Токсичен. При попадании на кожу приводит к раздражениям и омертвениям кожного покрова. Пары винилацетатов вызывают ожоги роговой оболочки глаз. ПДК винилацетата в воздухе — 10 мг/м^3.

Температура кипения — от 72,7 °С до 73,4 °С. Температура самовоспламенения — 380 °С.

Технические характеристики винилацетата, применяемого для приготовления клея, приведены в таблице И.1.

Таблица И.1 — Технические характеристики винилацетата

Показатель	Значение
Внешний вид	Прозрачная жидкость, не содержит взвешенных частиц
Плотность при температуре 20 °С, г/см^3	от 0,932 до 0,932
Массовая доля ацетальдегида, %, не более	0,025
Массовая доля воды, %, не более	0,05
Массовая доля гидрохинона, %, не более (до ингибирования)	0,0003
Массовая доля гидрохинона, %, не более (после ингибирования)	0,0050
Массовая доля дивинилацетилена, %, не более	0,0002
Массовая доля железа, %, не более	0,00025
Массовая доля кислоты (в пересчете на уксусную кислоту), %, не более	0,005
Массовая доля кротонового альдегида, %, не более	отсутствие
Массовая доля основного вещества, %, не менее	99,9
Молярная вязкость поливиниацетата в бензоле, Па·С, не менее	0,035
Объем отгона при температуре от 71,8 °С до 73,0 °С, %, не менее	97
Полимеризационная активность по Дюпону при 0,1 МПа, мин, не более	22

Приложение К
(справочное)

Технические характеристики катализатора К-18, используемого для приготовления клея

Катализатор К-18 представляет собой раствор диэтилдикаприлата олова в этилсиликате-3. Токсичность катализатора определяется токсичностью входящего в состав диэтилдикаприлата олова. Огнеопасен, относится к легковоспламеняющимся жидкостям с температурой вспышки 33 °С.

Катализатор К-18 должен быть упакован в стеклянную или полиэтиленовую тару с плотнозакрывающейся крышкой. Температура хранения — от 0 °С до 25 °С.

Катализатор К-18 транспортируют автомобильным или железнодорожным транспортом в соответствии с правилами перевозок опасных грузов.

Срок хранения катализатора К-18 — не более двух лет.

Технические характеристики катализатора К-18, используемого для приготовления клея, представлены в таблице К.1.

Таблица К.1 — Катализатор К-18

Показатель	Значение
Внешний вид	Прозрачная жидкость от бесцветного до темно-желтого цвета. Допускается незначительное помутнение
Каталитическая активность, ч	от 1,0 до 6,0
pH водной вытяжки компаунда «Виксинит К-18»	от 4,0 до 7,2
Плотность при температуре 20 °С, кг/м^3	от 0,94 до 1,03
Наличие механических примесей	отсутствуют

Приложение Л
(справочное)

Очистка этилового эфира (удаление перекисей)

Для определения наличия в эфире перекисей применяют следующие реактивы:

- калий йодистый по ГОСТ 4232, 2 %-ный раствор в этиловом спирте;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878.

Для проведения анализа эфир объемом несколько миллилитров смешивают с йодистым натрием равного объема и добавляют соляную кислоту количеством 5—7 капель. Появление через некоторое время коричневого окрашивания раствора указывает на присутствие перекисей в испытуемом эфире.

Для удаления перекисей применяют:

- раствор А, состоящий из двухвалентного сернокислого железа в 3 %-ном водном растворе серной кислоты объемом 55 $см^3$;
- 0,5 %-ный водный раствор калия марганцевокислого по ГОСТ 20490;
- 5 %-ный водный раствор натрия гидроокиси по ГОСТ 4328 (или гидроокись калия по ГОСТ 24363);
- кальций хлористый гранулированный по ГОСТ 450.

Для удаления перекисей эфир помещают в делительную воронку, добавляют раствор А объемом 10—20 $см^3$ (из расчета на 1000 $см^3$ эфира), встряхивают, дают отстояться и отделяют его.

После промывки к эфиру добавляют раствор марганцевокислого калия в количестве 1/3 объема эфира для перевода образовавшейся примеси ацетальдегида в уксусную кислоту и встряхивают. Затем эфир отделяют, промывают раствором гидроокиси натрия и водой до нейтральной реакции промывных вод. Промытый эфир сушат в течение 24 ч гранулированным хлористым кальцием (из расчета 150—200 г на 1000 $см^3$ эфира).

Хлористый кальций отфильтровывают на бумажный складчатый фильтр. Профильтрованный эфир перегоняют на водяной бане. Дистиллят собирают в склянку из темного стекла, снабженную хлоркальциевой трубкой.

Библиография

[1] Правила противопожарного режима в Российской Федерации (утверждены постановлением Правительства Российской Федерации от 16 сентября 2020 г. № 1479)

[2] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии (утверждены приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 12 августа 2022 г. № 811)

[3] Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок (утверждены приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 г. № 903н)

[4] Перечень вредных и (или) опасных производственных факторов и работ, при выполнении которых проводятся обязательные предварительные медицинские осмотры при поступлении на работу и периодические медицинские осмотры (утвержден приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации и Министерством здравоохранения Российской Федерации от 31 декабря 2020 г. № 988н/1420н)

[5] Перечень медицинских противопоказаний к осуществлению работ с вредными и (или) опасными производственными факторами, а также работам, при выполнении которых проводятся обязательные предварительные и периодические медицинские осмотры (утвержден приказом Минздрава России от 28 января 2021 г. № 29н)

[6] Порядок проведения обязательных предварительных и периодических медицинских осмотров работников, предусмотренных частью четвертой статьи 213 Трудового кодекса Российской Федерации, перечня медицинских противопоказаний к осуществлению работ с вредными и (или) опасными производственными факторами, а также работам, при выполнении которых проводятся обязательные предварительные и периодические медицинские осмотры (утвержден приказом Минздрава России от 28 января 2021 г. № 29н)

[7] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 019/2011 — О безопасности средств индивидуальной защиты

[8] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 032/2013 — О безопасности оборудования, работающего под избыточным давлением

УДК 681.7.045:006.354 ОКС 37.020

Ключевые слова: оптика и фотоника, клеи оптические, типовые технологические процессы приготовления

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 23.04.2024. Подписано в печать 27.04.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 7,44. Уч.-изд. л. 6,32.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru