ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕМЕНИ ЖЕЛАТИНИЗАЦИИ

ГОСТ 22181—91
(ИСО 2535—74)

Издание официальное

24 руб. БЗ 8—91/960

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.674:620.192.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СМОЛЫ ПОЛИЭФИРНЫЕ НЕНАСЫЩЕННЫЕ

Методы определения времени желатинизации

Unsaturated polyester resins.
Methods for determination of gel time

ГОСТ 22181—91 (ИСО 2535—74)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает методы определения времени желатинизации ненасыщенных полиэфирных смол при температуре 25 °С.

Настоящие методы распространяются на все смолы, но предпочтительными являются для смол холодного отверждения.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Готовят смесь смолы при температуре 25 °С с установленным количеством стандартного ускорителя и инициатора.

Полученную смесь помещают в пробирку установленных размеров, которую погружают в баню с температурой 25 °С.

Прибор, оказывающий минимальное влияние на вискозиметрические свойства смеси, используется для определения точного времени, при котором вязкость достигает 50 Па · с (500 пуаз) условная вязкость, соответствующая началу состояния желатинизации). Общее время с момента добавления ускорителя и инициатора до момента, при котором вязкость достигает значения 50 Па · с, условно называется «Время желатинизации при 25 °С».

Примечание. Тип, количество ускорителя и инициатора и температура, приведенные в настоящем стандарте, являются стандартными условиями.

В особых случаях могут быть установлены другие условия по согласованию сторон (см. п. 7).

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

3. РЕАКТИВЫ

3.1. Ацетон *по ГОСТ 2603.*

3.2. Стандартный ускоритель — раствор октоата кобальта в толуоле.

В химический стакан отвешивают (5±0,01) г исходного раствора октоата кобальта в инертном растворителе, содержащего 6 % металлического кобальта. Переносят содержимое в колбу с притертой пробкой вместимостью 50 мл и разбавляют до 50 мл толуолом.

1 мл этого раствора соответствует 0,100 г исходного раствора октоата кобальта.

Допускается применять в качестве ускорителя нафтенат кобальта НК-3 в количестве, соответствующем содержанию 6 % металлического кобальта.

Ускорители: раствор октоата кобальта в толуоле или нафтенат кобальта НК-3 указываются в нормативно-технической документации на ненасыщенные полиэфирные смолы.

3.3. Стандартный инициатор — 50 %-ный (по массе) раствор перекиси метилэтилкетона в диметилфталате, содержащий 9 % активного кислорода.

Раствор хранят на холоде и используют в течение одного месяца с момента приготовления или получения.

Примечания:

1. Торговая перекись метилэтилкетона представляет собой смесь изомеров в разных пропорциях и два торговых продукта с одинаковым процентным содержанием кислорода могут дать различные результаты испытания (см. п. 8).

2. Нельзя смешивать перекись метилэтилкетона и раствор октоата кобальта, так как образуется взрывчатая смесь. Каждый компонент смешивают в отдельности с полиэфирной смолой.

4. АППАРАТУРА

4.1. Стеклянная пробирка для испытуемой смеси минимальной длиной 120 мм, внутренним диаметром 18 мм, с хорошо подогнанной пробкой.

Допускаются пробирки стеклянные с внутренним диаметром (18±0,15) мм, толщиной стенки (1,5±0,05) мм и длиной 180 мм.

4.2. Устройство для измерения вязкости

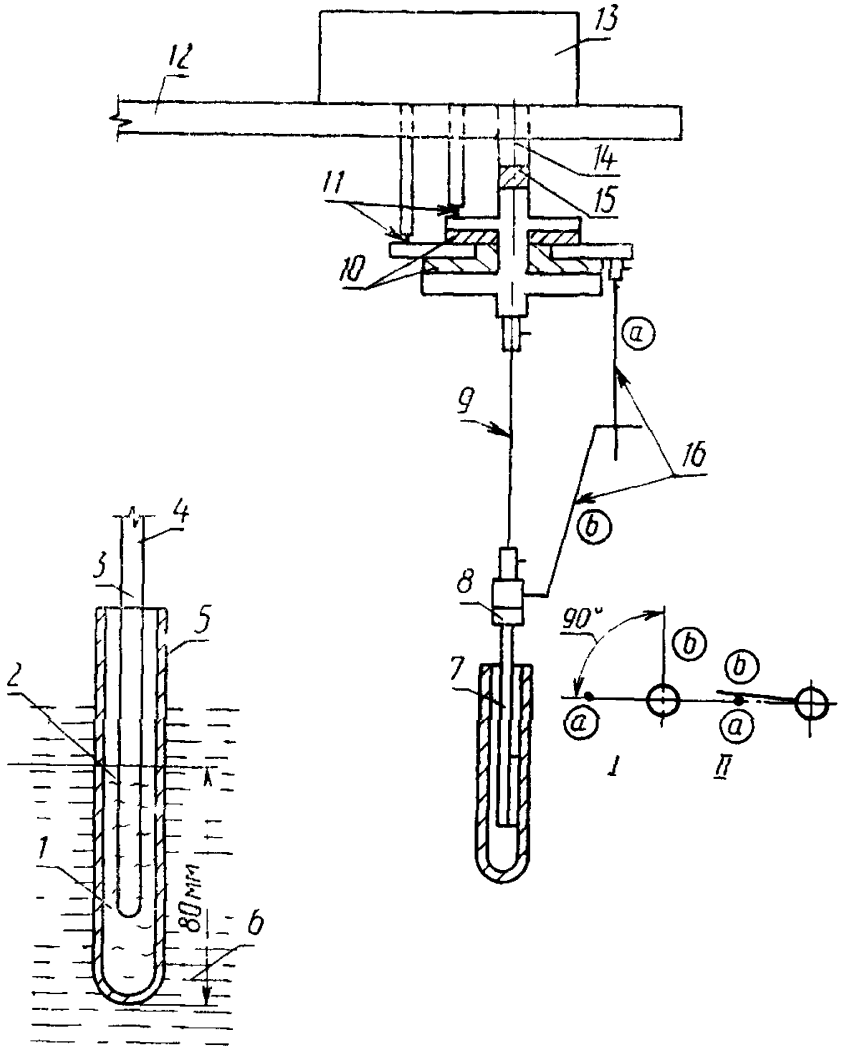
Устройство для измерения вязкости не должно оказывать влияния на реологические свойства смеси.

Примечание. Описание такого устройства (см. чертеж) приводится в качестве примера.

Стеклянную палочку достаточной длины, диаметром 6 мм погружают в смесь на глубину 50 мм, поворачивают вокруг собственной оси с небольшой скоростью (1—2 мин$^{-1}$) при помощи проволоки, приводимой в действие электродвигателем с редуктором.

Измеряют время, в течение которого проволока закручивается на угол, соответствующий вязкости 50 Па·с (500 пуаз). Автоматическое устройство может останавливать двигатель, хронометр и отмечать окончание испытания.

Устройство для определения времени желатинизации с применением вращающейся стеклянной палочки



1 — отметка на уровне 30 мм, *2* — отметка на уровне 75 мм; *3* — отметка на стеклянной палочке; *4, 7* — стеклянная палочка диаметром 6 мм; *5* — пробирка; *6* — термостат; *8* — держатель для стеклянной палочки, *9* — стальная проволока; *10* — изолирующие прокладки, *11* — контакты, *12* — опора, регулируемая по высоте, *13* — двигатель с редуктором, *14* — выходной вал с частотой вращения 1—2 мин$^{-1}$; *15* — изолирующий стык, *16* — устройство для остановки мотора (платиновые проволочки *а, б*). *I* — положение в начале испытания, *II* — положение в конце испытания)

4.3. Баня, термостатически контролируемая при температуре (25±0,5) °С и защищенная от света.

4.4. Химический стакан вместимостью 100 см^3.

Допускается стакан типа В-1—100 по ГОСТ 25336.

4.5. Две градуированные пипетки вместимостью 1 см³ с ценой деления 0,01 см³ *по ГОСТ 20292,* имеющие четкую маркировку с целью различия одной от другой.

4.6. Весы с точностью взвешивания не более 0,1 г.

4.7. Шпатель из нержавеющей стали.

4.8. Хронометр с ценой деления в секундах.

Допускается секундомер по ГОСТ НТД с погрешностью измерения не более 1 с.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1. Промывают пробирку ацетоном, сушат, закрывают пробкой и погружают на глубину 80 мм в баню с контролируемой температурой 25 °С.

Отвешивают (50±0,1) г смолы в химический стакан, помещают его в баню при 25 °С и выдерживают до тех пор, пока содержимое стакана не достигнет необходимой температуры.

Одной из пипеток добавляют в смолу 0,50 см³ раствора октоата кобальта и перемешивают шпателем.

Другой пипеткой к смеси добавляют 0,70 см³ перекиси метилэтилкетона, пускают хронометр и перемешивают шпателем в течение 30 с.

Вынимают пробирку из бани, открывают пробку и наполняют ее смесью до 80 мм высоты пробирки, при этом измерительный прибор должен быть в рабочем положении. Следует избегать смачивания стенок пробирки выше этого уровня.

Вновь помещают пробирку в термостатируемую баню таким образом, чтобы уровень смеси в пробирке был ниже уровня бани.

Устанавливают устройство для измерения вязкости в нужное положение.

Останавливают хронометр, когда вязкость достигнет значения 50 Па·с (500 пуаз). Записывают время по хронометру с точностью до 0,1 мин.

Вынимают устройство для измерения вязкости из пробирки, тщательно очищают его ацетоном и высушивают.

Примечание. При использовании устройства, приведенного на чертеже, после очистки пробирки делают отметки на ее внешней стороне на расстоянии 30 и 75 мм от дна жирным цветным карандашом, закрывают ее пробкой и помещают в баню

Очищают ацетоном и высушивают стеклянную палочку. Помещают стеклянную палочку в пробирку таким образом, чтобы ее конец находился на отметке 30 мм от дна пробирки, жирным цветным карандашом делают отметку на палочке на уровне верхнего края пробирки.

Смесь, приготовленную в химическом стакане, наливают в пробирку до отметки 75 мм.

Пробирку помещают в баню в вертикальном положении и в смесь помещают стеклянную палочку таким образом, чтобы отметка на палочке совпадала с верхним краем пробирки. Выверяют положение пробирки так, чтобы палочка точно совпадала с осью пробирки, и включают двигатель. Если значение вязкости смеси превышает заранее установленную величину, отключают двигатель и хронометр и продолжают испытание так, как описано. Следующее испытание выполняют в аналогичных условиях. В этом случае можно использовать ту же пробирку, если она тщательно промыта ацетоном и высушена, но предпочтительнее взять другую пробирку.

Повторяют испытания до тех пор, пока расхождение результатов двух последовательных испытаний не будет меньше или равно 10 %.

5.2. Визуальный метод

Пробирку промывают ацетоном, высушивают, закрывают пробкой (нерезиновой) и термостатируют при (25±0,5) °С, опуская ее в термостат на глубину 80 мм.

50 г смолы, взвешенной с погрешностью не более 0,1 г, помещают в стеклянный стакан, который термостатируют при (25±5) °С не менее 10 мин, пока стакан со смолой не примет эту температуру.

Далее к содержимому стакана при перемешивании добавляют сначала ускоритель и затем инициатор, взвешенные с погрешностью не более 0,001 г или отобранные пипеткой. После этого немедленно включают секундомер и в течение 30 с перемешивают содержимое стакана.

При использовании рекомендуемой инициирующей системы к 50 г исследуемой смолы добавляют при перемешивании пипеткой сначала 1,5 мл раствора нафтената кобальта НК-3, а затем 0,7 мл 50 %-ного раствора перекиси метилэтилкетона в диметилфталате.

Вынимают пробирку из термостата, открывают пробку и наполняют ее смесью из стакана до 75 мм высоты. Далее пробирку снова помещают в термостат при 25 °С.

Через каждые 2 мин пробирку вынимают из термостата, быстро опрокидывают и визуально оценивают состояние смолы. Секундомер останавливают, если при опрокидывании пробирки не наблюдается движения пузырьков воздуха вверх.

В случае, если время желатинизации смолы составляет более 1 ч, визуальное наблюдение начинают по истечении 1 ч.

6. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

Вычисляют среднее арифметическое двух полученных результатов и округляют до 0,1 мин.

За результат измерения принимают среднюю величину времени желатинизации при 25 °С с точностью до 0,1 мин.

Допускается за результат испытания принимать среднее арифметическое результатов двух измерений, отличающихся друг от друга не более чем на 10 % или не более чем на 2 мин, если время желатинизации смолы менее 20 мин. Результат округлить до 0,1 мин.

7. ЗАМЕЧАНИЯ ПО МЕТОДИКЕ ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЯ

Температура испытания 25 °С, концентрация октоата кобальта 0,1 % (6 % Со) и концентрация раствора перекиси метилэтилкетона 1,4 % (9 % активного кислорода), приведенные в настоящем стандарте, являются стандартными условиями, наиболее часто используемыми на практике.

Тем не менее для некоторых видов смол особого назначения допускается:

выполнять испытание при 20 или 30 °С;

использовать вышеприведенные реактивы с более низкой или высокой концентрацией;

использовать другие типы ускорителей и инициаторов.

Эти условия обычно согласовываются заинтересованными сторонами.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

а) идентификацию пробы;

б) время желатинизации (при 25 °С);

в) данные о торговом качестве используемого раствора перекиси метилэтилкетона (см. примечание 1 п. 3.3);

г) отклонения от стандартных условий, особенно использование ускорителя и (или) инициатора, отличных по типу и (или) соотношению, а также указание температуры, отличной от 25 °С.

Допускается результат испытаний оформить протоколом, который должен содержать:

а) наименование и марку смолы;

б) наименование и количество ускорителя и инициатора;

в) обозначение нормативно-технической документации;

г) условия проведения испытания;

д) количество и результаты испытаний, среднее арифметическое значение времени желатинизации;

е) дату испытания;

ж) обозначение настоящего стандарта.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Подготовлен и внесен ТК 230 «Пластмассы. Полимерные материалы. Методы их испытаний»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.09.91 № 1501. Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2535 «Смолы полиэфирные ненасыщенные. Метод определения времени желатинизации при 25 °С» с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

3. ВЗАМЕН ГОСТ 22181—76

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2603—79	3.1
ГОСТ 20292—74	4.5
ГОСТ 25336—82	4.4

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *А. И. Зюбан*

gost.e-ecolog.ru

Подп. в печ. 28.12.91. Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,45. Тираж 510

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1956