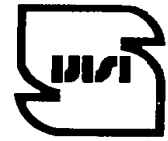




جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۶۴۹

تجدید نظر اول

اردیبهشت ۱۳۹۲

INSO

10649

1st.Revision

Apr.2013

پلاستیک‌ها - رزین‌های اپوکسی - روش‌های  
آزمون

Plastics - Epoxy resins - Test method

ICS: 83.080.10

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"پلاستیک‌ها-رزین‌های اپوکسی-روش‌های آزمون"

سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه پیام نور شیراز

رئیس:

صداقت، ابراهیم  
(دکتری شیمی آلی)

دبیر:

مصلائی، مهرداد  
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مدیر کنترل کیفیت شرکت آبفشان  
ساحل

افزا، عباس  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت سما پلاست  
پرشین

دیداری، کورش  
(لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت فرپاکس  
شیراز

سبوحی، مریم  
(لیسانس مهندسی پلیمر)

رئیس اداره امور آزمایشگاه استاندارد  
فارس

عبادت، شهرزاد  
(لیسانس شیمی)

کارشناس مسئول اداره کل استاندارد  
فارس

عطروش، حسینعلی  
(لیسانس مهندسی برق)

کارشناس مسئول اداره کل استاندارد  
فارس

فرشادی، فرنگیس  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت اورامان  
غرب

نوری جمیل آبادی، مهیار  
(لیسانس مهندسی پلیمر)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ شرح آزمون
۳	۱-۳ خواص فیزیکی
۶	۲-۳ خواص شیمیایی
۱۱	پیوست الف (اطلاعاتی) فهرست روش‌های آزمون برای هر خاصیت
۱۲	کتاب نامه

## پیش گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها-رزین‌های اپوکسی-روش‌های آزمون" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یک هزار و چهل و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۱/۱۲/۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود ، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۴۹ سال ۱۳۸۶ است.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 18280:2010, Plastics -- Epoxy resins -- Test methods

## پلاستیک‌ها- رزین‌های اپوکسی- روش‌های آزمون

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد مروری بر روش‌های آزمون عملی به کار رفته برای تعیین خواص رزین‌های اپوکسی می‌باشد. ویژگی‌های تعیین شده در هر مورد بستگی به توافق بین تولید کننده و مشتری دارد. رزین‌های اپوکسی از خانواده رزین‌های سنتزی شامل محصولات در رده مایع گرانو تا جامد با دمای ذوب بالا می‌باشند. مولکول رزین دارای یک یا چند محل واکنش پذیر گروه اپوکسی یا اکسیران، معمولاً به شکل گروه گلیسیدیل می‌باشد. مهمترین رزین تجاری این گروه گلیسیدیل اتر بیس فنل A، که به روش واکنش تراکمی اپی کلروهیدرین و دی‌فنیل پروپان (بیس فنل A) تولید می‌شود. همچنین رزین‌های اپوکسی با ویژگی‌های مختلف به صورت تجاری به وسیله واکنش اپی کلروهیدرین با مواد دیگر تولید می‌شوند. در زمان استفاده این رزین‌ها باید با عامل پخت و سخت کننده، پیوند عرضی تشکیل دهند. برای هر کاربرد معین انتخاب عامل پخت در طراحی سیستم رزین اپوکسی مهم می‌باشد. گروه‌های واکنشگر اصلی در رزین‌های گروه اپوکسی و هیدروکسیل با بسیاری از گروه‌ها واکنش می‌دهند، بنابراین می‌توان از انواع مختلفی از مواد شیمیایی به عنوان عامل پخت کننده استفاده کرد. این عوامل شامل انیدرید اسیدها، آمین‌های آلیفاتیک و آروماتیک و پلی‌آمینوآمیدها می‌باشند. بعضی از عامل‌های پخت با رزین در دمای محیط پیوند عرضی تشکیل می‌دهند، در صورتی که بعضی از آنها نیاز به حرارت دادن دارند.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۲۱۱، تعیین گرانونی ظاهری رزین‌های مایع به روش بروکفیلد
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۹۰۷، رنگ‌ها، جلاها و پلاستیک‌ها- تعیین مقدار ماده غیر فرار
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۰۸۷، پلیمرها و رزین در حالت امولسیون یا دیسپرسیون- اندازه‌گیری گرانونی با استفاده از ویسکومتر با نیروی برشی معین
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۶۲۳۶، مایعات شفاف-رنگ‌سنجی به وسیله مقیاس رنگ گاردنر- قسمت اول-روش چشمی

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۰۹۵، پلاستیک‌ها - رزین های پلی استر غیر اشباع و اپوکسی تعیین جمع شدگی حجم کل

۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۰۹۶: سال ۱۳۸۲، پلاستیک‌ها - رزین های پلی استر غیر اشباعو اپوکسی تعیین میزان کلر کل

۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۲۳۶، پلاستیک‌ها-رزین های اپوکسی-تعیین محتوای کلر-قسمت اول -کلر معدنی

۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۰۲۳۶، پلاستیک‌ها-رزین های اپوکسی-تعیین محتوای کلر-قسمت دوم-کلر قابل صابونی شدن

۹-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۰۲۳۶، پلاستیک‌ها-رزین های اپوکسی-تعیین محتوای کلر-قسمت سوم-کلر کل

۱۰-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۲۳۷: سال ۱۳۸۶، پلاستیک‌ها-تعیین خاکستر-قسمت اول -روش های عمومی

۱۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۴۷، پلاستیک‌ها-رزین های اپوکسی-تعیین هدایت الکتریکی جز آبی استخراج شده رزین

۱۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۳۹۴، پلاستیک‌ها-سخت کننده ها و شتاب دهنده ها برای رزین های اپوکسید-اندازه گیری اسید آزاد در اسید انیدرید

۱۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۶۶۹: سال ۱۳۹۱، پلاستیک‌ها-اندازه گیری رفتار ذوب (دمای ذوب یا محدوده دمایی ذوب) پلیمرهای نیمه بلورین با استفاده از روش های لوله مویین و میکروسکوپ قطبشی

2-14 ISO 1523, Determination of flash point - Closed cup equilibrium method

2-15 ISO 1675, Plastics - Liquid resins - Determination of density by the pycnometer method

2-16 ISO 2592, Determination of flash and fire points - Cleveland open cup method

2-17 SO 3001, Plastics - Epoxy compounds - Determination of epoxy equivalent

2-18 SO 3675, Crude petroleum and liquid petroleum products - Laboratory determination of density -Hydrometer method

2-19 ISO 4625-1, Binders for paints and varnishes - Determination of softening point - Part 1: Ring-and-ball method

2-20 ISO 4895, Plastics - Liquid epoxy resins - Determination of tendency to crystallize

2-21 ISO 5661, Petroleum products - Hydrocarbon liquids - Determination of refractive index

2-22 ISO 7327, Plastics - Hardeners and accelerators for epoxide resins — Determination of free acid in acid anhydride

2-23 ISO 9702, Plastics - Amine epoxide hardeners - Determination of primary, secondary and tertiary amine group nitrogen content

2-24 ISO 11357-3, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization

2-25 ISO 12058-1, Plastics - Determination of viscosity using a falling-ball viscometer - Part 1: Inclined-tube method

2-26 ISO 21048, Plastics - Epoxy resins - Determination of 1,2-glycol content

۳ شرح روش آزمون

۱-۳ خواص فیزیکی

۱-۱-۳ تعیین گستره ذوب

۱-۱-۱-۳ تعیین گستره ذوب با استفاده از روش های لوله موئین

آزمون باید مطابق استاندارد ایران شماره ۱۴۶۶۹، روش الف انجام شود.

اصول کار استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۶۶۹، روش الف:

آزمونه در لوله موئین با سرعت کنترل شده، حرارت داده می شود و با چشم مورد پایش قرار می گیرد.

**یادآوری** - رزین های اپوکسی، مواد شیمیایی مفرد نیستند بلکه ترکیبات پلی مولکولی می باشند. این موضوع از رفتار مذاب آنها آشکار می شود. فرآیند ذوب محدود به یک دما نمی باشد بلکه در یک گستره دمایی صورت می گیرد. محدوده گستره ذوب شدن شامل دو نقطه "هم جوشی"<sup>۱</sup> (همچنین بعنوان "نقطه چسبندگی"<sup>۲</sup> شناخته می شود) و "مرحله مذاب"<sup>۳</sup> می باشد. در مورد تعاریف دقیق این "نقاط" به منظور تفسیر، توسط کاربران گوناگون رقابت وجود دارد. تکرار پذیری روش خوب است اما تجدید پذیری ممکن است ضعیف باشد از این رو توافق روی تعریف این "نقاط" مورد نیاز می باشد.

گستره ذوب، فاصله دمایی بین نقطه همجوشی و مرحله ذوب می باشد.

نقطه هم جوشی (نقطه چسبندگی)، دمایی است که اولین تغییر خاصیت فیزیکی در رزین پودر شده مشاهده می شود. مرحله مذاب، دمایی است که در آن توده رزین کاملاً سیال می شود یا (در مقابل ذوب بلوری جزئی ماده) دمایی که توده همجوش شده رزین مات می شود و یا هنگامی که رزین شروع به انقباض کرده و از دیواره لوله موئین جدا می شود.

1 -Sinter point  
2 -Stick point  
3 -Melting point



مقدار رطوبت پودر رزین روی گسترده ذوب اثر می گذارد. زمانی که گستره ذوب به محض دریافت محصولات تعیین می شود، فرصتی برای خشک شدن رزین قبل از آزمون وجود ندارد، هر چند برای آزمون های مقایسه ای، ممکن است مشتری محاسبه مقدار رطوبت را نیز بخواهد. در چنین مواردی می توان پودر رزین را تا یک جرم ثابت یا دست کم به مدت ۴۸ ساعت با استفاده از دی فسفر پنتواکسید یا واکنشگرهای آبیگر خشک کرد.

### آماده سازی نمونه ها:

از رزین به شکل پودر استفاده کنید. زمان استفاده از رزین توده ای یا ورقه ای شکل، آن را در هاون خرد کنید و گرد رزین را با الک  $250 \mu\text{m}$ ، الک کنید. نمونه را از مواد عبور کرده که از الک  $250 \mu\text{m}$  بردارید.

### ۳-۱-۱-۲ تعیین گستره مذاب با استفاده از گرمایش روبشی تفاضلی (DSC)<sup>۱</sup>

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 11357-3 انجام شود.

### ۳-۱-۲ تعیین نقطه نرمی

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 4625-1 (روش توپ و حلقه) انجام شود.

### اصول کار استاندارد ISO 4625-1:

نقطه نرمی به صورت دمایی تعریف می شود که در آن یک قرص از نمونه که توسط یک حلقه به صورت افقی نگهداشته شده تحت نیروی یک توپ فولادی فاصله  $25/4 \text{ mm}$  را به سمت پائین طی می کند به طوری که نمونه توسط حمام آب مقطر یا گلیسیرینی با سرعت  $5 \text{ C/min}$  حرارت داده می شود.

### ۳-۱-۳ تعیین چگالی

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 1675 (روش پیکنومتر) یا مطابق استاندارد ISO 3675 (روش هیدرومتر) انجام شود. به جز در مواردی که بیان شده، اندازه گیری باید در دمای  $23 \text{ C}$  انجام گیرد. نتایج بر حسب گرم بر سانتی متر مکعب تا سه رقم اعشار بیان می شوند. روش پیکنومتر را می توان برای همه رزین های مایع به کار برد؛ روش هیدرومتر برای رزین های با گرانی کمتر از  $1 \text{ pa.s}$  مناسب می باشد.

### ۳-۱-۴ تعیین ضریب شکست

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 5661 انجام شود.

### ۳-۱-۵ تعیین گرانروی

سه روش برای تعیین گرانروی پیشنهاد شده است:

- روش مرجع: تعیین گرانروی با استفاده از گرانروی سنج با درجه گرادیان مشخص، به عنوان مثال یک گرانروی سنج مخروط/ صفحه (مطابق استاندارد ملی شماره ۶۰۸۷)
- دو روش برای تصدیق:
- تعیین با گرانروی سنج دوار<sup>۱</sup> (مطابق استاندارد ملی شماره ۴۲۱۱)؛
- تعیین با گرانروی سنج گوی سقوط کننده<sup>۲</sup> (مطابق استاندارد ISO 12058-1).

یادآوری- از آنجایی که در تعدادی از موارد، رزین‌های اپوکسی مایع یا محلول‌های رزین اپوکسی، سیالات غیر نیوتنی هستند مقدار اندازه‌گیری شده ممکن است وابسته به روش آزمون باشد. هنگام انجام آزمون‌های مقایسه‌ای، باید اطمینان حاصل شود که همواره روش یکسان به کار رود.

### ۳-۱-۶ تعیین تمایل به تبلور<sup>۳</sup>

آزمون باید طبق استاندارد ISO 4895 انجام گیرد.

#### اصول استاندارد ISO 4895:

پودر کلسیم کربنات با اپوکسی رزین مایع حل شده در اتانول مخلوط می‌شود. مخلوط در یک دمای پایین معین، نگهداری می‌شود تا در فواصل زمانی معین مقایسه تغییرات سیالیت و تبلور مشاهده شود.

### ۳-۱-۷ تعیین انقباض حجم کلی

آزمون باید مطابق استاندارد ملی شماره ۷۰۹۵ انجام شود.

#### اصول استاندارد ملی شماره ۷۰۹۵:

انقباض کلی از چگالی نسبی آزمون قبل و بعد از عمل پخت محاسبه می‌شود.

ابتدا، چگالی نسبی ترکیب رزین تعیین می‌شود:

الف) در دمای اولیه اختلاط اجزاء، به استثنای آغازگرهایی که معمولاً به پلی استرهای اشباع نشده افزوده می‌شوند.

ب) در دمای  $C \square 23$ ، پس از پخت و شرایط دهی آزمون. انقباض حجم کلی، قبل و پس از پخت به عنوان درصد تغییر چگالی نسبی محاسبه می‌شود.

1 -Rotary viscometer  
2 - Falling – Ball viscometer  
3 -Tendency to crystallize

سپس چگالی نسبی آزمون در لحظه اختلاط، برای اجزا ترکیب شده در فواصل معلوم تعیین شده و نتایج تا زمان صفر برون یابی می‌شوند. برای اجزایی که در دمای بالا واکنش می‌دهند، چگالی نسبی مخلوط به وسیله محاسبه چگالی‌های نسبی منفرد اجزا تعیین می‌شود. چگالی نسبی آزمون در دمای  $23 \pm C$  پس از پخت و شرایط دهی، به وسیله توزین در روغن سیلیکون تعیین می‌شود.

### ۳-۱-۸ تعیین نقطه اشتعال

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 1523 یا استاندارد ISO 2592 انجام شود.

#### اصول استاندارد ISO 1523:

آزمایه<sup>۱</sup> در ظرف بسته طراحی شده مناسب به وسیله غوطه وری تا سطح لازم در یک حمام مناسب حرارت داده می‌شود. دمای حمام به آهستگی و با سرعتی افزایش می‌یابد که اختلاف دمای بین مایع درون حمام و آزمایه در ظرف هیچگاه بیش از  $2 \pm C$  نشود و روش گرمایی باید به صورتی باشد که دمای آزمایه سریعتر از حدود  $1/5 \pm C$  در  $1/5 \text{ min}$  افزایش نیابد. طی زمان حرارت‌دهی، آزمون‌های اشتعال در فواصل زمانی بیش از  $1/5 \text{ min}$  انجام گیرد. پایین‌ترین دما که در آن اشتعال صورت گرفته، یادداشت می‌شود و از این دما و دماهای تعیین شده تکراری، نقطه اشتعال آزمایه پس از تصحیح فشار محیط استاندارد  $101.3 \text{ kPa}$  ( $1013 \text{ mbar}$ )، محاسبه می‌شود.

#### اصول استاندارد بند ISO 2592:

نقاط اشتعال و احتراق<sup>۲</sup> به وسیله روش بازکیلوند<sup>۳</sup> اندازه‌گیری می‌شود. ظرف آزمون تا سطح مشخص از آزمایه پر می‌شود. دمای آزمایه در ابتدا به سرعت، و سپس تا رسیدن به نقطه اشتعال با یک سرعت آهسته ثابت افزایش می‌یابد. در فواصل زمانی مشخص، یک شعله کوچک آزمون از مقابل ظرف عبور می‌کند. پایین‌ترین دمایی که شعله آزمون سبب اشتعال بخار روی سطح مایع می‌شود به عنوان نقطه اشتعال در دمای فشار محیط در نظر گرفته می‌شود.

### ۳-۱-۹ رنگ سنجی

آزمون باید مطابق استاندارد ملی شماره ۱-۶۲۳۶ یا استاندارد ISO 6271-1 انجام شود.

#### اصول استاندارد ملی شماره ۱-۶۲۳۶ یا استاندارد ISO 6271-1

رنگ نمونه تحت آزمون، در یک لوله شیشه‌ای با قطر استاندارد و به صورت چشمی با رنگ‌های شماره‌گذاری شده اختیاری توسط استانداردها مقایسه می‌شود. استانداری که نزدیک‌ترین هماهنگی رنگ نمونه آزمون را دارد

- 
- 1-Test portion
  - 2-Flash and fire points
  - 3-Cleveland open cup method

مشخص می‌شود و نتیجه به عنوان یک عدد مقیاس رنگ گاردنر (طبق استاندارد ملی شماره ۱-۶۲۳۶) یا مقیاس رنگ Pt/Co (طبق استاندارد بند استاندارد 1-6271-ISO) بیان می‌شود.

### ۲-۳ خواص شیمیایی

#### ۱-۲-۳ تعیین هم ارزی اپوکسی

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 3001 انجام گیرد.

#### اصول استاندارد ISO 3001:

گروه‌های اپوکسی در یک ترکیب اپوکسی با هیدروژن برمید نوزاد تولید شده توسط واکنش محلول  $0.1 \text{ mol/l}$  پرکلریک اسید محلول در روی تترا اتیل آمونیم برماید واکنش می‌دهند. نقطه پایانی با استفاده از کریستال یولت<sup>۱</sup> به عنوان شناساگر یا به وسیله روش پتانسیومتر تعیین می‌شود.

#### ۲-۲-۳ تعیین مقدار کلر

##### ۱-۲-۲-۳ کلیات

در تولید رزین‌های اپوکسی بر پایه اپی کلروهیدرین ممکن است ناخالصی‌های شامل کلر تشکیل شود. این ناخالصی‌ها، کلر معدنی (یا کلر یونی)، ۱-۲-کلروهیدرین، ۱-۳-کلروهیدرین، ۱-۱-کلرو-۲-گلیسیدیل اتر می‌باشد. فعالیت‌های شیمیایی آنها دارای تفاوت عمده‌ای است، بنابراین، روش‌های مختلف تجزیه‌ای برای آزمون آنها مورد نیاز است.

#### ۲-۲-۲-۳ کلر معدنی

آزمون باید مطابق استاندارد ملی شماره ۱-۱۰۲۳۶ انجام شود.

#### اصول استاندارد ملی شماره ۱-۱۰۲۳۶:

یک آزمایش در حلال مناسب حل می‌شود. مقدار یون کلر به وسیله تیتراسیون پتانسیومتری با محلول استاندارد نیترات نقره تعیین می‌شود.

#### ۳-۲-۲-۳ کلر آسان صابونی شده<sup>۲</sup>

به طور عمده شامل کلری است که به صورت ۱-۲-کلروهیدرین بیان می‌شود. آزمون باید مطابق استاندارد ملی شماره ۲-۱۰۲۳۶ انجام شود.

1-Crystal violet

2-Easily saponifiable chlorine

## اصول استاندارد ملی شماره ۱-۱۰۲۳۶

رزین‌های اپوکسی، به استثنای گلیسیدیل استرها، در دمای اتاق در بوتوکسی اتانول با محلول سدیم هیدروکسید واکنش می‌دهند.

گلیسیدیل استرها با سدیم هیدروکسید در متانول در دمای  $50 \pm C$  واکنش می‌دهند. مخلوط اسیدی شده و غلظت یون کلر حاصل از صابونی شدن به وسیله تیتراسیون پتانسیومتری با محلول استاندارد نیترا نقره تعیین می‌شود. برای تصحیح مقدار کلر معدنی، نمونه مطابق روش استاندارد ملی شماره ۱-۱۰۲۳۶ آزمون می‌شود.

### ۳-۲-۲-۴ مقدار کل کلر

دو روش استاندارد برای تعیین مقدار کل کلر وجود دارد: استاندارد ملی شماره ۳-۱۰۲۳۶ و استاندارد ملی شماره ۷۰۹۶ سال ۱۳۸۲.

## اصول استاندارد شماره ۳-۱۰۲۳۶:

آزمایه در دی‌اتیلن گلیکول منوبوتیل اتر حل شده و با محلول الکلی پتاسیم هیدروکسید به وسیله حرارت تحت تقطیر بازگشتی<sup>۱</sup> صابونی می‌شود. سپس مقدار کل کلر بوسیله تیتراسیون پتانسیومتری محلول با محلول استاندارد نیترا نقره اندازه‌گیری می‌شود.

## اصول استاندارد ملی شماره ۷۰۹۶ سال ۱۳۸۲:

آزمایه با سدیم پراکسید (روش الف) یا اکسیژن گازی (روش ب) اکسید می‌شود، و کلر حاصل توسط پتانسیومتری یا تیتراسیون حجمی اندازه‌گیری می‌شود.

### ۳-۲-۳ تعیین مقدار ۲-اوا-گلیکول

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 21048 انجام شود.

## اصول استاندارد ISO 21048:

۲-اوا-گلیکول با مقدار اضافی ارتوپریدیک اسید به آلدئید اکسید می‌شود، سپس پتاسیم یدید در حضور سولفوریک اسید به مخلوط واکنش اضافه می‌شود. ید آزاد شده به وسیله محلول استاندارد سدیم تیوسولفات تیتراسیون می‌شود. از مقدار سدیم تیوسولفات مصرفی مقدار ۲-اوا-گلیکول محاسبه می‌شود.

### ۳-۲-۴ تعیین هدایت الکتریکی جز آبی استخراج شده رزین

آزمون باید مطابق استاندارد شماره ۱۰۶۴۷ انجام شود.

اصول استاندارد ملی شماره ۱۰۶۴۷:

آزمایه در آب در دمای  $95 \pm 0.5$  C به مدت  $20 \pm 0.5$  h استخراج می‌شود. هدایت الکتریکی آب استخراج شده اندازه‌گیری می‌شود. با این اندازه‌گیری مقدار کلی ناخالصی‌های یونی مانند کلراید، یون‌های سدیم و باقی مانده کاتالیستی در نمونه می‌تواند ارزیابی شود.

### ۳-۲-۵ تعیین خاکستر

آزمون باید مطابق روش الف استاندارد ملی ۱۰۲۳۷-۱ انجام شود.

اصول استاندارد ملی ۱۰۲۳۷-۱، روش الف:

خاکستر به وسیله عمل آهکی شدن<sup>۱</sup> مستقیم، یعنی با سوزاندن ماده آلی و حرارت دادن باقیمانده در دمای بالا تا رسیدن به جرم ثابت، تعیین می‌شود.

### ۳-۲-۶ تعیین مقدار نیتروژن گروه‌های آمین نوع اول، دوم و سوم در سخت کننده های اپوکسی آمین

آزمون باید مطابق استاندارد ISO 9702 انجام شود.

اصول استاندارد ISO 9702:

الف) آمین‌های آلیفاتیک:

مقدار کل نیتروژن گروه آمین: قلیائیت کل به وسیله تیتراسیون پتانسیومتری با هیدروبرمیک اسید یا پرکلریک اسید در اسید استیک یخی تعیین می‌شود.

مقدار نیتروژن گروه آمین نوع سوم: گروه‌های نوع اول و دوم با استیک اسید انیدرید به گروه‌های آمید تبدیل می‌شوند. قلیائیت گروه آمین نوع سوم توسط تیتراسیون پتانسیومتری با هیدروبرمیک یا پرکلریک اسید در انیدرید استیک/استیک اسید یخی تعیین می‌شود.

مقدار نیتروژن گروه آمین نوع اول: گروه‌های آمین نوع اول، با یک مقدار اندازه‌گیری شده اضافی از  $2$  و  $4$ - پنتان دی اون (استیل استون) در  $N$  و  $N$ -دی‌متیل‌فرم‌آمید واکنش داده و به ایمین‌ها تبدیل می‌شوند. مقدار اضافی استیل استون بوسیله تیتراسیون پتانسیومتری با پتاسیم هیدروکسید (محصولات واکنش استیل استون و گروه های آمین نوع اول تحت این شرایط محیطی، خنثی می‌باشند) تعیین می‌شود.

مقدار نیتروژن گروه آمین نوع دوم: مقدار نیتروژن آمین‌های نوع دوم با محاسبه اختلاف بین مقدار نیتروژن کل گروه‌ها و مجموع مقادیر نیتروژن گروه‌های اول و سوم تعیین می‌شود.

#### (ب) آمین‌های آروماتیک :

مقدار نیتروژن کل گروه‌های آمین: به آمین‌های آلیفاتیک مراجعه شود.  
مقدار نیتروژن گروه آمین نوع سوم: به آمین‌های آلیفاتیک مراجعه شود.  
مجموع مقادیر نیتروژن گروه آمین نوع دوم و آمین نوع سوم: گروه‌های آمین نوع اول توسط سالیسیل آلدهید در استیک اسید گلاسیال به بازهای شیف<sup>۱</sup> تبدیل می‌شوند. به وسیله آمین‌های بازی قوی، قلیائیت گروه آمین‌های نوع سوم و نوع دوم توسط تیتراسیون پتانسیومتری با هیدروکلریک اسید در استیک اسید یخی تعیین می‌شود.  
مقدار نیتروژن گروه آمین نوع اول: این مقدار با محاسبه اختلاف بین مقدار نیتروژن کل گروه آمین و مجموع مقادیر نیتروژن آمین گروه دوم و سوم تعیین می‌شود.  
مقدار نیتروژن گروه آمین نوع دوم: این مقدار با محاسبه اختلاف بین مجموع مقادیر نیتروژن گروه آمین نوع سوم و نوع دوم و مقدار نیتروژن گروه آمین نوع سوم تعیین می‌شود.

#### ۷-۲-۳ تعیین اسید آزاد در سخت کننده‌های انیدرید اسید و شتاب دهنده‌ها<sup>۲</sup>

آزمون باید مطابق استاندارد ملی ۱۴۳۹۴ انجام شود.

#### اصول استاندارد ملی ۱۴۳۹۴:

مقدار اندک اسید آزاد در آزمایش سخت کننده یا شتاب دهنده انیدرید استیک با رودآمین 6G واکنش داده تا رنگ محلول صورتی شود. جذب محلول رنگی در طول موج حدود ۵۱۰nm با استفاده از طیف سنج اندازه‌گیری می‌شود و مقدار اسید آزاد از منحنی کالیبراسیون تعیین می‌شود.

#### ۸-۲-۳ مقدار ماده غیر فرار

آزمون باید مطابق استاندارد ملی ۵۹۰۷ انجام شود.

#### اصول استاندارد ملی ۵۹۰۷:

تعیین درصد باقیمانده بر حسب جرم حاصل از تبخیر تحت شرایط ویژه آزمون به دست می‌آید.

1 -Schiff bases

2 -Accelator

## پیوست الف

(اطلاعاتی)

### فهرست روش‌های آزمون برای هر خاصیت

جدول الف-۱ روش‌های آزمون برای هر خاصیت

روش	استاندارد مرجع	ویژگی
خواص فیزیکی		
روش لوله موئین گرماسنجی روبشی تفاضلی DSC	استاندارد ملی شماره ۱۴۶۶۹، روش الف ISO 11357-3	دامنه ذوب
روش گلوله و حلقه	ISO 4625-1	نقطه نرمی
روش پیکنومتر روش هیدرومتر	ISO 1675 ISO 3675	چگالی
	ISO 5661	ضریب شکست
گرانروانی سنج مخروط/صفحه گرانروانی سنج دوار گرانروانی سنج گوی سقوط کننده	استاندارد ملی شماره ۶۰۸۷ استاندارد ملی شماره ۴۲۱۱ ISO 12058-1	گرانروانی
روش کربنات کلسیم	ISO 4895	تمایل به متبلور شدن
	استاندارد ملی شماره ۷۰۹۵	انقباض حجم
روش کاپ بسته روش کاپ باز کلیولند	ISO 1523 ISO 2592	نقطه اشتعال
مقیاس رنگ گاردنر مقیاس رنگ پلاتین/کبالت	استاندارد ملی شماره ۶۲۳۶-۱ ISO 6271-1	رنگ
خواص شیمیایی		
	ISO 3001	اپوکسی معادل
تیتراسیون پتانسیومتر با $AgNO_3$ روش صابونی شدن روش صابونی شدن روش احتراق	استاندارد ملی شماره ۱۰۲۳۶-۱ استاندارد ملی شماره ۱۰۲۳۶-۲ استاندارد ملی شماره ۱۰۲۳۶-۳ استاندارد ملی شماره ۷۰۹۶	مقدار کلر کلر معدنی کلر ساده صابونی شونده کلر کلی
	ISO 21048	مقدار ۱-۲-گلیکول
استخراج با آب $95C$	استاندارد ملی شماره ۱۰۶۴۷	هدایت الکتریکی جز آبی استخراج شده رزین
آهکی شدن مستقیم	استاندارد ملی شماره ۱۰۲۳۷-۱، روش الف	خاکستر
	ISO 9702	مقدار نیتروژن گروه‌های آمین نوع اول، دوم و سوم در سخت کننده‌های آمین
	استاندارد ملی شماره ۱۴۳۹۴	اسید آزاد در انیدرید اسید سخت کننده‌ها و شتاب دهنده‌ها
	استاندارد ملی شماره ۵۹۰۷	مقدار ماده غیر فرار



## کتاب نامه

[1] ISO 3673-2, Plastics - Epoxy resins - Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties