

ГОСТ Р 50492-93
(ИСО 4895-87)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ПЛАСТМАССЫ.
ЖИДКИЕ ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕНДЕНЦИИ К КРИСТАЛЛИЗАЦИИ**

Издание официальное

Б3 1-93/53

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ.
ЖИДКИЕ ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ
Определение тенденции к кристаллизации
 Plastics. Liquid epoxide resins. Determination
 of tendency to crystallize

ГОСТ Р
50492—93
(ИСО 4895—87)

ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.95**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения тенденции к кристаллизации жидких эпоксидных смол на основе бисфенола А (дифенилолпропана).

Примечание. Тенденция жидкой эпоксидной смолы к кристаллизации зависит от температуры окружающей среды, чистоты смолы (гомогенности и примесей), содержания влаги и других факторов.

2. ССЫЛКА

ГОСТ 12497 «Пластмассы. Методы определения эпоксидных групп».

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сущность метода состоит в разбавлении образцов эпоксидной смолы и-бутилглицидиловым эфиром (НБГЭ) и затравке кристаллами диглицидилового эфира 2,2-дифенилолпропана (ДГЭ химически чистый); охлаждении до $(10 \pm 1)^\circ\text{C}$ и наблюдении раствора через определенные интервалы времени до наступления кристаллизации.

4. РЕАКТИВЫ

4.1. Диглицидиловый эфир 2,2-дифенилолпропана (ДГЭ), чистый и тонкоизмельченный кристаллический (проходящий через сито с размером ячеек 250 мкм).

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

С. 2 ГОСТ Р 50492-93

Примечания:

1. Чистый ДГЭ можно получить путем осаждения коммерческой технической эпоксидной смолы с высоким содержанием 4,4-изомера ДГЭ. Это можно осуществлять следующим образом.

а) В химический стакан вместимостью 1000 мл вносят 250 г эпоксидной смолы и прибавляют 200-250 мл растворяющейся смеси, которая состоит из одной объемной части бутанона (метилтилкетона) и четырех объемных частей метанола. Смесь перемешивают и оставляют ее до отделения кристаллической фазы.

б) Центрифугируют кристаллическую фазу и удаляют остаточный маточный раствор путем декантации.

в) В химический стакан вместимостью 1000 мл, используя 200-250 мл метанола, промывают кристаллы четыре раза и перемешивают в течение 1 мин. Оставляют смесь до осаждения кристаллов и затем отделяют кристаллы путем декантации.

г) К кристаллам приливают 100 мл метанола, перемешивают в течение 1 мин и фильтруют в вакууме через воронку Бюхнера с фильтровальной бумагой.

д) Сушат кристаллы под вакуумом 1,33 кПа при 23°C в течение 4-6 ч.

е) Проверяют чистоту ДГЭ путем измерения:

показателя преломления (n_D при 65°C): $1,554 \pm 0,004$;

эпоксидного эквивалента, определенного по ГОСТ 12497: 170 ± 2 ;

температуры плавления (44 ± 1)°C.

Если материал не отвечает вышеуказанным требованиям, его следует снова промыть и высушить по условиям, установленным в пп. в), г) и д), а затем снова проверить чистоту полученного вещества по указанному выше методу.

2. Предпочтительно использовать диглицидиловый эфир, полученный как указано в п. 4.1, для того, чтобы инициировать кристаллизацию.

Однако, возможно использование другого метода получения ДГЭ такой же кристаллическости и чистоты.

4.2. Н-бутилглицидиловый эфир (НБГЭ) технический. ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ. НБГЭ токсичен. Следует избегать вдыхания паров и близкого контакта с кожей и глазами. Следует работать под вытяжкой или в помещении с вентиляцией. Предел токсичности — 50 мг/м³.

5. АППАРАТУРА

5.1. Холодильник или холодильная камера, обеспечивающая поддержание температуры (10 ± 1)°C.

5.2. Пробирки диаметром приблизительно 18 мм и длиной 180 мм с подогнанными стеклянными пришлифованными пробками.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Жидкую эпоксидную смолу, подлежащую испытанию, смешивают с н-бутилглицидиловым эфиром (п. 4.2) в следующем соотношении по массе:

90% испытуемой жидкой эпоксидной смолы;

10% н-бутилглицидилового эфира.

Примечание. Жидкую эпоксидную смолу, уже разбавленнуюmono- или полиглицидиловым эфиром низкой вязкости, не следует в дальнейшем разбавлять НБГЭ.

ГОСТ Р 50492-93 С. 3

6.2. Пробирку (п. 5.2) наполовину заполняют вышеуказанный смесью. Закрывают пробирку стеклянной пробкой и помещают ее в термошкаф на 16 ч при температуре 60°C. По истечении этого времени пробирку вынимают и охлаждают до (23±1)°C.

6.3. К смеси добавляют 10 мг кристаллов чистого ДГЭ (п. 4.1) и перемешивают стеклянной палочкой. Закрывают пробирку стеклянной пробкой и помещают ее в холодильник (п. 5.1) при температуре (10±1)°C.

6.4. Ежедневно изучают внешний вид смеси в пробирке. Записывают прошедшее время, по истечении которого наблюдается следующее:

- первое появление слабой опалесценции;
- увеличение опалесценции по сравнению с а);
- молочный отлив, т. е. полную непрозрачность;
- около 50% (по объему) твердой фазы в смеси.

7. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Тенденция жидкой эпоксидной смолы к кристаллизации выражается в числе дней, необходимых для достижения внешнего вида, отвечающего условиям, установленным в п. 6.4 от а) до г).

7.2. Смолу считают с пониженной тенденцией к кристаллизации, если она отвечает одному из следующих условий:

- после 72 ч хранения при (10±1)°C в смеси не обнаружатся хлопья;
- первые небольшие хлопья появляются через 48 ч хранения при (10±1)°C, однако смесь не полностью становится непрозрачной или молочной после 5 дней хранения;
- предельное испытание до 1 недели.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- полную идентификацию испытуемого продукта;
- результаты испытания;
- любые отклонения от установленного метода по согласованию сторон или по другой причине.

С. 4 ГОСТ Р 50492—93

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы, методы их испытания»**
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 09.02.93 № 38**
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 4895—87 «Пластмассы. Жидкие эпоксидные смолы. Определение тенденции к кристаллизации» и полностью ему соответствует
- 3. Введен впервые**
- 4. Ссылочные нормативно-технические документы**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12497—78	2, 4.1

Редактор *В. М. Лысенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. С. Черная*

Сдано в наб. 24.02.93. Подп. в печ. 11.05.93. Усл. п. р. 0,375. Усл. кр-отт. 0,375.
Уч.-изд. л. 0,27. Тир. 413 экз. С 175.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107036, Москва, Коломенский пер., 14.
Тип. «Московский печатник» Москва, Лязин пер., б. Звк. 128