

ГОСТ Р 50492—93
(ИСО 4895—87)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ.
ЖИДКИЕ ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕНДЕНЦИИ К КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Издание официальное

БЗ 1—93/53

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**ПЛАСТМАССЫ.****ЖИДКИЕ ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ****ГОСТ Р****Определение тенденции к кристаллизации****50492—93**Plastics Liquid epoxide resins Determination
of tendency to crystallize**(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 н-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

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 приливают 200—250 мл растворяющейся смеси, которая состоит из одной объемной части бутанона (метилэтилкетона) 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 химическом стакане 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 $(44 \pm 1)^\circ\text{C}$.

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 кристалличности 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 $(10 \pm 1)^\circ\text{C}$.

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 разбавленную моно- или полиглицидиловым эфиром низкой вязкости, не следует в дальнейшем разбавлять НБГЭ.

6.2. Пробирку (п. 5.2) наполовину заполняют вышеуказанной смесью. Закрывают пробирку стеклянной пробкой и помещают ее в термощкаф на 16 ч при температуре 60°C . По истечении этого времени пробирку вынимают и охлаждают до $(23 \pm 1)^{\circ}\text{C}$.

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 $(10 \pm 1)^{\circ}\text{C}$.

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

- а) первое появление слабой опалесценции;
- б) увеличение опалесценции по сравнению с а);
- в) молочный отлив, т. е. полную непрозрачность;
- г) 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, становленным в п. 6.4 от а) до г).

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

- 1) после 72 ч хранения при $(10 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ в смеси не обнаружатся хлопья;
- 2) первые небольшие хлопья появляются через 48 ч хранения при $(10 \pm 1)^{\circ}\text{C}$, однако смесь не полностью становится непрозрачной или молочной после 5 дней хранения;
- 3) предельное испытание до 1 недели.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать информацию:

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

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 Лысенкина*
Технический редактор *О Н Никитина*
Корректор *В С Черная*

Сдано в наб 24.02.93 Подп. в печ 11.05.93 Усл. п. л. 0,375 Усл. кр. отт. 0,375,
Уч. изд. л. 0,27 Тир. 143 экз. С. 175

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 107076 Москва Колодезный пер., 14.
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6 Зак. 128