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

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.686.001.4:006.354 Группа Л29

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 н-бутилглицидиловым эфиром (НБГЭ) и затравке кристаллами диглицидилового эфира 2,2-дифенилолпропана (ДГЭ химически чистый); охлаждении до (10±1)°С 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°С в течение 4—6 ч.

е) Проверяют чистоту ДГЭ путем измерения:

показателя преломления (n_D при 65°С): 1,554±0,004;

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

температуры плавления (44±1)°С.

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±1)°С.

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 термошкаф на 16 ч при температуре 60°С. По истечении этого времени пробирку вынимают и охлаждают до (23±1)°С.

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)°С.

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, 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:

1) после 72 ч хранения при (10±1)°С в смеси не обнаружатся хлопья;

2) первые небольшие хлопья появляются через 48 ч хранения при (10±1)°С, 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. 443 экз. С 175.

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

gost.e-ecolog.ru