

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

Издание официальное

БЗ 1—93/53



ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

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

5.2. Пробирки диаметром приблизительно 18 мм и длиной 180 мм с подогнанными стеклянными шлифованными 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, установленным в п. 6.4 от а) до г).

7.2. Смола считается с пониженной тенденцией к кристаллизации, если она отвечает 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. 443 экз. С 175.

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