ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 10548— 2012

ВОЛОКНО УГЛЕРОДНОЕ

Методы определения содержания аппрета

ISO 10548:2002
Carbon fibre – Determination of size content
(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом ТК 412 «Текстиль», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 сентября 2012 г. № 454-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 10548:2002 «Волокно углеродное. Определение содержания аппрета» (ISO 10548:2002 «Carbon fibre– Determination of size content»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЛОКНО УГЛЕРОДНОЕ

Методы определения содержания аппрета

Carbon fibre. Methods for determination of size content

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нити из углеродных волокон, комплексные, штапельные нити и устанавливает методы определения содержания в них аппрета.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий международный стандарт:

ИСО 1886:1990 Волокна армирующие. Порядок выборки, применяемый к полученным партиям (ISO 1886:1990, Reinforcement fibres – Sampling plan sapplicable to received batches)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **аппрет** (size): Любой препарат для обработки волокон с целью придания им комплекса потребительских свойств общего или специального назначения.

3.2 **содержание аппрета** (size content): Массовая доля аппрета от массы аппретированной нити, выраженная в процентах.

4 Принцип проведения испытаний

Испытуемый образец взвешивают до и после удаления аппрета одним из следующих методов:

- метод А: удаление аппрета экстракцией растворителя с помощью аппарата Сокслета (Soxhlet). Применяют, когда аппрет полностью растворим в соответствующем растворителе;
- метод В: разложение аппрета с применением серной кислоты и перекиси водорода. Применяют, когда частично отвердевший аппрет не полностью растворим в соответствующем растворителе;
- метод С: разложение аппрета пиролизом при высокой температуре в атмосфере азота. Применяют, когда аппрет полностью удаляется пиролизом.

Для методов А и В необходимо, чтобы последнее взвешивание проводилось при постоянной массе, что достигается путем повторения процедур окончательной сушки и взвешивания. При регулярных испытаниях известного материала разрешается экспериментальным путем определить минимальное время сушки, необходимое для получения постоянной массы. Особое внимание требуется в случае, если углеродное волокно или аппрет являются веществами, адсорбирующими воду.

5 Отбор образцов для испытаний

От каждой партии или выборки нитей отбирают по два или более образцов для проведения испытаний. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух или более проведенных испытаний, выраженное в процентах.

При работе с образцами необходимо надевать перчатки или использовать пинцеты во избежание повреждения образцов.

6 Кондиционирование

Перед проведением испытаний температуру образца нити следует довести до заданной. При необходимости перед взвешиванием нить должна быть высушена.

Издание официальное

7 Методы испытаний и представление результатов

7.1 Метод А. Экстракция растворителем

7.1.1 Оборудование и материалы

7.1.1.1 Весы точностью 0,5 мг и ценой деления 0,1 мг.

7.1.1.2 Сушильный шкаф, обеспечивающий заданную температуру с точностью ± 5 °С.

7.1.1.3 Эксикатор, содержащий соответствующий влагопоглотитель, например, силикагель, безводный хлорид кальция или пятиокись фосфора.

7.1.1.4 Аппарат Сокслета вместимостью 200 мл с колбой 500 мл.

7.1.1.5 Гильзы для аппарата Сокслета размерами 41×123 мм.

Примечание — Параметры аппарата Сокслета, колбы и гильз приведены как пример и могут быть изменены в соответствии с индивидуальными требованиями.

ВНИМАНИЕ! Экстракцию и все манипуляции с органическими растворителями следует проводить в вытяжном шкафу.

7.1.1.6 Резиновые перчатки или пинцеты.

7.1.1.7 Режущее лезвие.

7.1.1.8 Нагревающая оболочка, оснащенная регулятором мощности, способным контролировать интенсивность кипения растворителя.

7.1.1.9 Дистиллированная вода или органический растворитель типа бутан-2-один (метилэтилкетон), тетрагидрофуран, дихлорметан (метиленхлорид), ацетон или дихлорэтан.

Примечание — Выбор растворителя зависит от типа аппрета, наносимого на углеродное волокно, подвергающееся испытанию. Лучший способ выбора — консультация заказчика с поставщиком.

7.1.2 Процедура 1

7.1.2.1 Высушивают экстракционную гильзу (7.1.1.5) при температуре 105 °С в печи (7.1.1.2) в течение 1 ч и дают охладиться до комнатной температуры в эксикаторе (7.1.1.3).

7.1.2.2 Взвешивают гильзу с точностью до 0,1 мг (m_1).

7.1.2.3 Помещают испытуемый образец в гильзу и взвешивают с точностью до 0,1 мг (m_2).

7.1.2.4 Помещают гильзу и ее содержимое в сифонную камеру аппарата Сокслета (7.1.1.4) и наливают достаточный объем растворителя в колбу, чтобы обеспечить работу сифона в течение процесса экстракции.

7.1.2.5 Проводят экстрагирование в течение 2 ч, регулируя нагревающую оболочку (7.1.1.8) так, чтобы за 2 ч процесса экстракции прошло не менее четырех циклов дефлегмации (можно использовать более короткий период, если он обеспечивает полную экстракцию).

7.1.2.6 Выключают нагревающую оболочку. Ожидают 10 мин до остывания прибора. Вынимают гильзу с содержимым. Дают постоять при температуре окружающей среды в течение 10 мин, чтобы испарился избыток растворителя.

7.1.2.7 Сушат гильзу и ее содержимое в течение 1 ч в сушильном шкафу (7.1.1.2) при температуре (110 ± 5) °С (при температуре на 10 °С выше точки кипения растворителя, если использованный растворитель имел точку кипения выше 100 °С) и дают охладиться в эксикаторе. Взвешивают с точностью до 0,1 мг.

7.1.2.8 Повторяют процедуру сушки и взвешивания до тех пор, пока разница в массе между двумя последовательными взвешиваниями (m_3) не станет меньше ± 0,2 мг. Если минимальное время сушки для получения постоянной массы (см. раздел 4) установлено, то данное требование не применяют.

7.1.3 Процедура 2

7.1.3.1 Если образец не разрушается в процессе испытаний и ему можно придать такую форму, которую можно поместить в камеру экстракции аппарата Сокслета без опасения потерять волокно во время экстракции, то нет необходимости применять экстракционную гильзу.

7.1.3.2 Взвешивают образец для испытаний с точностью до 0,1 мг (m_4).

7.1.3.3 Проводят экстракцию, как описано в 7.1.2, но без экстракционной гильзы.

7.1.3.4 Сушат образец в течение 1 ч при температуре (110 ± 5) °С (или при более высокой температуре — см. 7.1.2.7) и дают охладиться в эксикаторе. Взвешивают с точностью до 0,1 мг.

7.1.3.5 Повторяют процедуру сушки и взвешивания до тех пор, пока разница в массе между двумя последовательными взвешиваниями (m_5) не станет меньше ± 0,2 мг. Если минимальное время сушки для получения постоянной массы известно (см. раздел 4), то данное требование не применяют.

7.1.4 Представление результатов

7.1.4.1 Процедура 1

Вычисляют содержание аппрета *SC*, %, по формуле

$$SC = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100,$$

где m_1 – начальная масса экстракционной гильзы, г;

m_2 – начальная масса гильзы и испытуемого образца, г;

m_3 – конечная масса гильзы с испытуемым образцом после экстракции, г.

7.1.4.2 Процедура 2

Вычисляют содержание аппрета *SC*, %, по формуле

$$SC = \frac{m_4 - m_5}{m_4} 100,$$

где m_4 – исходная масса образца, г;

m_5 – конечная масса образца для испытаний после экстракции, г.

7.2 Метод В. Разложение в серной кислоте и перекиси водорода

7.2.1 Оборудование и реактивы

7.2.1.1 Весы точностью 0,5 мг и ценой деления 0,1 мг.

7.2.1.2 Сушильный шкаф, обеспечивающий заданную температуру с точностью ± 5 °С.

7.2.1.3 Эксикатор, содержащий соответствующий влагопоглотитель, например, силикагель, безводный хлорид кальция или пятиокись фосфора.

7.2.1.4 Вытяжной шкаф.

7.2.1.5 Резиновые перчатки, защитная маска и лабораторный халат.

7.2.1.6 Фильтры из пористого стекла пористостью *P* 40, диаметром пор от 20 до 30 мкм, вместимостью от 30 до 70 мл.

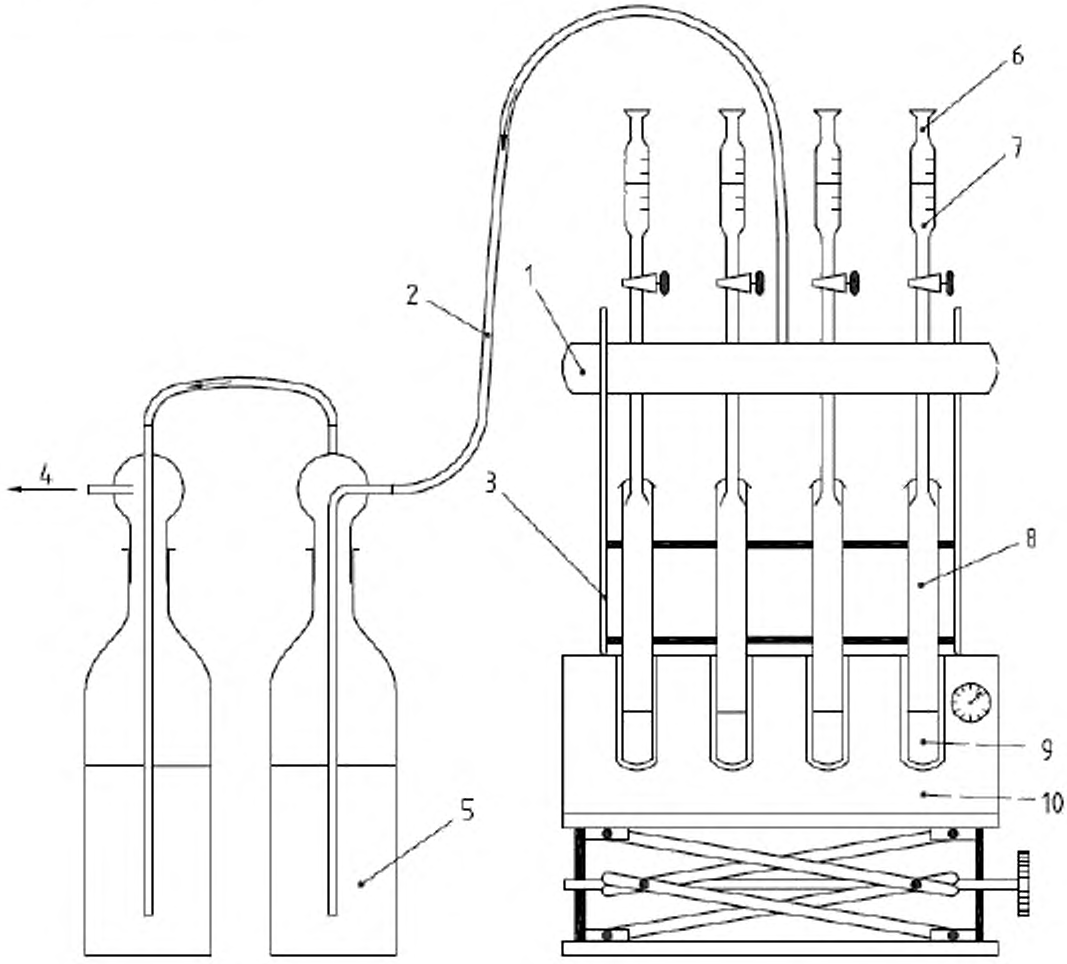
7.2.1.7 Режущее лезвие.

7.2.1.8 Нагреватель сушильного блока (см. рисунок 1), оснащенный вытяжным колпаком, соединенным с системой очистки и отсасывающим насосом, а также имеющий закрепленный штатив, на котором крепятся пробирки для разложения и градуированные капельные воронки для добавления реактивов. Нагревательный блок должен быть размещен на безопасном лабораторном подъемном столе или на подобном оборудовании.

7.2.1.9 Концентрированная серная кислота не менее 96 % (по массе) (ρ = 1,84 г/мл).

7.2.1.10 Раствор перекиси водорода, содержащий не менее 30 % (по массе) H_2O_2. Объемы, установленные для процедуры, соответствуют 30 %-ному раствору (по массе).

7.2.1.11 Раствор гидроокиси натрия, содержащий приблизительно 15 % (по массе) NaOH для нейтрализации кислотных паров, экстрагированных вытяжным колпаком.



1 – вытяжной колпак; *2* – трубка для отсасывания кислотных паров; *3* – штатив;
4 – к отсасывающему насосу; *5* –раствор гидроокиси натрия; *6* – капельная воронка;
7– перекись водорода; *8* – пробирка для разложения;
9 – образец для испытаний в концентрированной серной кислоте; *10* – нагревательный блок

Рисунок 1 — Аппаратура для метода В

7.2.2 Процедура

ВНИМАНИЕ! Эта процедура должна проводиться в вытяжном шкафу. Во время проведения окисления дверь вытяжного шкафа должна быть закрыта. Необходимо надевать защитный козырек для лица, перчатки и лабораторный халат.

7.2.2.1 Перед использованием предварительно выдерживают нагревательный блок (7.2.1.8) при температуре (260 ± 5) °С в течение 20 мин.

7.2.2.2 В каждую капельную воронку наливают около 25 мл раствора перекиси водорода (7.2.1.10).

7.2.2.3 Взвешивают испытуемый образец нити углеродного волокна с точностью до 0,1 мг (m_1) и помещают его в пробирку для разложения. Добавляют не менее 50 мл концентрированной серной кислоты (7.2.1.9). Встряхивают пробирку, чтобы испытуемый образец погрузился в кислоту. Помещают пробирку в штатив. Повторяют процедуру для других испытуемых образцов, если одновременно проводится более одного определения.

7.2.2.4 Помещают вытяжной колпак (7.2.1.8) над пробирками для разложения в штативе.

7.2.2.5 Запускают отсасывающий насос (см. рисунок 1).

7.2.2.6 Медленно открывают капельные воронки, содержащие раствор перекиси водорода, и дают стечь около 20 мл этого раствора в каждую пробирку для разложения. Реакционная смесь будет дымить, когда начнется реакция.

7.2.2.7 Используют лабораторный подъемный столик, чтобы поднять нагревательный блок вверх относительно пробирок для разложения.

7.2.2.8 Оставляют пробирки для разложения на 5 мин в нагревательном блоке при температуре (260 ± 5) °С.

7.2.2.9 Отводят нагревательный блок вниз от пробирок для разложения. Если раствор непрозрачный, дают остыть в течение 5 мин, добавляют дополнительные 10 мл раствора перекиси водорода и повторяют процедуру, начиная с 7.2.2.7. Если раствор опять не стал прозрачным, то повторяют процедуру разложения на новом образце для испытаний.

7.2.2.10 Дают остыть обработанным образцам до комнатной температуры.

7.2.2.11 Нагревают фильтры из пористого стекла (7.2.1.6) (по одному для каждого разложенного образца) в печи (7.2.1.2) при температуре (100 ± 5) °С в течение 1 ч, дают охладиться в эксикаторе (7.2.1.3) и взвешивают с точностью до 0,1 мг (m_2).

7.2.2.12 Медленно фильтруют каждый раствор через фильтр из пористого стекла, и промывают каждый образец дистиллированной водой, пока жидкость, прошедшая сквозь фильтр, не станет нейтральной по показаниям индикаторной бумаги.

7.2.2.13 Сушат фильтры из пористого стекла и образцы в течение 1 ч в печи при температуре (110 ± 5) °С и дают охладиться в эксикаторе. Взвешивают с точностью до 0,1 мг.

7.2.2.14 Повторяют процедуру сушки и взвешивания до тех пор, пока разница в массе между двумя последовательными взвешиваниями (m_3) не станет меньше ± 0,2 мг. Если минимальное время сушки для получения постоянной массы (см. раздел 4) известно, то данное требование не применяют.

7.2.3 Представление результатов

Вычисляют содержание аппрета *SC*, %, по формуле

$$SC = \frac{m_1 - (m_3 - m_2)}{m_1} 100,$$

где m_1 – масса образца до разложения, г;

m_2 – масса фильтра из пористого стекла, г;

m_3 – масса фильтра из пористого стекла и образца после разложения, г.

7.3 Метод С. Разложение пиролизом

7.3.1 Принцип

Аппрет разрушается пиролизом в электрической печи в потоке азота при температуре, превышающей температуру разложения аппрета.

Примечание — Температура разложения – это температура, при которой 100 % аппрета разлагается и удаляется из волокон газовым потоком. Разложение аппрета зависит от температуры и времени. Изготовитель нити обязан установить параметры разложения аппрета.

7.3.2 Оборудование

7.3.2.1 Весы точностью 0,5 мг и ценой деления 0,1 мг.

7.3.2.2 Электрическая печь, обеспечивающая заданную температуру с точностью ± 5 °С.

7.3.2.3 Устройство для подачи азота, состоящее из баллона, редукционного клапана, расходомера и соединительной трубки, подающее азот чистотой более 99, 996 %.

7.3.2.4 Держатель образца типа лодочки или капсулы из нержавеющей стали или керамического материала.

7.3.3Процедура

7.3.3.1 Нагревают держатель образца (7.3.2.4) в течение 15 мин в электропечи (7.3.2.2) при температуре, превышающей температуру разложения аппрета в потоке азота (см. 7.3.2.3). Дают охладиться в эксикаторе. Взвешивают держатель с точностью до 0,1 мг (m_2).

7.3.3.2 Взвешивают испытуемый образец с точностью до 0,1 мг (m_1).

7.3.3.3 Регулируют поток азота в печи, чтобы печь продувалась за 1 мин.

7.3.3.4 Устанавливают взвешенный испытуемый образец в держатель образца и помещают в электропечь.

7.3.3.5Разложение аппрета на образце проводят за установленное время при температуре, указанной в 7.3.3.1. За это время постепенно увеличивают вдвое поток азота.

7.3.3.6 Выключают печь и дают образцу охладиться в печи в повышенном потоке азота либо переносят образец в держателе в контейнер, наполненный азотом при комнатной температуре, и дают образцу охладиться в этом контейнере.

Когда образец в держателе достаточно охладится, его переносят в эксикатор. Очень важно, чтобы образец достаточно охладился перед его переносом в эксикатор. Если образец светится красным цветом на воздухе во время переноса, его бракуют и повторно испытывают новый образец.

7.3.3.7 В эксикаторе дают охладиться образцу вместе с держателем до комнатной температуры. Взвешивают образец с держателем с точностью до 0,1 мг (m_3).

7.3.3.8 Если температура и время пиролиза вызывают значительную потерю массы углеродного волокна, может потребоваться введение коэффициента коррекции. Это может быть определено путем проведения контрольного испытания на волокне без аппрета.

7.3.3.9 Если позволяют свойства испытуемого материала, процедуру можно упростить, выполняя ее без держателя образца.

7.3.4 Представление результатов

Вычисляют содержание аппрета *SC*, %, по формуле

$$SC = \frac{m_1 - (m_3 - m_2)}{m_1} 100,$$

где m_1 – масса образца до пиролиза, г;

m_2 – масса держателя образца, г;

m_3 – масса держателя образца и самого испытуемого образца после пиролиза, г.

8 Воспроизводимость

Воспроизводимость этих методов испытаний неизвестна, поскольку отсутствуют данные межлабораторных сравнительных испытаний. Межлабораторные испытания в настоящее время проводятся, и информация о метрологических характеристиках методов, описанных в настоящем стандарте, будет добавлена в следующем издании стандарта.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификацию испытуемого образца;

c) содержание аппрета нити;

d) тип аппрета;

e) метод и условия проведенного испытания, включая следующие подробности:

- для метода А: использованный растворитель,
- для метода С: температуру и время пиролиза;

f) дату проведения испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочным международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 1886:1990	–	*

*Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 677.04.001.4:006.354 ОКС 59.080.01

Ключевые слова: аппрет, содержание аппрета

Подписано в печать 01.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1170.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru