ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56796— 2015

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ. ПРЕПРЕГИ

Метод определения содержания исходных компонентов в препреге

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик» и Автономной некоммерческой организации «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 497

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 ноября 2015 г. № 2053-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д3529М—10 «Стандартный метод определения содержания компонентов в композитных препрегах» (ASTM D3529M—10 «Standard test method for constituent content of composite prepreg») путем изменения содержания отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста. Оригинальный текст этих структурных элементов примененного стандарта АСТМ приведен в дополнительном приложении ДА. Отдельные структурные элементы изменены в целях соблюдения норм русского языка и технического стиля изложения, а также в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5.

В настоящий стандарт не включены разделы 5, 6, 9, 11, 16, подразделы 3.2 и 3.3, пункты 3.1.1—3.1.5, ссылки на АСТМ С613, АСТМ Д3171, АСТМ Е177, АСТМ Е1309 примененного стандарта АСТМ, которые нецелесообразно применять в российской национальной стандартизации в связи с тем, что они имеют рекомендательный, поясняющий или справочный характер.

Указанные разделы, не включенные в основную часть настоящего стандарта, приведены в дополнительном приложении ДБ.

В настоящем стандарте вместо ссылочных стандартов АСТМ использованы соответствующие межгосударственные стандарты.

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта АСТМ приведено в дополнительном приложении ДВ

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 ежемесячного 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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность методов . . . 2
5 Оборудование и материалы . . . 2
6 Подготовка к проведению испытаний . . . 2
7 Проведение испытания . . . 3
8 Обработка результатов . . . 3
9 Протокол испытаний . . . 4
Приложение ДА (справочное) Положения АСТМ Д3529, которые применены в настоящем стандарте с модификацией их содержания . . . 5
Приложение ДБ (справочное) Положения АСТМ Д3529, которые исключены из настоящего стандарта. 10
Приложение ДВ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного стандарта АСТМ . . . 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ. ПРЕПРЕГИ

Метод определения содержания исходных компонентов в препреге

Polymer composites. Prepregs. Method for determination of constituent content of prepreg

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на препреги, которые представляют собой армирующие волокна, предварительно пропитанные термореактивной или термопластичной смолой, и устанавливает два метода определения содержания в препреге армирующего волокна, смолы (с учетом и без учета летучих веществ) и массы армирующего волокна на единицу площади препрега.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 13867—68 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 32794—2014 Композиты полимерные. Термины и определения *(ISO 472:2013 Пластмассы. Словарь)*

ГОСТ Р 56789—2015 Композиты полимерные. Препреги. Метод определения содержания летучих веществ в препреге *(ASTM D3530—97(2008) Стандартный метод определения содержания летучих веществ в препрегах из композитных материалов)*

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 32794.

Издание официальное

4 Сущность методов

Определяют изменение массы препрега после растворения в органических растворителях (метод А) или сжигании (метод Б) смолы в препреге.

5 Оборудование и материалы

5.1 Оборудование

5.1.1 Метод А

5.1.1.1 Вытяжной шкаф.

5.1.1.2 Механическая мешалка со скоростью перемешивания 100 $мин^{-1}$ или ультразвуковая баня с частотой генератора 40 кГц.

5.1.1.3 Электроплитка закрытого типа.

5.1.1.4 Вакуумный насос.

5.1.1.5 Пористые стеклянные фильтры, обеспечивающие задержание при фильтрации армирующих волокон.

5.1.1.6 Колбы и стаканы из боросиликатного стекла.

5.1.2 Метод Б

5.1.2.1 Фарфоровые тигли.

5.1.2.2 Муфельная печь, поддерживающая температуру (565 ± 30) °С.

5.1.2.3 Эксикатор.

5.1.3 Дополнительное оборудование

5.1.3.1 Шаблон, обеспечивающий получение образцов для испытаний заданной площади с погрешностью не более 2 %.

5.1.3.2 Весы с погрешностью измерений не более 0,0001 г.

5.1.3.3 Секундомер.

5.2 Материалы

5.2.1 В методе А используют следующие органические растворители:

а) ацетон, CH_3COCH_3;

б) N-метилпирролидон, $CH_3NCOC_3H_6$;

в) метилэтилкетон, $CH_3COC_2H_5$;

г) диметилформамид, $(CH_3)2NCHO$;

д) дихлорметан, CH_2Cl_2;

е) метилизобутилкетон, $(CH_3)_2CHCH_2COCH_3$;

ж) другие растворители, удовлетворяющие требованиям 5.2.2.

5.2.2 Растворители используют с учетом их совместимости с испытываемой системой материалов, т. е. растворитель должен растворять в препреге смолу и не воздействовать на армирующие волокна.

5.2.3 Запрещается использовать смеси растворителей с разными температурами кипения.

5.2.4 Все растворители по степени чистоты должны быть II группы по ГОСТ 13867.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Хранение и кондиционирование

6.1.1 Препрег хранят в условиях, установленных в нормативном документе или технической документации на изделие. При отсутствии таких указаний препрег хранят в сухом месте при температуре минус 18 °С.

6.1.2 Кондиционирование препрега проводят в заводской упаковке непосредственно перед отбором образцов при температуре окружающего воздуха до тех пор, пока температура препрега не будет равной температуре окружающего воздуха.

6.2 Подготовка образцов

6.2.1 Для определения содержания веществ в препреге используют количество образцов для испытаний, установленное в нормативном документе или технической документации на изделие. При отсутствии таких указаний испытывают произвольное количество образцов, но не менее трех.

6.2.2 Из препрега вырезают образец для испытаний, имеющий форму квадрата со стороной 80 мм. Масса образца для испытания должна быть не менее 1 г.

Примечание — Допускается пропорциональное увеличение размера образца для испытаний, если масса стандартного образца менее 1 г.

7 Проведение испытания

7.1 Метод А

7.1.1 Взвешивают образец для испытаний на весах с точностью до 0,0001 г (M_i).

7.1.2 Помещают образец для испытаний в стакан, содержащий 100 мл органического растворителя.

7.1.3 Стакан с образцом для испытаний устанавливают на магнитную мешалку или на ультразвуковую ванну и интенсивно перемешивают до растворения смолы в образце для испытаний.

Для понижения температуры кипения растворителей с высоким парциальным давлением, таких как метилэтилкетон или дихлорметан, используют вакуумный насос.

Для уменьшения времени растворения смолы допускается нагревать стакан с образцом для испытаний на электроплитке.

7.1.4 Полученный раствор отфильтровывают на пористом стеклянном фильтре.

7.1.5 Образовавшийся осадок помещают в предварительно взвешенный тигель (M_c) и сушат в сушильном шкафу при температуре не менее 100 °С в течение не менее 5 мин.

7.1.6 После сушки тигель с осадком охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0001 г (M_f)

7.2 Метод Б

7.2.1 Взвешивают образец для испытания на весах с точностью до 0,0001 г (M_i).

7.2.2 Прокаливают фарфоровый тигель при температуре от 500 °С до 600 °С в муфельной печи и охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе, после чего взвешивают с точностью до 0,0001 г (M_c).

7.2.3 Помещают образец для испытания в тигель и нагревают в муфельной печи при температуре (565 ± 30) °С в течение не более 6 ч до полного сжигания смолы.

7.2.4 Тигель с полученным осадком охлаждают до температуры окружающей среды в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,0001 г (M_f).

8 Обработка результатов

8.1 Содержание смолы *MC* (включая летучие вещества), % масс., рассчитывают по формуле

$$MC = \frac{M_i - (M_f - M_c)}{M_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где M_i — первоначальная масса образца для испытаний, г;

M_f — масса тигля с осадком, г;

M_c — масса тигля, г.

8.2 Содержание смолы *MS* (без летучих веществ), % масс., рассчитывают по формуле

$$MS = \frac{M_i(1 - V_c / 100) - (M_f - M_c)}{M_i(1 - V_c/100)} \cdot 100, \quad (2)$$

где V_c — содержание летучих веществ, %, определяемое по ГОСТ Р 56789.

8.3 Содержание армирующего волокна *FC*, % масс., рассчитывают по формуле

$$FC = \frac{(M_f - M_c)}{M_i} \cdot 100. \quad (3)$$

8.4 Массу армирующего волокна на единицу площади препрега *FAW*, г/м^2, рассчитывают по формуле

$$FAW = \frac{(M_f - M_c)}{M_i}, \quad (4)$$

где *A* — номинальная площадь образца для испытаний, м^2.

9 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, который должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- подробную информацию, необходимую для полной идентификации испытуемого материала;
- метод испытания;
- используемый растворитель (если применялся);
- содержание смолы и армирующего волокна в образце для испытаний;
- массу армирующего волокна на единицу площади препрега;
- дату проведения испытаний;
- подписи должностных лиц, проводивших испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Положения АСТМ Д3529, которые применены в настоящем стандарте с модификацией их содержания

ДА.1

1 Область применения

1.1 Данный метод используют для определения содержания волокнистого материала, удельной массы волокнистого материала, содержания сухого вещества в материале матрицы и материала матрицы в композитных препрегах. Факультативно, после определения содержания летучих веществ, можно определить содержание сухого вещества в материале матрицы. Содержание летучих веществ, если применимо и требуется, определяют по методу, описанному в стандарте ASTM D3530.

1.2 Процедуру «А» применяют для композитных препрегов со связующими из термореактивных полимеров, растворимыми в органических растворителях. Упрочняющий материал и наполнитель должны быть нерастворимы в выбранном растворителе. Данная процедура может использоваться для удаления материала матрицы из других типов композитов.

1.3 В процедуре «В» данного метода материал матрицы удаляют прокаливанием на воздухе. Данную процедуру применяют для композитов с органическими материалами матриц и упрочняющими волокнистыми материалами, не изменяющими массу при прокаливании.

1.4 В настоящем стандарте предполагается, что образцы являются двухкомпонентными (плюс летучие вещества), и не делается различия между гибридными упрочняющими материалами или матрицами. При использовании с гибридными композитами данные методы позволяют определить только общее содержание упрочняющего материала или общее содержание материала матрицы.

1.5 При определении содержания сухого вещества по процедурам «А» и «В» необходимо знать содержание летучих веществ в композите, определяемое по методу, описанному в стандарте ASTM D3530.

1.6 Альтернативные методы определения содержания компонентов композитных материалов описаны в стандартах С613/С613М (Определение содержания связующего методом экстракции в аппарате Сокслета) и D3171 (используется, главным образом, для спрессованных слоистых композитов).

1.7 Значения величин в системе СИ считают стандартными. В стандарте не используют другие единицы измерения.

1.8 В настоящем стандарте не рассматривают все вопросы безопасности, связанные с его применением. Перед использованием стандарта пользователь обязан утвердить правила техники безопасности при проведении работ и определить нормативные ограничения. Особые меры предосторожности приведены в примечаниях 2—8.

Примечание — Настоящий раздел примененного стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения, а также в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5 (раздел 3.7).

ДА.2

3 Термины и определения

3.1 Термины и определения, относящиеся к композитам, приведены в стандарте ASTM D3878. Термины и определения, относящиеся к пластмассам, приведены в стандарте ASTM D883. Термины и определения математической статистики приведены в практике ASTM E177. В случае спорной терминологии стандарт ASTM D3878 имеет приоритет над другими документами.

ДА.3

4 Сущность метода

4.1 После отбора образцов препрега они взвешиваются, и далее по выбранной процедуре проводят удаление материала матрицы. По процедуре «А» образец помещают в растворитель до полного растворения материала матрицы (но не упрочняющего материала). Оставшийся упрочняющий материал высушивают и взвешивают. По процедуре «В» образец помещают в муфельную печь с определенной температурой (при которой упрочняющий материал остается неизменным) до полного удаления материала матрицы. Оставшийся упрочняющий материал взвешивают. В обеих процедурах изменение массы выражают как для материала матрицы, так и волокнистого материала, в процентах от первоначальной массы образца.

4.2 Если необходимо определить содержание сухих веществ в материале матрицы, образцы подвергают испытанию на определение содержания летучих веществ по методу, описанному в стандарте ASTM D3530. Сред-

нее значение массы летучих веществ отнимают от среднего значения содержания связующего и результат в процентах от первоначальной массы матрицы считают содержанием сухих веществ в материале матрицы. Параметр «содержание сухих веществ в материале матрицы» применим, главным образом, к термореактивным материалам матриц.

ДА.4

7 Оборудование

7.1 Шаблон для вырезки или штанцевый нож. Образцы изготавливают с помощью шаблона или штанцевого ножа. Штанцевый нож или шаблон для вырезки должны обеспечивать получение образцов заданной площади с погрешностью не более 2 %.

Примечание 1 — Для получения образцов, разница по площади которых будет меньше 2 %, с помощью лезвия с односторонней заточкой и шаблона резы должны делаться с отклонением от номинальной линии в пределах 0,4 мм. Штанцевый нож более предпочтителен, чем шаблон для вырезки, поскольку образцы, получаемые с его помощью, обычно различаются по площади не более чем на 0,05 %.

7.2 Весы. Аналитические весы с точностью измерения ±1 мг.

7.3 Таймер с точностью измерения до минут.

7.4 Процедура «А».

7.4.1 Вытяжной шкаф.

7.4.2 Контейеры (стаканы, колбы) — емкости из боросиликатного стекла или пластмассы, не растворяющейся в используемом растворителе. Емкость для растворения образца должна быть надлежащего объема (рекомендуется не менее 250 мл). В зависимости от размера образцов и требуемого количества растворителя могут быть необходимы емкости другого размера.

7.4.3 Стеклянные фильтры или держатели образцов. Стеклянные фильтры с пористостью, пригодной для прохождения растворителя с матричным материалом и задержания упрочняющего волокнистого материала.

7.4.4 Мешалка — механическая мешалка или ультразвуковая ванна. Минимальная рекомендуемая скорость мешалки 100 мин$^{-1}$ или циклов/мин. Минимальная рекомендуемая частота генератора ультразвуковой ванны — 40 кГц.

7.4.5 Нагревательная плитка — электроплитка с регулятором температуры с точностью ±15 °С, пригодная для нагрева растворителя до температуры кипения.

7.4.6 Вакуумный насос — насос, способный создавать вакуум не выше 50 кПа.

7.5 Процедура «В»

7.5.1 Тигли — фарфоровые или из другого материала тигли размером, достаточным для размещения образцов.

7.5.2 Электрическая печь — муфельная печь, способная поддерживать температуру 565 ± 30 °С, для прокаливания образцов.

7.5.3 Лабораторный эксикатор — для выдержки образцов на начальном и конечном этапах испытания.

7.5.4 Бунзеновская горелка — источник пламени для предварительного обжига образцов.

7.5.5 Средства индивидуальной защиты — рекомендуется использовать термозащитные перчатки, защитную маску или очки. Лаборатория должна быть оснащена вытяжным шкафом и/или надлежащей системой вентиляции.

ДА.5

8 Реактивы

8.1 Чистота реактивов. Для получения точных результатов используют реактивы с квалификацией не хуже «тех.» (технический). При возникновении спорных вопросов или проведении повторных анализов используют реактивы с квалификацией не хуже «ч.д.а.» (чистый для анализа). Если не указано иное, реактивы должны отвечать техническим условиям к аналитическим реактивам Американского химического общества. Технические условия можно получить там же.

8.2 Растворитель для материала матрицы — должен использоваться подходящий растворитель, совместимый с испытуемым материалом и используемым оборудованием. Перед выбором растворителя для материала матрицы предусматривают меры предосторожности, приведенные в разделе 9. Ниже приведены растворители, эффективность которых для различных типов матриц была подтверждена многочисленными опытами:

8.2.1 Ацетон (Пропанон-2), CH_3COCH_3.

8.2.2 N-Метилпирролидон, $CH_3NOC_3H_6$.

8.2.3 Метилэтилкетон (Бутанон-2), $CH_3COC_2H_5$.

8.2.4 Диметилформамид, $(CH_3)_2NCHO$.

Примечание 2 — Внимание: На дату утверждения настоящего стандарта Международным агентством по исследованию онкологических заболеваний диметилформамид был отнесен к группе 2В как возможный челове-

ческий канцероген, а Национальной токсикологической программой США был отнесен к репродуктивным токсинам. Самую последнюю информацию смотрите в паспорте безопасности на диметилформамид.

8.2.5 Дихлорметан (хлористый метилен), CH_2Cl_2.

Примечание 3 — Внимание: На дату утверждения настоящего стандарта Международным агентством по исследованию онкологических заболеваний дихлорметан был отнесен к группам 2А и 2В, как возможный человеческий канцероген.

8.2.6 Метилизобутилкетон (4-метилпентанон-2), $(CH_3)_2CHCH_2COCH_3$.

ДА.6

10 Испытуемые образцы

10.1 Для каждого материала испытывают не менее трех образцов.

10.2 Испытуемые образцы должны быть размером не менее 0,0064 м^2 (80 × 80 мм). Масса образцов должна быть не менее 1 г. Образец должен содержать, по меньшей мере, один период используемого в препреге текстильного материала. Если образец минимального размера не обладает достаточной массой или не содержит один период текстильного материала, размер образца должен быть увеличен.

10.3 Если необходимо определить содержание сухих веществ в материале матрицы, образцы испытывают на содержание летучих веществ по методу, описанному в стандарте ASTM D3530. Образцы должны иметь размер не менее 0,0016 м^2.

ДА.7

12 Подготовка образцов

12.1 Хранить препрег на основе углеродного волокна и эпоксидных смол следует при температуре, указанной его изготовителем (обычно –18 °С). Перед вскрытием во избежание насыщения влагой из воздуха закрытые упаковки материала должны быть выдержаны при комнатной температуре или прогреты, как указано изготовителем или в соответствующей инструкции.

12.2 Для предотвращения потери летучих веществ минимизируют пребывание материала без герметичной упаковки при окружающей температуре. Материал может заполимеризоваться (см. раздел 6) или из него могут испариться летучие вещества, что приведет к погрешности определения содержания сухих веществ в материале матрицы.

12.3 В процедуре «В» тигли для прокаливания должны быть очищены нагревом в муфельной печи до 500—600 °С, а затем охлаждены в эксикаторе.

ДА.8

13 Проведение испытания

13.1 Процедура «А»

Определение содержания волокнистого материала, удельной массы волокнистого материала, содержания материала матрицы путем растворения в растворителе.

13.1.1 Размер вырубаемого штанцевым ножом образца, в квадратных метрах, записывают как А.

13.1.2 Каждый образец взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,1 мг. Масса каждого образца в граммах записывается как M_i.

13.1.3 Далее каждый образец помещают в отдельную емкость или колбу с не менее чем 100 мл растворителя.

13.1.4 Во время испытания образцы должны находиться в растворителе в определенном состоянии не менее 3 мин. Под определенным состоянием подразумеваются следующие состояния:

13.1.4.1 Перемешивание. Используют для ускорения растворения смолы в растворителе. При использовании рекомендуемая скорость механической мешалки должна составлять не менее 60 мин$^{-1}$. При использовании ультразвуковой ванны рекомендуемая частота ультразвука должна составлять 40 кГц.

13.1.4.2 Давление — для понижения температуры кипения и инициации кипения растворителя можно использовать вакуум. Это полезно для растворителей с высоким парциальным давлением паров, например метилэтилкетона или дихлорметана. Рекомендуют использовать вакуум с абсолютным давлением меньше 50 кПа.

13.1.4.3 Температура — повышенную температуру (но не превышающую температуру кипения растворителя) можно использовать для повышения эффективности растворителя и уменьшения времени растворения смолы.

13.1.5 Сливают раствор.

13.1.6 Повторяют пункты 13.1.4 и 13.1.5 минимум еще один раз.

Примечание 8 — Осторожно: при этом можно заменить растворитель или поменять условия. Для облегчения просушки образцы можно промыть чистым растворителем. При замене растворителя должны быть учтены проблемы совместимости растворителей, а также возможные опасности при сушке.

13.1.7 Образец помещают в предварительно взвешенный стеклянный бюкс с массой M_c, г. Образец высушивают требуемое время в сушильном шкафу при температуре, достаточной для удаления растворителя (минималь-

ная температура — 100 °С, минимальное время сушки — 5 мин). Затем бюкс с образцом извлекают из шкафа и охлаждают в эксикаторе до окружающей температуры не менее 5 мин.

13.1.8 По состоянию высушенного волокнистого материала оценивают полноту удаления смолы. Отдельные нити или филаменты должны легко разделяться без малейших признаков взаимного связывания. Если образец не отвечает данному требованию, результат признается неудовлетворительным и испытание повторяют в более жестких условиях (большее время растворения, более интенсивное перемешивание, еще более высокая температура или вакуум). Образец должен быть сухим, без малейших признаков остатка растворителя. При наличии признаков оставшегося растворителя сушку необходимо продолжить (при необходимости при более высокой температуре или под вакуумом) до полного удаления растворителя.

13.1.9 Образец взвешивают в бюксе с точностью до 0,1 мг. Данную массу записывают как M_f, г.

13.2 Процедура «В». Определение содержания волокнистого материала, удельной массы волокнистого материала, содержания материала матрицы путем прокаливания.

13.2.1 Размер вырубаемого штанцевым ножом образца, в квадратных метрах, записывают как А.

13.2.2 Каждый образец взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,1 мг. Массу каждого образца записывают как M_i в граммах.

13.2.3 Затем на аналитических весах с точностью до 0,1 мг взвешиваются высушенные тигли для образцов. Массу каждого тигля записывают как M_c в граммах.

13.2.4 Образец в высушенном тигле помещают в муфельную печь, нагретую до 500 °С или меньшей температуры в зависимости от состава композита (температура в печи должна быть ниже точки самовоспламенения композита). Для предотвращения воспламенения в печи образец должен быть предварительно обожжен в пламени горелки (меры предосторожности при обращении с образцами см. в пункте 6.2.3).

13.2.5 Печь разогревают до (565 ± 30) °С или, в зависимости от типа композита, до другой температуры, при которой произойдет только выгорание материала матрицы, а упрочняющий материал останется без изменений. Максимальное время прокаливания не должно превышать 6 ч. В зависимости от типа композита и массы образца время и температура могут быть меньше.

13.2.6 Затем тигель извлекают из печи и по состоянию образца проводят оценку степени прокаливания. Филаменты упрочняющих волокон должны легко разделяться без малейших признаков взаимного связывания. Если образец не отвечает данному требованию, результат считают неудовлетворительным и испытание повторяют в более жестких условиях (большее время прокаливания, более высокая температура и т. п.).

13.2.7 Тигель помещают в эксикатор для остывания до комнатной температуры.

13.2.8 Затем тигель с образцом взвешивают на лабораторных весах с точностью до 0,1 мг. Измеренную массу в граммах записывают как M_f.

ДА.9

14 Расчет

14.1 Содержание материала матрицы (связующего)

14.1.1 Содержание материала матрицы (связующего) для каждого образца рассчитывают по следующей формуле

$$MC = \frac{M_i - (M_f - M_c)}{M_i} \cdot 100, \quad (1)$$

где MC — содержание материала матрицы в образце, % масс.;

M_i — первоначальная масса образца, г;

M_c — масса бюкса или тигля, г;

M_f — масса бюкса или тигля с остатком от образца (упрочняющим материалом), г.

14.2 Содержание сухих веществ в материале матрицы (связующего), если указано.

14.2.1 Содержание сухих веществ в материале матрицы (связующего) рассчитывают по следующей формуле

$$MS = \frac{M_i(1 - V_c/100) - (M_f - M_c)}{M_i(1 - V_c/100)} \cdot 100, \quad (2)$$

где MS — содержание сухих веществ в материале матрицы, % масс.;

V_c — среднее содержание летучих веществ, % масс.

14.3 Содержание волокнистого материала:

14.3.1 Содержание волокнистого материала для каждого образца рассчитывают по следующей формуле

$$FC = \frac{(M_f - M_c)}{M_i} \cdot 100, \quad (3)$$

где FC — содержание волокнистого материала, % масс.

14.4 Удельное содержание волокнистого материала

14.4.1 Удельное содержание волокна для каждого образца рассчитывают по следующей формуле

$$FAW = \frac{(M_f - M_c)}{A}, \quad (4)$$

где FAW — удельное содержание упрочняющего материала, г/м^2;

A — номинальная площадь образца, вырубаемого штанцевым ножом или вырезаемого по шаблону, м^2.

ДА.10

15 Представление результатов

15.1 В отчете приводят следующую информацию или ссылки на другие документы, содержащие использованные данные:

15.1.1 области, находящиеся вне контроля испытательной лаборатории, например, подробную информацию о материале предоставляют заявители;

15.1.2 ревизия или дата выпуска настоящего метода испытаний;

15.1.3 любые отклонения от данного метода испытания, замеченные аномалии или возникшие в процессе выполнения проблемы с оборудованием;

15.1.4 полные сведения о материале, включая технические характеристики, тип, обозначение, изготовителя, номер партии, поставщика (если не изготовитель), дату сертификации или выпуска препрега, дату окончания действия сертификата, форму, количество филаментов, удельную массу волокна и тип материала матрицы. Используют практику ASTM E1309 в качестве руководства;

15.1.5 тип оборудования, используемого для получения образцов, и номинальный размер образцов, используемый в расчетах;

15.1.6 растворитель материала матрицы и условия проведения испытания, такие как температура растворителя, способ перемешивания, время пребывания образца в растворителе;

15.1.7 наблюдения, касающиеся дефектов внешнего вида упрочняющих волокон, наличия следов оплавления или сухих веществ в материале матрицы;

15.1.8 Содержание волокнистого материала, удельная масса волокнистого материала, содержание материала матрицы и содержание сухих веществ в материале матрицы:

15.1.8.1 полученные результаты для всех образцов и средние значения;

15.1.8.2 если необходимо содержание сухого вещества в материале матрицы — среднее значение содержания летучих веществ, содержание сухих веществ в материале матрицы для всех образцов и среднее значение.

Приложение ДБ
(справочное)

Положения АСТМ Д3529, которые исключены из настоящего стандарта

ДБ.1

3 Термины и определения

3.1.1 Содержание волокнистого материала. Количество волокна в композите или препреге, выраженное в массовых или объемных процентах. Иногда выражают в долях, указывающих объемное содержание волокна. См. ASTM D3878.

3.1.2 Содержание материала матрицы — количество материала матрицы в композите или препреге, выраженное в массовых или объемных процентах. Для композитных материалов с полимерной матрицей содержание материала матрицы равно содержанию связующего. См. ASTM D3878.

3.1.3 Препрег — готовый для переработки продукт предварительной пропитки связующим упрочняющих материалов тканой или нетканой структуры. Он может быть в форме листов, ленты или полотна. Для термореактивных смол он может быть частично полимеризованным до определенной вязкости. В таком состоянии он называется «со связующим в стадии В». См. ASTM D3878.

3.1.4 Содержание упрочняющего материала — количество упрочняющего материала в композите или препреге, выраженное в массовых или объемных процентах.

3.1.4.1 Примечание — Если единственным упрочняющим материалом является волокнистый материал, тогда содержание упрочняющего материала будет равно содержанию волокнистого материала. См. ASTM D3878.

3.1.5 Содержание связующего — см. «содержание материала матрицы». См. ASTM D3878.

3.2 Определения терминов, используемых в данном стандарте:

3.2.1 Содержание сухих веществ в связующем — масса связующего в препреге, рассчитанная вычитанием средней массы удаляемых летучих веществ от первоначальной массы связующего.

3.2.2 Удельное содержание волокнистого материала — масса волокнистого упрочняющего материала в единице площади композита.

3.2.3 Содержание сухих веществ в материале матрицы — см. «содержание сухих веществ в связующем».

3.2.4 Исходное содержание связующего — содержание связующего в препреге с учетом летучих веществ в неотвержденной смоле. В настоящем стандарте данный термин является синонимом терминов «содержание материала матрицы» и «содержание связующего».

3.2.5 Содержание летучих веществ — содержание летучих веществ в препреге, выраженное в массовых процентах.

3.3 Обозначения:

3.3.1 A — площадь образца, м^2.

3.3.2 FAW — удельное содержание волокна: масса волокна, W_f, деленная на площадь образца, A, г/м^2.

3.3.3 FC — содержание волокна в образце, % масс.

3.3.4 M_c — масса контейнера, г.

3.3.5 MC — содержание матричного компонента в образце, % масс.

3.3.6 M_f — конечная масса образца и контейнера при испытании, г.

3.3.7 M_i — первоначальная масса образца, г.

3.3.8 MS — содержание сухих веществ в материале матрицы образца, % масс.

3.3.9 V_c — среднее содержание летучих веществ в образцах, полученное по методу, изложенному в стандарте ASTM D3530, % масс.

ДБ.2

5 Значение и применение

5.1 Данный метод может использоваться для измерения содержания волокнистого материала, удельной массы волокнистого материала, содержания материала матрицы и содержания сухого остатка в материале матрицы. Знание данных параметров полезно при характеризации композитов и разработке оптимальных технологических процессов. Если содержание летучих веществ не критично для технологии, можно использовать содержание материала матрицы.

5.2 Настоящий метод испытания может использоваться только с упрочняющими материалами, не изменяющими массу в процессе удаления материала матрицы, и с материалами матрицы, которые могут быть полностью

удалены с помощью приведенных процедур. При наличии любых ограничений конечным пользователем должны быть определены варианты дальнейших действий.

ДБ.3

6 Влияющие факторы

6.1 Процедура «А».

6.1.1 Степень полимеризации связующего — в процедуре «А» эффективность растворения материала матрицы из термореактопластов непосредственно зависит от степени полимеризации связующего. Растворимость связующего, в котором начали образовываться поперечные сшивки (смолы в стадии «В»), существенно ухудшается по мере дальнейшей полимеризации. Если процедура «А» не позволяет удалить полностью матричный материал, а процедура «В» не может использоваться из-за ограничений, накладываемых волокнистым материалом, необходимо рассмотреть другие методы испытания, например из стандарта ASTM D3171.

6.1.2 Выбор реактивов — для испытания должны использоваться надлежащие реактивы в требуемом количестве. Для термореактивных полимеров рекомендованы реактивы, описанные в разделе 8. Однако их пригодность для всех композитов, испытываемых в соответствии с настоящим стандартом, не гарантируют (-ована).

6.1.3 Способность реактива растворять матричный материал — растворители более эффективно растворяют тонкослойные материалы (пленки), чем толстослойные (блоки). Перед погружением в растворитель рекомендуют не уплотнять образцы. Растворитель, хорошо растворяющий материал в одной форме, может оказаться недостаточно эффективным для растворения того же материала в другой форме.

6.1.4 Эффективность растворителя — под эффективностью растворителя подразумевают его способность быстро растворять материал матрицы. Она может быть повышена увеличением количества растворителя, механическим воздействием (перемешиванием), повышением температуры или помещением под вакуум. Данные способы являются физическими альтернативами использованию более опасных или комбинированных растворителей.

6.2 Процедура «В».

6.2.1 Применимость прокаливания — в процедуре «В» образцы композитов прокаливают на воздухе при температурах свыше 500 °С до 6 ч. Данный метод не позволяет определить содержание связующего в образцах с упрочняющими материалами, теряющими массу в условиях испытания, а также со смолами или наполнителями, не разлагающимися на летучие вещества в процессе прокаливания.

6.2.2 Длительность испытания — длительность испытания зависит от типа и конфигурации образцов. Продукты горения материала матрицы удаляют более интенсивно с образцов, имеющих бóльшую площадь контакта материала матрицы с окислительной атмосферой.

6.2.3 Предварительный обжиг — это особая операция, предусмотренная в данном стандарте и заключающаяся в обжиге образцов в пламени бунзеновской горелки. Данная операция может быть полезной для выжигания огнеопасных летучих веществ и запуска процесса прокаливания. Она требует повышенной осторожности во избежание потерь массы или механического повреждения образца.

6.2.4 Остаток связующего после прокаливания — перед определением конечной массы волокна (W_f) образцы должны быть тщательно исследованы на наличие остатков связующего и продуктов его горения. Если на поверхности волокна имеются остатки связующего (которые будут вносить погрешность в результаты измерения), испытание должно быть проведено повторно. Выполнение данной операции требует повышенной осторожности во избежание потерь массы или механического повреждения образца.

ДБ.4

9 Опасности

9.1 Данные методы должны применять только квалифицированные лаборанты химического анализа, обученные методам безопасного обращения с химическими реактивами. Возможные источники информации приведены в сноске 8.

Примечание 4 — Осторожно! Помимо других мер предосторожности необходимо всегда внимательно изучать разделы, посвященные особым мерам предосторожности и правилам обращения, в паспортах безопасности используемых материалов, включая реактивы и образцы.

Примечание 5 — Осторожно! Помимо других мер предосторожности операции растворения и фильтрования должны проводиться в вытяжном шкафу.

Примечание 6 — Осторожно! Помимо других мер предосторожности материалы, которые подвергаются воздействию потенциально токсичных или огнеопасных реактивов, должны быть высушены в вытяжном шкафу до воздушно-сухого состояния перед последующей сушкой для предотвращения образования потенциально взрывоопасных концентраций паров в печи. В стандарте NFPA 86 приведены указания по максимальным количествам горючих материалов, которые могут безопасно находиться в сушильных шкафах и лабораторных печах.

9.2 В данном стандарте не рассматривается использование комбинированных растворителей с разными точками кипения компонентов.

Примечание 7 — Осторожно: Помимо других мер предосторожности, не используйте комбинированные растворители, не зная поведения их компонентов в условиях испытания, включая сушку.

ДБ.5

11 Калибровка и стандартизация

11.1 Все используемое оборудование должно быть откалибровано и поверено. Сертификаты поверки предъявляют контролирующим органам по первому требованию.

ДБ.6

16 Точность и погрешность

16.1 Точность — данные, необходимые для определения точности описанного метода испытаний, отсутствуют. В настоящее время комитет D30 планирует провести межлабораторное испытание данного метода для определения его точности.

16.2 Погрешность — определение систематической погрешности для данного метода испытаний невозможно, так как отсутствуют эталонные стандарты.

Приложение ДВ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного стандарта АСТМ

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта				Структура стандарта ASTM D3529M—10			
Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт
1	—	—	—	1	1.1	—	—
	—	—	—		1.2—1.8	—	—
2				2			
3	—	—	—	3	3.1		
—	—	—	—			3.1.1—3.1.5	—
—	—	—	—		3.2	3.2.1—3.2.5	—
—	—	—	—		3.3	3.3.1—3.3.9	
4				4	4.1	—	
—	—	—	—		4.2	—	—
—	—	—	—	5	—	—	—
—	—	—	—	6	—	—	—
5	5.1	5.1.3	5.1.3.1	7	7.1	—	—
			5.1.3.2		7.2	—	—
			5.1.3.3		7.3	—	—
		5.1.1	5.1.1.1—5.1.1.6		7.4	7.4.1—7.4.6	—
		5.1.2	5.1.2.1—5.1.2.3		7.5	7.5.1—7.5.3	—
—	—	—	—			7.5.4—7.5.5	—
—	—	—	—	8	8.1	—	—
5	5.2	5.2.1—5.2.6	—		8.2	8.2.1—8.2.6	—
—	—	—	—	9	—	—	—
6	6.2	6.2.1	—	10	10.1	—	—
		6.2.2	—		10.2	—	—
	6.3	—	—		10.3	—	—
—	—	—	—	11	—	—	—
6	6.1	—	—	12	12.1—12.2	—	—
7	7.2	7.2.2	—	12	12.3	—	—
7	7.1	7.1.1—7.1.6	—	13	13.1	13.1.1—13.1.9	—
	7.2	7.2.1—7.2.4	—		13.2	13.2.1—13.2.8	—
8	8.1—8.4	—	—	14	14.1—14.4	—	—
9	—	—	—	15	15.1	15.1.1—15.1.8	—
—	—	—	—	16	—	—	—
—	—	—	—	17	—	—	—

Окончание таблицы ДВ.1

<table>
<tr><td colspan="4">Структура настоящего стандарта</td><td colspan="4">Структура стандарта ASTM D3529M — 10</td></tr>
<tr><td>Раздел</td><td>Подраздел</td><td>Пункт</td><td>Подпункт</td><td>Раздел</td><td>Подраздел</td><td>Пункт</td><td>Подпункт</td></tr>
<tr><td colspan="3" rowspan="3">Приложение</td><td>ДА</td><td colspan="3" rowspan="3">Приложение</td><td></td></tr>
<tr><td>ДБ</td><td></td></tr>
<tr><td>ДВ</td><td></td></tr>
<tr><td colspan="8">Примечания
1 Раздел 16 примененного стандарта АСТМ исключен из настоящего стандарта, так как в нем отсутствуют требования к точности, не указаны нормы по погрешности и ее составляющих данного метода испытаний.
2 Раздел 17 приведен в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5 (пункт 5.6.2).
3 Внесены дополнительные приложения ДА, ДБ и ДВ в соответствии с требованиями, установленными к оформлению национального стандарта, модифицированного по отношению к стандарту АСТМ.</td></tr>
</table>

УДК 678.5.001.4:006.354 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерный композит, препрег, содержание исходных компонентов

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.01.2016. Подписано в печать 29.02.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 33 экз. Зак. 679.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru