ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57565— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Метод определения реакционной способности ненасыщенных полиэфирных и винилэфирных смол при температуре 82,2 °С

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологии» (ФГУП «ВНИИ СМТ») совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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 28 июля 2017 г. № 770-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д7029-09 «Стандартный метод испытаний для определения реакционной способности ненасыщенных полиэфиров и виниловых эфиров при температуре 180,0 °F (82,2 °C)» (ASTM D7029-09 «Standard Test Method for Determination of Reactivity of Unsaturated Polyesters and Vinyl Esters at 180.0 °F [82.2 °C]», MOD), при этом дополнительные слова, фразы, показатели, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

Отдельные структурные элементы изменены в целях соблюдения норм русского языка и технического стиля изложения, а также в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5.

Оригинальный текст невключенных структурных элементов стандарта АСТМ приведен в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта АСТМ приведено в дополнительном приложении ДБ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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, 2017

В Российской Федерации 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

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Метод определения реакционной способности ненасыщенных полиэфирных и винилэфирных смол при температуре 82,2 °С

Polymer composites.
Method for determination of reactivity of unsaturated polyesters and vinyl esters at 82,2 °C

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на ненасыщенные полиэфирные и винилэфирные смолы и устанавливает метод определения реакционной способности при температуре 82,2 °С, основанный на определении кривой гелеобразования и экзотермической кривой. В настоящем стандарте приведены требования к определению экзотермической кривой при температуре 82,2 °С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 14888 Бензоила перекись техническая. Технические условия

ГОСТ Р 55134—2012 (ИСО 11357-1:2009) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы

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 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 следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **время гелеобразования:** Период времени, выраженный в минутах и секундах, за который температура, измеряемая пирометром, повышается от температуры ниже (обычно на 5,5 °С—16 °С) температуры термостатирования до температуры выше температуры термостатирования на 5,55 °С; как правило, для температуры термостатирования, равной 82,2 °С, — это диапазон температур от 65,5 °С до 87,8 °С.

3.2 **время отверждения:** Период времени, выраженный в минутах и секундах, за который температура, измеряемая пирометром, повышается от температуры ниже (обычно на 5,5 °С—16 °С) температуры термостатирования до максимальной температуры, как правило это диапазон температур от 65,5 °С до 82,8 °С.

Издание официальное

3.3 **время прохождения интервала:** Период времени, выраженный в минутах и секундах, за который температура, измеряемая пирометром, снижается от температуры выше температуры термостатирования на 5,5 °С до максимальной температуры. Время прохождения интервала — это разница между временем отверждения и временем гелеобразования.

3.4 **экзотермический пик:** Максимальная температура, достигаемая при проведении испытаний.

3.5 **пирометр:** Широкий класс устройств для измерения температуры, включая термопары, с возможностью непрерывной регистрации температуры.

3.6 **инициатор:** Вещество, дающее свободные радикалы, необходимые для начала радикальной полимеризации ненасыщенных полиэфирных и винилэфирных смол. Как правило, используют перекись или сочетание нескольких инициаторов.

4 Сущность метода

Смолу смешивают с инициатором в лабораторном стакане. При помощи термопары регистрируют экзотермическую кривую, формируемую смолой по мере ее отверждения. Строят кривую, определяют время достижения разных температур, а также полученного экзотермического пика. В качестве инициатора используют перекись бензоила, допускается применять другие инициаторы.

Настоящий метод испытаний дает информацию о выделяемом при отверждении смолы тепле и продолжительности времени, когда смола из жидкого состояния переходит в твердое.

Данный метод аналогичен методу испытаний по *ГОСТ Р 55134*.

5 Аппаратура

5.1 Пирометр самопишущий со скоростью регистрации графика 1,5 м/ч.

5.2 Термометр с ценой деления 0,05 °С и диапазоном измерений, соответствующим температуре отверждения испытуемой смолы.

5.3 Термостат, заполненный водой или другой жидкостью, с возможностью регулирования температуры с погрешностью не более 0,2 °С, со скоростью смены жидкости 1—2 общего объема термостата в минуту. Объем термостата — не менее 8,8 дм^3. Термостат должен быть оснащен крышкой с отверстиями для вставки нагревающего элемента, термометра и пробирок, чтобы свести к минимуму испарение воды.

5.4 Пробирки из боросиликатного стекла диаметром 19 мм и длиной 150 мм с гладким концом и носиком.

5.5 Игла термопары типа J, изготовленная из нержавеющей стали, длиной 152 мм с наружным диаметром 3,2 мм, соединенная с зажимом в сборе типа J или аналогичным.

5.6 Двойной провод типа J с поливинилхлоридной изоляцией и цветной маркировкой (белый цвет — положительный, красный — отрицательный) для присоединения иглы термопары типа J к самопишущему пирометру или аналогичный.

5.7 Весы с погрешностью взвешивания не более 0,01 г, с минимальным пределом взвешивания 200 г.

5.8 Центрирующее устройство для центровки иглы термопары внутри пробы смолы. Это устройство может быть изготовлено из армированных пластмасс, микарты или другого подходящего материала (см. рисунок 1).

5.9 Стакан лабораторный вместимостью 150 см^3 из стекла или пластмассы.

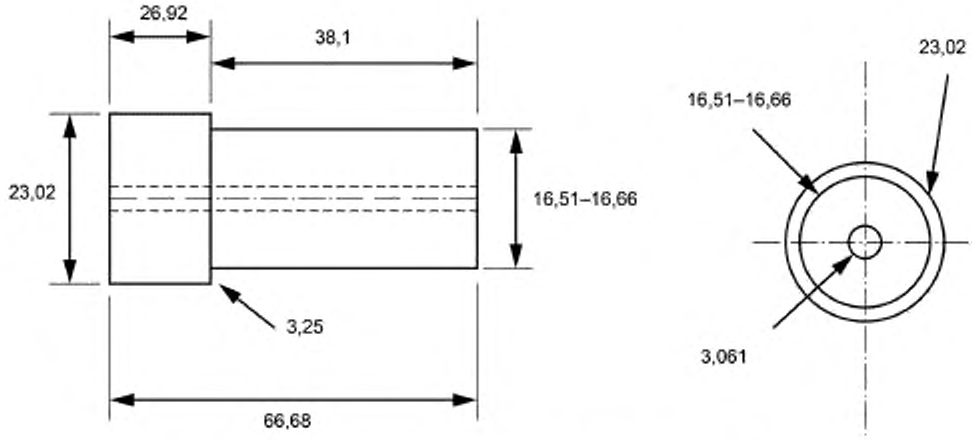

Рисунок 1 — Центрирующее устройство для центровки иглы

6 Реактивы и материалы

6.1 Мономер стирола, с добавлением (15 ± 5) ppm третичного бутил-катехина (ТВС), в качестве ингибитора.

6.2 Инициатор:

6.2.1 инициатор типа I, перекись бензоила, *1-й сорт по ГОСТ 14888;*

6.2.2 инициатор типа II, эмульсия перекиси бензоила с содержанием бензоила не более 1,5 % и содержанием воды не более 18 %.

Пример — 40 % перекиси бензоила в диапазоне концентраций от 38,5 % до 41,5 %.

6.2.3 инициатор типа III, согласованный с заинтересованными сторонами;

6.2.4 ненасыщенная полиэфирная или винилэфирная смола;

6.2.5 силиконовая консистентная смазка.

Предупреждение! Инициаторы, такие как перекись бензоила, следует хранить в соответствии с установленными требованиями безопасности. Несоблюдение требований безопасности может привести к нестабильности материалов, которая может стать причиной пожара или взрывов.

Непосредственное смешивание инициаторов с некоторыми химическими реактивами, например с кобальтом, может создать взрывоопасные условия.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Подготовка аппаратуры

Устанавливают в термостате температуру (82,2 ± 0,25) °С, измеряют температуру при помощи термометра и ждут установления равновесия по температуре при циркуляции воды в течение не менее 60 мин.

7.2 Кондиционирование

7.2.1 Для настоящего метода испытаний кондиционирование не требуется.

7.2.2 Перед добавлением инициатора к смоле, смола должна быть выдержана при температуре, указанной в нормативном документе или технической документации на продукцию.

8 Проведение испытаний

8.1 Взвешивают (1,00 ± 0,02) г перекиси бензоила и помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$. Добавляют 1,00 г мономера стирола к инициатору и тщательно перемешают.

Примечание — Для получения указанного выше количества перекиси бензоила берут 1 г перекиси бензоила типа I или используют 2 г перекиси бензоила (50 %) типа II или соответствующее количество альтернативной концентрации инициатора в виде пасты.

8.2 Помещают образец смолы в подходящую емкость и доводят температуру смолы до (25 ± 0,25) °С. Добавляют (100 ± 0,02) г смолы в мерный стакан вместимостью 150 см^3, содержащий инициатор и мономер стирола, если он используется (для инициаторов типа I и типа II, для типа III нет необходимости использовать стирол), и тщательно перемешивают, внимательно наблюдая за тем, чтобы в смесь попало минимальное количество воздуха.

8.3 Перед началом испытаний выдерживают лабораторный стакан в течение (15 ± 5) мин при температуре 25 °С.

8.4 Помещают активированную смолу в пробирку таким образом, чтобы смола занимала приблизительно 76 мм.

8.5 Смазывают иглу термопары тонким слоем силиконовой смазки и вставляют сначала иглу в центрирующее устройство, затем иглу с центрирующим устройством вставляют в пробирку таким образом, чтобы она была центрирована по отношению к боковым стенкам, а щуп отстоял на (38 ± 1) мм от дна пробирки (см. рисунок 1).

8.6 Помещают пробирку в термостат с установленной температурой 82,2 °С таким образом, чтобы уровень смолы в пробирке был ниже поверхности жидкости в термостате, и запускают самопишущий пирометр.

8.7 При достижении температуры экзотермического пика дают температуре снизиться и вынимают пробирку из термостата. Вынимают иглу из смолы и из пробирки.

9 Обработка результатов

Если иное не указано в нормативном документе или технической документации на продукцию записывают следующие показатели на основе показаний пирометра:

- время гелеобразования — от 65,5 °С до 87,8 °С;
- время отверждения — от 65,5 °С до максимальной температуры;
- время прохождения интервала — от 87,8 °С до максимальной температуры.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- сведения об используемом оборудовании:
  1) тип используемой термопары с указанием, была ли она заземлена;
  2) тип инициатора, производитель и используемое количество;
- время гелеобразования;
- время отверждения;
- время прохождения интервала;
- температуру экзотермического пика;
- любые отклонения от настоящего метода, включая:
  1) изменение инициатора,
  2) жидкость, используемую в термостате,
  3) температуру термостатирования.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ

ДА.1

1.4 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

ДА.2

5 Значимость и применение

5.1 Настоящий метод испытаний используют для измерения реакционной способности разных партий ненасыщенных полиэфирных и винилэфирных смол. Данный метод используют для оценки прогнозных эксплуатационных характеристик смолы при использовании при повышенных температурах в ходе процесса, применяемого для превращения смолы в готовое изделие.

5.2 Данный метод используют при проведении научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ (НИОКР) предприятиями-изготовителями и предприятиями, использующими смолы в качестве сырья для производства. Данный метод основан на методах, которые ранее были кратко описаны в *справочнике по армированным пластмассам* «Методика снятия экзотермических кривых при помощи метода использования образцов материала», опубликованном обществом промышленности пластмасс.

ДА.3

6 Влияющие факторы

6.1 На результаты испытаний может влиять тип используемой смолы, срок годности смолы, инициатора и тип используемого инициатора. Необходимо принимать меры для обеспечения того, чтобы используемые химические вещества хранились и применялись в соответствии с указаниями производителя.

6.2 Регулирование температуры в термостате и циркуляции в нем жидкости может повлиять на результаты испытания. Необходимо принять меры, чтобы регулирование температуры в термостате и перемешивания соответствовали инструкциям, приведенным в данном методе.

ДА.4

12 Калибровка

Термометр и пирометр, используемые во время испытаний, калибруют по известному эталону или должны быть прослежены до аттестованного средства измерения.

ДА.5

17 Прецизионность

17.1 Данные о прецизионности приведены в таблице 1. Таблица 1 основана на данных межлабораторных испытаний, проведенных на четырех материалах (две смолы с малым временем гелеобразования и две смолы с большим временем гелеобразования) в шести лабораториях. Образцы подготовлены в соответствии с приведенными в этом методе инструкциями с применением инициатора одного типа. Были выполнены оценки времени гелеобразования, времени отверждения и экзотермического пика. Каждая лаборатория получила по два результата испытаний для каждого материала.

Примечание — Приведенные значения S_r, S_R, V_r и V_R призваны только лишь для представления содержательного способа рассмотрения приблизительной точности этого метода испытаний. Данные, содержащиеся в таблице 1, не следует применять для приемки или отбраковки материалов, поскольку эти данные относятся только к смолам, на которых проводили межлабораторные испытания, при этом маловероятно, что они являются строго репрезентативными по отношению к другим партиям, рецептурам, условиям, материалам или лабораториям. Пользователям данного метода испытаний предлагается применять принципы, описанные в АСТМ Е 691, для формирования данных, касающихся непосредственно их материалов и лаборатории (или между конкретными лабораториями).

Таблица 1

Материал	X	СКО	r	R	S_r [1]	S_R [2]	I_r [3], %	I_R [4], %
Время гелеобразования, мин								
Смола 1 (малое время гелеобразования)	4,92	0,53	0,11	0,54	0,30	1,50	2,19	10,88
Смола 2 (малое время гелеобразования)	4,83	0,58	0,10	0,58	0,28	1,63	2,07	12,08
Смола 3 (большое время гелеобразования)	10,04	1,09	0,11	1,10	0,30	3,07	1,05	10,92
Смола 4 (большое время гелеобразования)	10,26	1,00	0,16	1,01	0,46	2,82	1,59	9,81
Время отверждения, мин								
Смола 1 (малое время гелеобразования)	5,93	0,44	0,07	0,44	0,21	1,24	3,51	20,98
Смола 2 (малое время гелеобразования)	5,93	0,59	0,11	0,59	0,32	1,66	5,33	27,96
Смола 3 (большое время гелеобразования)	13,93	1,35	0,13	1,35	0,37	3,79	2,69	27,21
Смола 4 (большое время гелеобразования)	14,13	1,30	0,10	1,30	0,28	3,64	2,02	25,80
Температура на экзотермической кривой, °F								
Смола 1 (малое время гелеобразования)	455,58	8,15	4,17	8,67	11,69	24,27	2,56	1,90
Смола 2 (малое время гелеобразования)	456,42	7,26	3,28	7,62	9,18	21,33	2,01	1,67
Смола 3 (большое время гелеобразования)	408,67	19,49	4,97	19,80	13,91	55,44	3,40	4,84
Смола 4 (большое время гелеобразования)	406,92	19,58	2,43	19,65	6,81	55,03	1,67	4,83

[1] S_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, которое вычисляют путем объединения внутрилабораторных стандартных отклонений результатов испытаний от всех лабораторий по формуле

$$S_r = [[(S_1)^2 + (S_2)^2 \ldots + (S_n)^2]/n]^{1/2}.$$

[2] S_R — межлабораторная воспроизводимость, выраженная в виде стандартного отклонения:

$$S_R = [S_r^2 + S_L^2]^{1/2},$$

где S_L — стандартное отклонение средних значений в лаборатории.

[3] Внутрилабораторный коэффициент вариации V_r получают, объединяя вначале внутрилабораторные стандартные отклонения

$$S_r = \{[(S_1)^2 + (S_2)^2 \ldots + (S_n)^2]/n\}^{1/2}$$

В таком случае V_r = (S_r, разделенное на общее среднеарифметическое значение) · 100, и $I_r = 2{,}8 \ V_r$.

[4] Межлабораторную воспроизводимость, выраженную в коэффициенте вариации V_R, получают, объединяя вначале внутрилабораторные стандартные отклонения

$$S_R = [S_r^2 + S_L^2]^{1/2},$$

где S_L — стандартное отклонение средних значений в лаборатории.

В таком случае V_R = (S_R, разделенное на общее среднеарифметическое значение) · 100, и $I_r = 2{,}8 \cdot V_r$.

17.2 Если предел повторяемости r и предел воспроизводимости R рассчитаны из достаточно большого массива данных и для результатов испытаний, являющихся среднеарифметическими значениями испытаний 2 образцов в каждом испытании, тогда получается, что:

17.2.1 *Повторяемость* — два результата, полученные в одной лаборатории, рассматривают как неэквивалентные, если у материала они различаются более чем на величину S_r или на процент I_r. S_r — критическое значение, представляющее собой критическую разницу между двумя результатами испытаний одного и того же материала, полученными одним оператором с использованием одного и того же оборудования в один день и в одной лаборатории.

17.2.2 *Воспроизводимость* — два результата испытаний, полученные разными лабораториями, рассматривают как неэквивалентные, если у данного материала они различаются более чем на величину S_r. S_R — интервал, представляющий собой критическую разницу между двумя результатами испытаний одного и того же материала, полученными разными операторами с использованием разного оборудования в разных лабораториях.

17.2.3 Для любой оценки в соответствии с пунктом 17.2.1 или 17.2.2 вероятность ее правильности составила бы примерно 95 %.

17.3 Отсутствуют стандарты, по которым можно оценить систематическую погрешность этого метода.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта	Структура стандарта АСТМ Д7029-09
1 Область применения (1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки (2)	2 Ссылочные документы
3 Термины и определения (3)	3 Терминология
4 Сущность метода (4)	4 Сущность метода
5 Аппаратура (7)	5 Значимость и применение*
6 Реактивы и материалы (8, 9)	6 Влияющие факторы*
7 Подготовка к проведению испытаний (11, 13)	7 Аппаратура
8 Проведение испытаний (14)	8 Реагенты и материалы
8 Обработка результатов испытаний (10, 12, 15)	8 Отбор образцов для испытаний
9 Протокол испытаний (13)	9 Меры безопасности
Приложение ДА Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ	10 Результаты испытаний
Приложение ДБ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ	11 Подготовка аппаратуры
	12 Калибровка*
	13 Кондиционирование
	14 Проведение испытаний
	15 Обработка и интерпретация результатов
	16 Протокол испытаний
	17 Точность и систематическая погрешность**
	15 Ключевые слова***

* Данный раздел исключен, т. к. носит поясняющий характер.
** Данный раздел исключен, т. к. носит справочный характер.
*** Данный раздел исключен, ключевые слова приведены в библиографических данных.

Примечание — После заголовков разделов (подразделов) настоящего стандарта в скобках приведены номера аналогичных им разделов (подразделов) международного стандарта.

УДК 678.5:006.354 ОКС 83.080

Ключевые слова: композиты полимерные, реакционная способность, ненасыщенные полиэфирные смолы, ненасыщенные винилэфирные смолы; максимальная температура отверждения

БЗ 9—2017/125

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 31.07.2017. Подписано в печать 08.08.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28. Тираж 22 экз. Зак. 1399.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru