ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57730— 2017 (ИСО 22314: 2006)

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение длины волокна в изделиях из стеклокомпозитов

(ISO 22314:2006, Plastics — Glass-fibre-reinforced products — Determination of fibre length, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Материалы и технологии будущего» 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 сентября 2017 г. № 1267-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 22314:2006 «Пластмассы. Продукты, армированные стекловолокном. Определение длины волокон» (ISO 22314:2006 «Plastics — Glass-fibre-reinforced products — Determination of fibre length», MOD) путем изменения содержания отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста.

Оригинальный текст этих структурных элементов примененного международного стандарта и объяснения причин внесения технических отклонений приведены в дополнительном приложении ДА.

Дополнительная ссылка, включенная в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и/или особенностей российской национальной стандартизации, выделена полужирным курсивом, а объяснение причин ее включения приведено в сноске.

Потребности национальной экономики Российской Федерации и/или особенности российской национальной стандартизации учтены в дополнительных пунктах 5.8, 5.9, которые выделены путем заключения их в рамки из тонких линий, а информация с объяснением причин включения этих положений приведена в указанных пунктах в виде примечания.

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

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты. Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДБ.

Измененные отдельные слова, фразы, показатели для учета особенностей российской национальной стандартизации выделены в тексте курсивом.

Внесение указанных технических отклонений направлено на учет особенностей аспекта стандартизации, характерных для Российской Федерации

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

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 метода 1
5 Оборудование 2
6 Подготовка к проведению испытаний 2
7 Проведение испытаний 2
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 3
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного международного стандарта 4
Приложение ДБ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение длины волокна в изделиях из стеклокомпозитов

Polymer composites. Determination of fibre length in the glass-fibre-reinforced products

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на полимерные композиты и устанавливает метод определения длины волокна в формовочных материалах и изделиях, изготовленных формованием.

Настоящий стандарт распространяется на полимерные композиты с термопластичной матрицей, армированной волокном, длина которого не более 1 мм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 14359—69 Пластмассы. Методы механических испытаний. Общие требования

ГОСТ 32652—2014 (ISO 1172:1996) Композиты полимерные. Препреги, премиксы и слоистые материалы. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания

ГОСТ 32794—2014 Композиты полимерные. Термины и определения

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 термины по ГОСТ 32794.

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в отделении волокна от образца стеклокомпозита и определении его длины *с использованием микроскопа и программного об*еспечения.

Издание официальное

5 Оборудование

5.1 Муфельная печь, поддерживающая температуру (625 ± 25) °С.

5.2 Чашка для кристаллизации диаметром от 80 до 110 мм.

5.3 Ультразвуковая ванна, применяемая для разделения волокон без механического воздействия.

5.4 Стереоскопический микроскоп (далее — микроскоп) с увеличением не менее 50×, оснащенный видеокамерой и приспособлением для подключения к персональному компьютеру.

5.5 *Персональный компьютер с программным обеспечением, обеспечивающим захват и анализ изображения.*

5.6 Вентилируемый сушильный шкаф, обеспечивающий температуру сушки (130 ± 5) °С.

5.7 *Предметные стекла для микроскопа.*

5.8 Дистиллированная вода.

5.9 Поверхностно-активные вещества (ПАВ).

Примечание — Включение указанных дополнительных пунктов обусловлено необходимостью их применения при проведении испытаний.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Калибруют микроскоп, как описано в эксплуатационной документации.

6.2 От пробы отбирают три образца, которые содержат не менее ста волокон каждый.

Масса образца зависит от массовой доли волокна и условий испытаний, в частности от диаметра чашки для кристаллизации.

Пример — Для полиамида, армированного стекловолокном, массовая доля которого составляет 30 %, при использовании чашки для кристаллизации диаметром 90 мм требуется приблизительно 0,006 г материала.

6.3 Сжигают образец по ГОСТ 32652 в течение 1 ч 30 мин.

6.4 Предварительно обезжиренное предметное стекло помещают в чашку для кристаллизации, наливают дистиллированную воду (содержащую *от 1 % до 10 %* ПАВ) до покрытия предметного стекла и добавляют образец после сжигания.

Примечание — Количество воды ограничено во избежание образования конвекционных потоков при последующем испарении, что может привести к разделению волокон по массе и, следовательно, по размеру.

6.5 Чашку для кристаллизации с образцом после сжигания помещают на дно ультразвуковой ванны. Ванну наполняют водой таким образом, чтобы вода не переливалась через край чашки для кристаллизации, и в течение 30—60 с разделяют волокна при частоте ультразвука от 20 до 50 кГц.

6.6 После разделения волокон помещают чашку для кристаллизации с образцом после сжигания в сушильный шкаф, нагретый до (130 ± 5) °С, и сушат не менее 1 ч, после чего остужают до температуры окружающего воздуха.

Примечание — Если нагрев вызывает слипание волокон, то операции по настоящему подразделу пропускают.

6.7 Извлекают предметное стекло с волокнами из чашки для кристаллизации и помещают под объектив микроскопа.

Примечание — См. ДА.1 (приложение ДА).

7 Проведение испытаний

7.1 Настраивают общее увеличение системы (оптики и проецирования) так, чтобы на экране умещалось *от 40 до 50* волокон в полную длину.

7.2 Измеряют вручную длину всех волокон на экране, щелкая мышью по началу и концу каждого волокна. Таким способом измеряют длину волокон для каждого образца, чтобы общее количество измерений составляло (300 ± 60).

8 Обработка результатов

8.1 Среднюю длину волокна L_n, мкм, вычисляют по формуле

$$L_n = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} L_i}{n}, \quad (1)$$

где L_i — длина i-й нити волокна, мкм;

n — количество измеренных волокон.

8.2 Стандартное отклонение длины волокна σ вычисляют по ***ГОСТ 14359—69 (подраздел 4.4)****.

8.3 Строят гистограмму распределения количества волокон определенной длины для отдельных интервалов во всем диапазоне значений (например, 50 интервалов шириной 40 мкм каждый в диапазоне значений от 0 до 2000 мкм).

8.4 Средневзвешенное значение длины волокна L_p, мкм, вычисляют по формуле

$$L_p = \frac{\sum_i n_i L_i^2}{\sum_i n_i L_i}, \quad (2)$$

где n_i — количество волокон длиной L_i.

8.5 Вычисляют отношение L_p к L_n.

9 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, содержащего:

- ссылку на настоящий стандарт;
- информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- массу отобранных образцов, диаметр чашки для кристаллизации и количество добавленной воды;
- увеличение;
- максимальное и минимальное значения длины;
- *среднюю длину волокна;*
- *стандартное отклонение длины волокна;*
- *гистограммы;*
- *средневзвешенное значение длины;*
- *отношение L_p к L_n;*
- дату проведения испытаний.

* Применение ссылки в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 4.8.3).

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного международного стандарта

ДА.1

6.1 Подготовка образца

От испытуемого образца отбирают пробу, достаточную для получения такой концентрации волокон, чтобы каждое изображение на экране содержало приблизительно сотню волокон. Данное количество зависит от содержания волокон в материале и условий испытаний, в частности от диаметра чашки для кристаллизации (количество воды в чашке не оказывает влияния на концентрацию волокон, осаждающихся на предметном стекле из-за их осаждения в горизонтальной плоскости).

Пример — Для полиамида, армированного 30 %-ного стекловолокна, при использовании 90 мм чашки для кристаллизации требуется приблизительно 0,006 г материала.

Примечание — Предполагается, что длина волокон менее 1 мм.

Материал прокаливают при 625 °С в соответствии с ИСО 1172 в течение 1 ч 30 мин и оставляют до остывания.

Примечание — Полученная зола состоит главным образом из стекловолокна и, возможно, минеральных наполнителей. Волокна очень хрупкие, и обращаться с ними следует с крайней осторожностью, чтобы не поломать их и не сделать результат испытания недействительным.

Предварительно обезжиренное предметное стекло помещают в чашку для кристаллизации (5.2), наливают определенное количество дистиллированной воды (содержащей небольшое количество ПАВ), достаточное только для покрытия стекла. Количество воды ограничено во избежание образования конвекционных потоков при последующем испарении, что может привести к разделению волокон по массе и, следовательно, по размеру.

Золу заливают в чашку для кристаллизации, подготовленную, как описано выше (или переносят достаточное количество золы на кончике шпателя).

Чашку для кристаллизации с золой помещают в ультразвуковую ванну для разделения волокон без механического воздействия. Время, необходимое для этого, составляет от нескольких секунд до 1 мин.

Затем чашку для кристаллизации помещают в сушильный шкаф (5.6), нагретый до 130 °С, и оставляют там примерно на 1 ч для упаривания воды. Затем чашку охлаждают. Данную операцию можно пропустить, если нагрев вызывает слипание волокон.

Чашку для кристаллизации ставят рядом с микроскопом или стереоскопическим микроскопом (5.4). Предметное стекло, покрытое волокнами, извлекают и помещают под объектив микроскопа. При необходимости удаляют все волокна на нижней стороне стекла.

6.2 Калибровка

Система калибруется по эталону. Подходят 1—1,5 мм микрометрические слайды.

Калибровку проводят путем измерения длины эталона от конца до конца, точно так же, как при измерении длины волокон, и сравнения результатов с базовой длиной. Рекомендуемый допуск составляет 0,01 мм.

Микроскоп следует калибровать с установленным интервалом.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 7.9.7).

Приложение ДБ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДБ.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 32794—2014	NEQ	ISO 472 «Пластмассы. Словарь»
ГОСТ 32652—2014 (ISO 1172:1996)	MOD	ISO 1172 «Стеклопластики текстильные. Препреги, формовочные массы и слоистые материалы. Определение содержания текстильного стекловолокна и минерального наполнителя. Методы прокаливания»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 691.175:006.5/.8 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, определение длины волокна, изделия из стеклокомпозитов

БЗ 9—2017/259

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

Сдано в набор 02.09.2017. Подписано в печать 12.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28. Тираж 21 экз. Зак. 1948.
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