ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57925— 2017 (ИСО 14703:2008)

КОМПОЗИТЫ КЕРАМИЧЕСКИЕ

Подготовка образцов к определению гранулометрического состава керамического порошка

**(ISO 14703:2008,
Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Sample preparation for the determination of particle size distribution of ceramic powders,
MOD)**

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ») 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 8 ноября 2017 г. № 1689-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ИСО 14703:2008 «Тонкая керамика (высококачественная керамика, высококачественная техническая керамика). Подготовка образцов для определения гранулометрического состава керамических порошков» (ISO 14703:2008 «Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Sample preparation for the determination of particle size distribution of ceramic powders», MOD) путем изменения его структуры для приведения в соответствие с правилами, установленными в ГОСТ 1.5—2001 (подразделы 4.2 и 4.3).

Дополнительная нормативная ссылка, включенная в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и/или особенностей российской национальной стандартизации, выделена курсивом.

Исключенная форма протокола подготовки образца, которая является рекомендательной, приведена в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ.

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

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

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 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 Отбор проб . . . 2
5 Дисперсионные среды . . . 2
6 Деагломерация пробы . . . 4
7 Суспендирование и диспергирование пробы . . . 4
8 Обработка суспензии . . . 4
9 Протокол подготовки образца . . . 4
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта . . . 5
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта . . . 6
Приложение ДВ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ КЕРАМИЧЕСКИЕ

Подготовка образцов к определению гранулометрического состава керамического порошка

Ceramic composites. Sample preparation for the determination of particle size distribution of ceramic powders

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общий метод подготовки образцов к определению гранулометрического состава керамического мелкодисперсного порошка. Определяемое распределение микрочастиц по размерам зависит от способа подготовки образца.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.887—2016 Государственная система обеспечения единства измерений. Потенциал электрокинетический (дзета-потенциал) частиц в коллоидных системах. Оптические методы измерения

ГОСТ 23148—98 (ИСО 3954—77) Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб

ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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 следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **микрочастицы:** Частицы, размер которых несколько микрометров и меньше.

3.2 **подготовка образца:** Процесс получения образца из пробы, включающий ее деагломерацию, диспергирование и обработку суспензии.

3.3 **проба:** Представительная часть материала, отобранная из большего количества.

Издание официальное

3.4 **образец:** Часть суспензии, полученной из пробы, используемая для испытания.

3.5 **дисперсионная среда:** Жидкость, в которой пробу суспендируют и диспергируют.

3.6 **Na-ГМФ:** Гексаметафосфат натрия.

4 Отбор проб

Метод отбора проб должен отвечать требованиям, установленным в ГОСТ 23148.

5 Дисперсионные среды

5.1 Типы дисперсионных сред

5.1.1 Водный раствор Na-ГМФ с массовой концентрацией 0,01—0,1 % используют для нерастворимых или считающихся нерастворимыми проб. Дисперсионная среда должна использоваться в течение двух суток с момента приготовления. Вода должна отвечать требованиям ГОСТ Р 52501.

5.1.2 Этанол квалификацией по чистоте «ч. д. а.» или с более высокой квалификацией используют для образцов, растворимых в воде или реагирующих с ней.

5.1.3 Другие дисперсионные среды, например растворы полимеров, можно использовать, если в водном растворе Na-ГМФ или этаноле требуемая дисперсность пробы не достигается. При этом следует соблюдать следующие условия:

- дисперсионная среда не должна содержать твердых частиц;
- дисперсионная среда должна смачивать материал пробы;
- дисперсионная среда не должна вызывать растворение, набухание, усадку или коагуляцию частиц пробы;
- дисперсионная среда не должна вспениваться при ультразвуковом перемешивании;
- для дисперсионной среды следует использовать реактивы с квалификацией не ниже ч. д. а.;
- для методов седиментации дисперсионная среда и материал пробы должны иметь различающиеся плотности;
- для метода лазерной дифракции дисперсионная среда и материал пробы должны иметь различающиеся коэффициенты преломления.

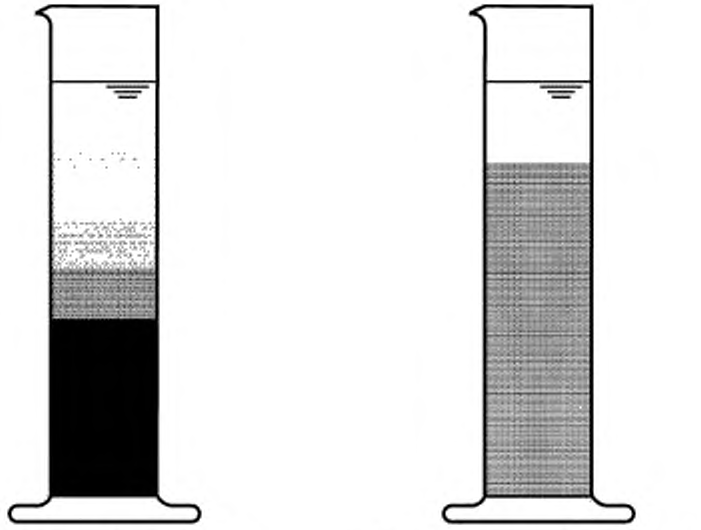
5.2 Оценка дисперсного состояния пробы в дисперсионной среде

Для выбора дисперсионной среды и концентрации суспензии проводят оценку дисперсного состояния пробы (удовлетворительное или неудовлетворительное) одним или несколькими способами:

- по измерению дзета-потенциала: предпочтительно наибольшее абсолютное значение дзета-потенциала, более 60 мВ;

Примечание — Метод измерения дзета-потенциала должен соответствовать методам, указанным в *ГОСТ 8.887*.

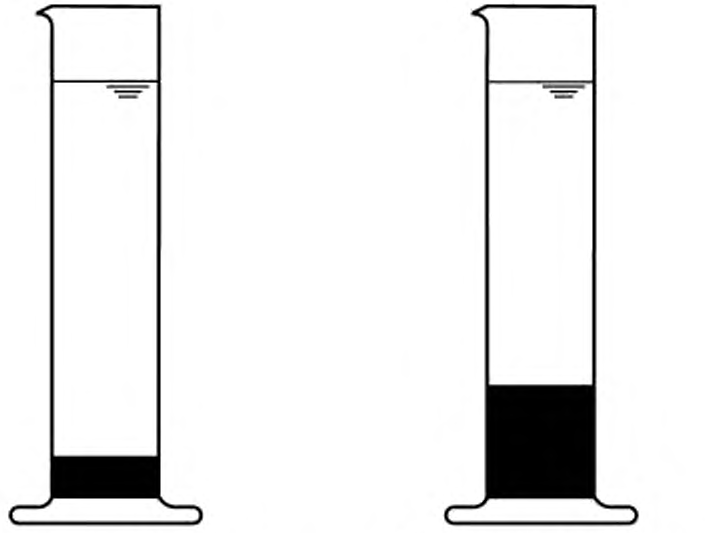
- по наблюдению за процессом седиментации: не допускается наличия четкой границы между надосадочной жидкостью и осаждающейся суспензией (см. рисунок 1);
- по виду осадка: осадок должен быть максимально плотным (см. рисунок 2);
- по форме кривой распределения частиц по размерам: нормальное распределение частиц по размерам может быть получено из хорошо диспергированных частиц;



a) удовлетворительное дисперсное состояние

b) неудовлетворительное дисперсное состояние

Рисунок 1 — Оценка дисперсного состояния пробы по процессу седиментации



a) удовлетворительное дисперсное состояние

b) неудовлетворительное дисперсное состояние

Рисунок 2 — Оценка дисперсного состояния пробы по осадку

6 Деагломерация пробы

Для улучшения воспроизводимости результатов анализа пробу измельчают в сухой ступе, растирая материал пестиком по внутренним стенкам ступы до тех пор, пока большая часть пробы не будет находиться на стенках, после чего материал счищают шпателем со стенок и собирают на дне ступы. Операцию повторяют пять раз.

Примечания

1 Если известно, что образец состоит из отдельных первичных частиц, измельчение не требуется.

2 Измельчение не требуется, если необходимо определить размеры частиц пробы в исходном состоянии.

7 Суспендирование и диспергирование пробы

7.1 Пробу после деагломерации суспендируют в дисперсионной среде при заданной концентрации. Концентрация полученной суспензии должна быть выше, чем требуется для проведения испытания. Вместимость мерного стакана и количество суспензии могут оказывать влияние на дисперсное состояние, поэтому их регистрируют в протоколе подготовки пробы.

7.2 Ультразвуковое диспергирование пробы проводят в ультразвуковой ванне или с помощью ультразвукового гомогенизатора. Выходная мощность, размер и позиция наконечника гомогенизатора могут оказывать влияние на условия диспергирования, поэтому их регистрируют в протоколе подготовки пробы.

Примечание — При загрязнении суспензии посторонними магнитными частицами их можно удалить перемешиванием магнитной мешалкой.

Если ультразвуковое диспергирование приводит к повышению температуры суспензии больше чем на несколько градусов Цельсия, суспензию принудительно охлаждают.

7.3 Суспензию пробы диспергируют до постоянного размера частиц. Если размер частиц продолжает уменьшаться, диспергирование можно остановить в определенный момент времени. Продолжительность диспергирования регистрируют в протоколе подготовки пробы.

Примечание — Ультразвуковое диспергирование не требуется, если необходимо определить размеры частиц образца в исходном состоянии.

8 Обработка суспензии

8.1 После ультразвукового диспергирования непосредственно перед анализом необходимо разбавить суспензию с помощью аналогичной дисперсионной среды до достижения требуемой концентрации.

8.2 Суспензию необходимо постоянно перемешивать с помощью ультразвука для предотвращения осаждения крупных частиц и повторной агломерации. Если происходит повторная агломерация, то следует повторить подготовку образца и при необходимости изменить концентрацию или тип диспергента.

8.3 Непосредственно перед отбором пробы суспензию необходимо хорошо перемешать в ультразвуковой ванне для предотвращения сегрегации.

9 Протокол подготовки образца

Условия подготовки образца заносят в протокол, который должен содержать:

- фамилию, имя, отчество оператора;
- дату проведения испытаний;
- характеристики пробы (маркировка, состояние — порошок/шлам, коэффициент преломления, плотность, масса);
- характеристики дисперсионной среды (состав, концентрация, вязкость, плотность, коэффициент преломления);
- концентрацию суспензии;
- способы деагломерации и диспергирования (используемые методы и приборы, продолжительность диспергирования);
- время, прошедшее с момента диспергирования до измерения;
- температуру суспензии;
- коэффициент разбавления суспензии для измерения.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта

ДА.1

Таблица 1 — Порядок подготовки образцов

<table>
<tr><td colspan="2">Дата</td><td colspan="2">Лаборант</td><td colspan="2"></td></tr>
<tr><td colspan="2">Название образца</td><td colspan="2" rowspan="2">Свойства частиц</td><td colspan="2">Плотность г/см^3</td></tr>
<tr><td>Состояние образца</td><td>Порошок
Шлам</td><td colspan="2">Коэффициент преломления</td></tr>
<tr><td>История образца</td><td colspan="5"></td></tr>
<tr><td rowspan="5">Дисперсионная среда</td><td colspan="3">Раствор Na-ГМФ в дистиллированной воде (0,01—0,1 % масс.)</td><td>Дистиллированная вода</td><td>Изготовитель
Продукты
Прочее</td></tr>
<tr><td colspan="4">Прочее % масс., % об, дистиллир.
Водный раствор</td><td></td></tr>
<tr><td colspan="5">Этанол</td></tr>
<tr><td colspan="5">Прочее</td></tr>
<tr><td>Вязкость мПа · с</td><td colspan="2">Плотность г/см;</td><td colspan="2">Коэффициент преломления</td></tr>
<tr><td>Концентрация суспензии</td><td colspan="5">Массовая концентрация г/мл (образец г/мл дисперсионная среда)</td></tr>
<tr><td rowspan="8">Метод диспергирования</td><td colspan="3">Измельчение в ступе</td><td colspan="2">Измельчительное устройство</td></tr>
<tr><td colspan="3">Материал ступы</td><td colspan="2">Ультразвуковая ванна
Ультразвуковой гомогенизатор</td></tr>
<tr><td colspan="3">Диаметр ступы мм</td><td colspan="2">Модель Вт Гц</td></tr>
<tr><td colspan="3">Количество образца г</td><td colspan="2">Материал наконечника</td></tr>
<tr><td colspan="3">Количество операций деагломерации раз</td><td colspan="2">Диаметр наконечника мм</td></tr>
<tr><td colspan="3">Используемый стакан</td><td colspan="2">Позиция головки наконечника ниже уровня суспендирования мм</td></tr>
<tr><td colspan="3">Вместимость мл</td><td colspan="2" rowspan="2">Продолжительность ультразвукового диспергирования мин</td></tr>
<tr><td colspan="3">Объем суспензии мл</td></tr>
<tr><td colspan="4">Время от завершения подготовки суспензии до начала измерения мин</td><td colspan="2">Температура суспензии °С</td></tr>
<tr><td colspan="4">Коэффициент разбавления суспензии для измерений раз</td><td colspan="2"></td></tr>
</table>

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта			Структура стандарта ISO 14703:2008		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
6	—	—	6	6.1—6.5	—
7	7.1	—	7	7.1	—
	7.2	—		7.2	7.2.1
	7.3	—			7.2.2
8	8.1—8.3	—	8	8.1—8.3	—
Приложение		ДА	Приложение		—
		ДБ			—
		ДВ			—

Приведенное в таблице ДБ.1 сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта обусловлено приведением в соответствие с требованиями, установленными ГОСТ 1.5.

Приложение ДВ
(справочное)

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

Таблица ДВ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного, национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 23148—98 (ИСО 3954—77)	NEQ	ISO 8213:1986 «Продукты химические технические. Методика отбора образцов. Твердые химические продукты в виде частиц (от порошков до крупных кусков)»
ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987)	NEQ	ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 666.3.017:006.354 ОКС 81.060.30

Ключевые слова: керамические композиты, распределение частиц по размерам, седиментация, метод лазерной дифракции, гранулометрический состав

БЗ 12—2017/8

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.11.2017. Подписано в печать 21.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 22 экз. Зак. 2354.
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