ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58014— 2017

ВОЛОКНО КРЕМНЕЗЕМНОЕ

Методы определения массовой доли замасливателя и аминосодержащего аппрета

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «НПО Стеклопластик» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 063 «Стеклопластики, стекловолокна и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 декабря 2017 г. № 1882-ст

4 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 2
4 Сущность методов испытаний 2
5 Требования к условиям проведения испытаний 2
6 Аппаратура и реактивы 2
7 Подготовка к испытаниям 3
8 Проведение испытаний 4
9 Обработка результатов 4
10 Показатели точности определений 5
11 Протокол испытаний 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЛОКНО КРЕМНЕЗЕМНОЕ

Методы определения массовой доли замасливателя и аминосодержащего аппрета

Silica fibre. Methods for determination of mass fraction of sizing agent and amine-containing coupling agent

Дата введения — 2018—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кремнеземное волокно, материалы и изделия на его основе и устанавливает методы определения массовой доли замасливателя и аминосодержащего аппрета, характеризующегося массовой долей азота в аминосодержащем аппрете на поверхности кремнеземных материалов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов точности E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. 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 **волокна кремнеземные и материалы на их основе:** Высокотемпературоустойчивые стекловолокнистые материалы, содержащие в своем окончательном составе в качестве основного компонента оксид кремния или оксид кремния с добавками других тугоплавких оксидов.

3.2 **замасливатели:** Водные эмульсии органических веществ, наносимые на поверхность стекловолокон с целью улучшения условий выработки, для защиты стекловолокон от истирания при текстильной переработке, придания им антифрикционных свойств и обеспечения адгезии между стекловолокном и полимером в композитах.

3.3 **аминосодержащие аппреты:** Кремнийорганические соединения с аминогруппами, наносимые на поверхность кремнеземных волокон с целью улучшения адгезии между поверхностью волокон и полимерами в композитах.

4 Сущность методов испытаний

4.1 Массовую долю замасливателя определяют гравиметрическим методом с предварительной экстракцией замасливателя с поверхности кремнеземных материалов растворителем.

4.2 Массовую долю азота определяют разложением аминосодержащего аппрета серной кислотой. Выделяющийся после подщелачивания аммиак поглощают раствором борной кислоты и титруют образовавшийся борнокислый аммоний кислотой известной нормальности.

5 Требования к условиям проведения испытаний

При проведении испытаний необходимо соблюдать следующие условия микроклимата в помещениях лаборатории:

- температура — (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха — от 30 % до 80 %.

6 Аппаратура и реактивы

6.1 Аппаратура и реактивы при определении массовой доли замасливателя

Весы лабораторные аналитические, II класса по ГОСТ Р 53228.

Гири Г-2 — 210 по ГОСТ OIML R 111-1.

Гири, класса F_1 по ГОСТ OIML R 111-1.
Цилиндры 1-100 по ГОСТ 1770.
Холодильник ХШ 1-200-19/26 ХС по ГОСТ 25336.
Колба К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.
Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.
Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.
Чашка платиновая №115-4 по ГОСТ 6563.
Баня водяная.
Лампа инфракрасного излучения мощностью 500 Вт.
Шкаф сушильный лабораторный ШС-80-01 СПУ по технической документации.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Фильтры бумажные «красная лента» по ГОСТ 12026.
Ацетон по ГОСТ 2603.
Кальций хлористый обезвоженный гранулированный, ч. по ГОСТ 450.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

6.2 Аппаратура и реактивы при определении массовой доли азота

Весы лабораторные аналитические II или III класса точности по ГОСТ Р 53228.
Гири класса F_1 по ГОСТ OIML R 111-1.
Аппарат Къельдаля по технической документации, состоящий из:
- колбы Къельдаля (с поплавком) 2-250-29/32 по ГОСТ 25336;
- холодильника ХПТ 1-300-14/23 по ГОСТ 25336;
- колбы круглодонной (с удлиненным горлом) К-1-29/32 по ГОСТ 25336;
- колбы-приемника конической Кн 1-250(300)-34 29/32 ТСХ по ГОСТ 25336;
- аллонжа;
- насадки Къельдаля (каплеуловителя).

Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
Пипетка градуированная 2-2-50 по ГОСТ 29227.
Бюретка I-1-1-10-0,02 по ГОСТ 29251.
Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1-25, 1-100 по ГОСТ 1770.
Кружка фарфоровая 3 по ГОСТ 9147.
Электроплитка по ГОСТ 14919.
Кислота серная концентрированная по ГОСТ 4204.
Медь сернокислая по ГОСТ 4165.
Калий сернокислый по ГОСТ 4145.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрацией 40 %; готовят по ГОСТ 4517.
Кислота борная, насыщенный раствор по ГОСТ 9656.
Спирт этиловый по ГОСТ Р 55878.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Метиловый красный индикатор концентрацией 0,2 % в этаноле; готовят по ГОСТ 4919.1.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, приготовление 0,1 н. раствора по ГОСТ 25794.1.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.

7 Подготовка к испытаниям

7.1 Порядок отбора проб от партии — в соответствии с технической документацией на продукцию.

7.2 Отобранную для испытаний пробу сокращают до аналитической пробы, необходимой для проведения испытания.

Для тканей используют кусочки площадью от 2 до 3 $см^2$, для нитей и ровинга — отрезки длиной от 3 до 5 см.

Масса аналитической пробы:
- для определения содержания замасливателя — навески массой от 7 до 10 г;
- для определения аминосодержащего аппрета, характеризующегося массовой долей азота в нем — навески массой от 4 до 5 г.

8 Проведение испытаний

8.1 Проведение испытания определения массовой доли замасливателя

Отобранную по 7.2 пробу помещают в круглодонную колбу. К содержимому колбы приливают от 70 до 100 см^3 ацетона. Экстракцию замасливателя проводят на водяной бане с обратным холодильником в течение (3 ± 0,5) ч.

По окончании экстракции холодильник промывают ацетоном, затем фильтруют растворитель через бумажный фильтр в платиновую чашку, предварительно взвешенную с погрешностью не более ± 0,0002 г.

Пробу в колбе дважды промывают (10 ± 1) см^3 ацетона, перенося растворитель через фильтр в платиновую чашку.

Чашку помещают под инфракрасную лампу и выпаривают растворитель примерно до 0,5 см^3. Затем чашку переносят в сушильный шкаф и сушат при температуре от 70 °С до 75 °С до постоянной массы. Масса считается постоянной, если разность между результатами двух последних взвешиваний не превышает 0,001 г.

8.2 Проведение испытания определения аминосодержащего аппрета, характеризующегося массовой долей азота в нем

Пробу, отобранную по 7.2, помещают в колбу Къельдаля, добавляют 0,3 г сернокислой меди, 2 г сернокислого натрия, 12 см^3 концентрированной серной кислоты, содержимое колбы размешивают взбалтыванием. Колбу помещают на электрическую плитку и разлагают аминосодержащий аппрет, нагревая содержимое не менее 1,5 ч до исчезновения черной окраски, раствор должен приобрести голубоватый оттенок. После охлаждения раствор переносят в круглодонную колбу декантацией. Затем оставшуюся пробу в колбе Къельдаля несколько раз промывают 25—30 см^3 дистиллированной воды, омывая при этом поплавок. Промывные воды количественно собирают в круглодонную колбу вместимостью 500 см^3. Промывные воды должны быть объемом примерно 150 см^3. В круглодонную колбу с промывными водами через воронку медленно приливают 60 см^3 40 %-ного раствора едкого натра. В колбу-приемник предварительно наливают 10 см^3 насыщенного раствора борной кислоты и добавляют 3 капли индикатора метилового красного. Круглодонную колбу помещают на плитку и доводят до кипения. Перегонку ведут еще 10 мин после того, как пожелтеет раствор борной кислоты. Колбу-приемник на время перегонки помещают в холодную воду. По окончании перегонки колбу-приемник отсоединяют, промывают аллонж дистиллированной водой, присоединяя промывные воды к раствору в колбе-приемнике. После охлаждения содержимое колбы титруют из бюретки 0,05 н. раствором соляной кислоты до перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

Параллельно проводят холостой опыт перегонки с 150 см^3 дистиллированной воды, 60 см^3 40 %-ного раствора едкого натра и 10 см^3 насыщенного раствора борной кислоты.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю замасливателя X, %, вычисляют по формуле

$$X = (m - m_0)100/M, \quad (1)$$

где m — масса чашки с остатком после удаления растворителя, г;

m_0 — масса пустой чашки, г;

M — масса навески материала, г.

9.2 Массовую долю азота N, %, вычисляют по формуле

$$N = (V - V_1)\,0{,}0007 \cdot 100/G, \quad (2)$$

где V — объем 0,05 н. раствора HCl, израсходованный на титрование рабочего раствора, см^3;

V_1 — объем 0,05 н. раствора HCl, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3;

0,0007 — масса азота, соответствующая 1 см^3 0,05 н. раствора соляной кислоты,

G — масса навески материала, г.

10 Показатели точности определений

10.1 За результат определения массовых долей замасливателя и азота принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Расхождения между параллельными определениями не должны быть более 0,05 % при определении массовой доли замасливателя и 0,002 % — при определении массовой доли азота.

10.2 Вычисления по каждой параллельной пробе проводят до третьего знака после запятой, среднее значение округляют до второго знака.

10.3 Навески материала взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более ±0,0002 г.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- наименование изготовителя и его товарный знак;
- ссылку на настоящий стандарт;
- все детали, необходимые для идентификации испытанного продукта из кремнеземного волокна;
- дату и место проведения испытаний;
- количество проб для испытаний;
- результаты определения массовой доли замасливателя и массовой доли азота, полученные как среднеарифметическое значение двух параллельных результатов;
- любые технологические детали, не оговоренные в настоящем стандарте, и любые обстоятельства, способные повлиять на полученные результаты;
- фамилию и инициалы лица, проводившего испытания.

УДК 677.521.06:006.354 ОКС 59.100.10

Ключевые слова: кремнеземное волокно, методы определения массовой доли, замасливатель, аминосодержащий аппрет

БЗ 1—2018/34

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 07.12.2017. Подписано в печать 29.12.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 21 экз. Зак. 2645.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru