ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПНСТ 251— 2017

Наноматериалы

МАТЕРИАЛ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫЙ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНА

Технические требования и методы испытаний

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью Экспертной организацией «Инженерная безопасность» (ООО ЭО «Инженерная безопасность»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2017 г. № 62-пнст

4 Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии не несет ответственности за патентную чистоту настоящего стандарта. Патентообладатель может заявить о своих правах и направить в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии аргументированное предложение о внесении в настоящий стандарт поправки для указания информации о наличии в стандарте объектов патентного права и патентообладателе

Правила применения настоящего стандарта и проведения его мониторинга установлены в ГОСТ Р 1.16—2011 (разделы 5 и 6).

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии собирает сведения о практическом применении настоящего стандарта. Данные сведения, а также замечания и предложения по содержанию стандарта можно направить не позднее чем за 4 мес до истечения срока его действия разработчику настоящего стандарта по адресу: 109377 Москва, Рязанский проспект, д. 32, корп. 3, офис 202 и в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: 109074 Москва, Китайгородский проезд, д. 7, стр. 1.

*В случае отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты» и также будет размещена на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

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

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Наноматериалы

МАТЕРИАЛ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫЙ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНА

Технические требования и методы испытаний

Nanomaterials. Nanocomposite material based on polyethylene. Technical requirements and test methods

Срок действия — с 2018—09—01
до 2021—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нанокомпозиционный материал, представляющий собой композицию из полиэтилена высокой плотности с наноструктурированным наполнителем и модифицирующими добавками (далее — нанокомпозит ПЭ), и устанавливает технические требования и методы испытаний.

Нанокомпозит ПЭ применяют для изготовления внешнего антикоррозионного защитного слоя стальных магистральных трубопроводов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 618 Фольга алюминиевая для технических целей. Технические условия

ГОСТ 4650—80 Пластмассы. Методы определения водопоглощения

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7730 Пленка целлюлозная. Технические условия

ГОСТ 11262 Пластмассы. Метод испытания на растяжение

ГОСТ 11645 Пластмассы. Метод определения показателя текучести расплава термопластов

ГОСТ 12019 Пластмассы. Изготовление образцов для испытания из термопластов. Общие требования

ГОСТ 13518 Пластмассы. Метод определения стойкости полиэтилена к растрескиванию под напряжением

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 15088 Пластмассы. Метод определения температуры размягчения термопластов по Вика

ГОСТ 15139 Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы)

ГОСТ 16782 Пластмассы. Метод определения температуры хрупкости при ударе

ГОСТ 17811 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 21553 Пластмассы. Методы определения температуры плавления

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 26311 Полиолефины. Метод определения сажи

ГОСТ 26359 Полиэтилен. Метод определения летучих веществ

ГОСТ 32522 Мешки тканые полипропиленовые. Общие технические условия

ГОСТ ISO/TS 80004-4 Нанотехнологии. Часть 4. Материалы наноструктурированные. Термины и определения

Издание официальное

ГОСТ Р 50499 Материалы электроизоляционные твердые. Методы определения удельного объемного и поверхностного сопротивления

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

ГОСТ Р 56756 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 6. Определение времени окислительной индукции (изотермическое ВОИ) и температуры окислительной индукции (динамическая ТОИ)

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 принять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ISO/TS 80004-4.

4 Технические требования

4.1 Нанокомпозит ПЭ должен соответствовать требованиям настоящего стандарта, нормативных и технических документов на конкретные марки нанокомпозита ПЭ.

4.2 Нанокомпозит ПЭ выпускают в виде гранул черного цвета. Наличие пор и посторонних примесей не допускается.

4.3 Гранулы нанокомпозита ПЭ должны быть одинаковой геометрической формы и их размер в любом направлении должен быть 2—6 мм. Допускаются гранулы с отклонением геометрической формы размером менее 2 мм и более 6 мм, массовая доля которых должна быть не более 3 %.

4.4 Нормы показателей качества нанокомпозита ПЭ должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Показатель текучести расплава, г/10 мин	0,2—0,8	По ГОСТ 11645 и 5.4 настоящего стандарта
Разброс показателя текучести расплава в пределах партии, %, не более	± 10	По 5.5 настоящего стандарта
Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,05	По ГОСТ 26359 и 5.6 настоящего стандарта
Плотность, г/см^3	0,935—0,965	По ГОСТ 15139 и 5.7 настоящего стандарта
Содержание сажи, %, не менее	2	По ГОСТ 26311 и 5.8 настоящего стандарта
Предел текучести при растяжении, МПа, не менее	18	По ГОСТ 11262 и 5.9 настоящего стандарта
Прочность при разрыве, МПа, не менее	24	По ГОСТ 11262 и 5.9 настоящего стандарта
Прочность при растяжении, МПа, не менее	24	По ГОСТ 11262 и 5.9 настоящего стандарта

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	600	По ГОСТ 11262 и 5.10 настоящего стандарта
Относительное удлинение при разрыве при температуре минус (45 ± 3) °С, %, не менее	100	По ГОСТ 11262 и 5.10 настоящего стандарта
Относительное удлинение при разрыве после выдержки на воздухе в течение 100 суток при температуре 110 и 120 °С, %, не менее	400	По ГОСТ 11262 и 5.10 настоящего стандарта
Водопоглощение через 24 ч выдержки в воде при температуре (23 ± 5) °С, %, не более	0,06	По ГОСТ 4650 и 5.11 настоящего стандарта
Водопоглощение через 1000 ч выдержки в воде при температуре 80 °С, %, не более	1	По ГОСТ 4650 и 5.11 настоящего стандарта
Время окислительной индукции при температуре 200 °С и потоке кислорода скоростью 100 мл/мин, мин, не менее	90	По ГОСТ Р 56756 и 5.12 настоящего стандарта
Изменение времени окислительной индукции при температуре 200 °С и потоке кислорода скоростью 100 мл/мин после 30 суток выдержки в воде при температуре (95 ± 5) °С, %, не более	50	По 5.13 настоящего стандарта
Изменение времени окислительной индукции при температуре 200 °С и потоке кислорода скоростью 100 мл/мин после 500 ч старения на воздухе при температуре 120 °С, %, не более	50	По 5.13 настоящего стандарта
Температура плавления, °С	120—140	По ГОСТ 21553 и 5.14 настоящего стандарта
Температура размягчения по Вика, °С, не ниже	110	По ГОСТ 15088 и 5.15 настоящего стандарта
Температура хрупкости, °С, не выше	–70	По ГОСТ 16782
Стойкость к растрескиванию под напряжением при температуре (50 ± 3) °С, ч, не менее	5000	По ГОСТ 13518 и 5.17 настоящего стандарта
Удельное объемное сопротивление, Ом × см, не менее	1×10^{14}	ГОСТ Р 50499 и 5.18 настоящего стандарта

4.5 Дополнительные требования и показатели, не предусмотренные настоящим стандартом, указывают в нормативном документе на конкретную марку нанокомпозита ПЭ.

4.6 Нанокомпозит ПЭ упаковывают в мягкие специализированные контейнеры для сыпучих продуктов, тканые полипропиленовые мешки по ГОСТ 32522 с внутренним полиэтиленовым вкладышем, без полиэтиленового вкладыша, ламинированные мешки или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811. Применяют также мешки, размеры и форма которых определяются возможностями специальной упаковочной установки, соответствующие по механической прочности требованиям вышеуказанных стандартов.

Масса нанокомпозита ПЭ в мешке должна быть (20,0 ± 0,2) или (25,0 ± 0,2) кг, в контейнере — (500 ± 2) или (1000 ± 3) кг.

По согласованию с потребителем допускается использование других видов упаковки, обеспечивающих количественную и качественную сохранность нанокомпозита ПЭ.

4.7 Транспортная маркировка — в соответствии с требованиями ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: «Беречь от влаги», «Беречь от солнечных лучей», «Беречь от нагрева».

На каждую единицу упаковки (мешок, мягкий контейнер или паллету с мешками) наклеивают этикетку с указанием следующих сведений:

- наименование продукции и марка;
- наименование и адрес организации-изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто, брутто, кг;
- обозначение настоящего стандарта;
- условия хранения, транспортирования.

Информацию на этикетку наносят типографским или иным способом, обеспечивающим четкое прочтение на протяжении всего срока хранения. Текст маркировки должен быть на русском языке.

5 Методы испытаний

5.1 Отбор и подготовка проб, образцов

5.1.1 Для проведения испытаний точечные пробы отбирают совком из мешков, щупом из контейнеров.

Допускается отбирать точечные пробы гранул нанокомпозита ПЭ с узла развешивания во время загрузки.

Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную и перемешивают на чистом поддоне 5 мин. Масса объединенной пробы должна соответствовать требованиям, установленным в технической документацией на нанокомпозит ПЭ конкретной марки или стандартах на конкретный метод испытания.

5.1.2 Образцы для определения плотности, стойкости к растрескиванию, электрических и механических показателей, температуры хрупкости вырубают из пластин, изготовленных прессованием. Объединенную пробу нанокомпозита ПЭ, отобранную в соответствии с 5.1.1, прессуют в открытой пресс-форме типа ограничительной рамки с расстоянием от края рамки до гнезда, а также между гнездами (45 ± 10) мм с необходимым числом гнезд при условиях, предусмотренных ГОСТ 12019.

Для предотвращения прилипания нанокомпозита ПЭ при прессовании к поверхности пресс-формы допускается использование прокладок из непластифицированной триацетатной или целлюлозной пленки по ГОСТ 7730 или алюминиевой фольги по ГОСТ 618 толщиной ($0{,}075 \pm 0{,}025$) мм.

Образцы в виде диска после изготовления хранят в защищенном от света месте.

Толщина образцов для определения плотности, механических и электрических показателей должна быть ($1{,}0 \pm 0{,}2$) мм, стойкости к растрескиванию — ($3{,}0 \pm 0{,}15$) мм, температуры хрупкости — ($2{,}0 \pm 0{,}2$) мм.

Поверхность образцов должна быть гладкой, без вздутий, сколов, трещин, раковин и других видимых дефектов.

5.1.3 Разброс показателя текучести расплава определяют на каждой точечной пробе, при этом число точечных проб зависит от массы партии и составляет:

- 6 при массе партии до 15 т включительно;
- 15 при массе партии до 25 т включительно;
- 25 при массе партии до 50 т включительно;
- 50 при массе партии до 100 т включительно.

Масса точечной пробы для определения разброса показателя текучести расплава должна быть не менее 20 г.

Объединенную и точечные пробы для определения разброса показателя текучести расплава помещают в плотно закрытую чистую сухую тару.

На каждую тару наклеивают или вкладывают в нее этикетку с обозначением продукта, номера и массы партии, даты отбора проб.

5.2 Контроль внешнего вида и цвета

Внешний вид и цвет гранул нанокомпозита ПЭ контролируют визуально без применения увеличительных приборов, определяя наличие посторонних примесей. Цвет гранул определяют визуально при дневном отраженном свете сравнением с образцом, утвержденным в установленном порядке.

Наличие пор определяют после разрезания гранул путем визуального осмотра без применения увеличительных средств.

5.3 Определение массовой доли гранул размером менее 2 мм и более 6 мм

Навеску нанокомпозита ПЭ (200 ± 1) г объединенной пробы, взвешенной на весах общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г 3-го класса точности по ГОСТ Р 53228, осматривают, как указано в 5.2, отбирают гранулы размером менее 2 мм и/или более 6 мм и взвешивают на весах того же класса точности.

Размер гранул устанавливают при помощи измерительной лупы ЛИ-10^{x} по ГОСТ 25706 или визуально сопоставлением с гранулами, размер которых установлен по предварительным измерениям.

Массовую долю гранул размером менее 2 мм (X_2) и более 6 мм (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2(X'_2) = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m — масса гранул размером менее 2 мм и/или более 6 мм, г;

m_1 — масса навески объединенной пробы, г.

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

5.4 Определение показателя текучести расплава

Показатель текучести расплава определяют по ГОСТ 11645 при температуре (190,0 ± 0,5) °С и нагрузке 21,2 Н (2,16 кгс) на экструзионном пластометре с капилляром диаметром (2,095 ± 0,005) мм и высотой (8,000 ± 0,025) мм после выдержки нанокомпозита ПЭ под давлением в течение 4 мин.

5.5 Определение разброса показателя текучести расплава в пределах одной партии

Показатель текучести расплава каждой точечной пробы, отобранной в соответствии с 5.1.3, определяют в соответствии с 5.4.

Среднее арифметическое значение показателя текучести расплава ($I_{ср}$) в г/10 мин вычисляют по формуле

$$I_{ср} = \frac{I_1 + I_2 + \ldots + I_{n-1} + I_n}{n}, \quad (2)$$

где $I_1, I_2, \ldots I_{n-1}, I_n$ — показатель текучести расплава каждой из точечных проб, г/10 мин;

n — число проб.

Разброс показателя текучести расплава (ΔI) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta I = \frac{(I_{max} - I_{min}) \cdot 100}{2I_{ср}}, \quad (3)$$

где I_{max} — максимальный показатель текучести расплава, г/10 мин;

I_{min} — минимальный показатель текучести расплава, г/10 мин;

$I_{ср}$ — среднее арифметическое значение показателей текучести расплава, г/10 мин.

5.6 Определение массовой доли летучих веществ

Массовую долю летучих веществ определяют по ГОСТ 26359 на пробе массой (20 ± 1) г.

5.7 Определение плотности

Плотность определяют по ГОСТ 15139 методом гидростатического взвешивания на образцах, изготовленных из отпрессованных пластин толщиной 1,0 ± 0,1 мм в соответствии с 5.1.2. В качестве рабочей жидкости используют воду или этиловый спирт.

5.8 Определение содержания сажи

Содержание сажи определяют по ГОСТ 26311 в токе азота с содержанием примесей не более 0,1 % на пробе массой от 1,0 до 2,0 г. В качестве тигля допускается использовать фарфоровые тигли отличные от формы «лодочка». Скорость потока азота — (1,7 ± 0,3) л/мин. За результат принимают среднее арифметическое значение содержания сажи не менее чем в 3 пробах.

5.9 Определение предела текучести при растяжении, прочности при разрыве и прочности при растяжении

Предел текучести при растяжении, прочность при разрыве и прочность при растяжении определяют по ГОСТ 11262 на образцах типа 1, изготовленных в соответствии с 5.1.2. Скорость раздвижения зажимов испытательной машины — 50 мм/мин.

Значение предела текучести при растяжении, прочности при разрыве и прочности при растяжении вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытаний, проведенных на пяти образцах.

5.10 Определение относительного удлинения при разрыве

Относительное удлинение при разрыве определяют по ГОСТ 11262 на образцах типа 1, изготовленных в соответствии с 5.1.2.

Для проведения испытаний при температуре минус 45 °С используют криокамеру, обеспечивающую автоматическое поддержание заданной температуры с точностью ± 2 °С. Перед началом испытаний выполняют термостатирование образцов в криокамере при заданной температуре в течение 30 мин.

Для определения относительного удлинения при разрыве после выдержки на воздухе в течение 100 суток при температуре 110 и 120 °С образцы в течение 1000 ч выдерживают в термошкафу с принудительной циркуляцией воздуха.

Скорость раздвижения зажимов испытательной машины — 50 мм/мин.

Значение относительного удлинения при разрыве вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытаний, проведенных на пяти образцах.

5.11 Определение водопоглощения

Водопоглощение определяют по ГОСТ 4650 методом А и С при температуре воды (23 ± 5) °С и 80 °С. Время выдержки 24 и 1000 ч соответственно.

Испытания проводят на трех образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2 в форме диска диаметром (50 ± 1) мм и толщиной $(3{,}0 \pm 0{,}2)$ мм.

5.12 Определение времени окислительной индукции

Время окислительной индукции (изотермическое ВОИ) определяют по ГОСТ Р 56756 на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2, массой от 5 до 10 мг на дифференциальном сканирующем калориметре в изотермическом режиме при температуре 200 °С и скорости потока кислорода 100 мл/мин.

5.13 Определение изменения времени окислительной индукции

Изменение изотермического ВОИ после выдержки в дистиллированной воде проводят на образце, изготовленном в соответствии с 5.1.2. Образец выдерживают в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 при температуре (95 ± 5) °С в течение 30 суток. В процессе испытаний необходимо следить за тем, чтобы образец был полностью покрыт водой.

Изменение изотермического ВОИ при старении на воздухе определяют на образце, изготовленном в соответствии с 5.1.2 и отпрессованном в термошкафу с принудительной циркуляцией воздуха при температуре 120 °С в течение 500 ч.

Изменение изотермического ВОИ (ΔВОИ) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta\text{ВОИ} = \frac{(\text{ВОИ}_\text{н} - \text{ВОИ}_\text{ст})}{\text{ВОИ}_\text{н}} \cdot 100, \qquad (4)$$

где $\text{ВОИ}_\text{н}$ — значение ВОИ до старения, мин;

$\text{ВОИ}_\text{ст}$ — значение ВОИ после старения, мин.

5.14 Определение температуры плавления

Температуру плавления определяют по ГОСТ 21553 на пробах в виде гранул или образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2.

Значение температуры плавления вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытаний, проведенных на трех образцах.

5.15 Определение температуры размягчения по Вика

Температуру размягчения по Вика определяют по ГОСТ 15088 при нагрузке 10 Н на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2, толщиной $(4{,}0 \pm 0{,}15)$ мм. Скорость увеличения температуры — 120 °С/час.

Значение температуры размягчения по Вика вычисляют как среднее арифметическое значение результатов испытаний, проведенных на трех образцах.

5.16 Определение температуры хрупкости

Температуру хрупкости определяют по ГОСТ 16782.

5.17 Определение стойкости к растрескиванию под напряжением

Стойкость нанокомпозита ПЭ к растрескиванию под напряжением определяют по ГОСТ 13518 при температуре 50 °С на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2. Испытания проводят не менее чем на двух сериях образцов, изготовленных вырубкой из разных отпрессованных пластин.

5.18 Определение объемного сопротивления

Удельное объемное сопротивление определяют по ГОСТ Р 50499 на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2, в виде дисков диаметром (50 ± 0,1) мм, толщиной (2,0 ± 0,2) мм. Образцы перед испытанием кондиционируют на воздухе при температуре (23 ± 5) °С, влажность не нормируют.

Для испытания применяют защищенные (измерительные) электроды диаметром (25 ± 0,05) мм.

Толщину образца измеряют в пяти точках, равномерно распределенных на поверхности образца. Измерение выполняют инструментом с погрешностью не более 0,02 мм. Разброс размеров толщины в разных точках образца не должен превышать 2 %.

Измерения выполняют при температуре (23 ± 5) °С и относительной влажности воздуха в помещении в пределах от 30 % до 70 %. Показания снимают на шестидесятой секунде после приложения напряжения.

Значение удельного объемного сопротивления рассчитывают как среднее арифметическое значение результатов испытаний, проведенных на трех образцах.

УДК 678.742.2:006.354 ОКС 07.120 83.080.20 ОКП 22 1119

Ключевые слова: материал нанокомпозиционный на основе полиэтилена, технические требования, методы испытаний, нанокомпозит

БЗ 1—2018/102

Редактор *А.А. Кабанов*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 28.12.2017. Подписано в печать 10.01.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 24 экз. Зак. 130.
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