ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57964— 2017

МИКРОСФЕРЫ СТЕКЛЯННЫЕ ПОЛЫЕ

Метод определения содержания влаги и аппрета

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН АО «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 21 ноября 2017 г. № 1782-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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МИКРОСФЕРЫ СТЕКЛЯННЫЕ ПОЛЫЕ

Метод определения содержания влаги и аппрета

Hollow Glass Microspheres Method for determination of moisture and coupling agent content

Дата введения — 2018—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на полые стеклянные микросферы и устанавливает методы определения содержания (массовой доли) влаги и аппрета.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. 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 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. 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 (ИСО 835-1) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

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

Издание официальное

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 **полые стеклянные микросферы; ПСМ:** Дисперсные сыпучие порошки, состоящие из отдельных полых сферических частиц диаметром не более 200 мкм*, получаемые высокотемпературным нагревом измельченного стекла.

3.2 **содержание (массовая доля) влаги микросфер:** Разность между исходной и высушенной массой пробы микросфер по отношению к исходной массе, выраженная в процентах.

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

4 Сущность методов испытаний

4.1 Содержание (массовую долю) влаги определяют гравиметрическим методом по разности масс до и после высушивания относительно массы пробы до высушивания.

4.2 Содержание (массовую долю) аппрета вычисляют, определяя массовые доли азота в микросферах и в аминосодержащем аппрете. 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 анализа необходимо соблюдать следующие условия микроклимата в помещениях лаборатории:

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

6 Аппаратура и реактивы

6.1 Аппаратура и реактивы при определении содержания (массовой доли) влаги:

- весы лабораторные аналитические II класса точности по ГОСТ Р 53228;
- гири Г-2–210 по ГОСТ OIML R 111-1;
- гири класса F1 по ГОСТ OIML R 111-1;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 0 °С до 350 °С;
- бюкс СВ(Н)-34/12 по ГОСТ 25336;
- эксикатор 1-180 по ГОСТ 25336, заполненный безводным гранулированным хлористым кальцием по технической документации.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы при определении содержания (массовой доли) аппрета;

- весы лабораторные аналитические II класса по ГОСТ Р 53228;
- гири класса F_1 по ГОСТ OIML R 111-1;
- аппарат Кьельдаля по технической документации, состоящий из:
  1) колбы Кьельдаля (с поплавком) К-2-250—29/32 по ГОСТ 25336;
  2) холодильника ХПТ-1-300-14/23 по ГОСТ 25336;

---

* Размер частиц указан в качестве справочных данных.

3) колбы круглодонной (с удлиненным горлом) К-1-29/32 по ГОСТ 25336;
4) колбы-приемника конической Км 1-250(300)-34 29/32 ТСХ по ГОСТ 25336;
5) аллонжа;
6) насадки Кьельдаля (каплеуловителя);

- колбы мерные 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- пипетка градуированная, 2—2—50 по ГОСТ 29227;
- бюретки I—1—1—10—0,02, I-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251;
- воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1—25, 1—250 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;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с концентрацией 0,5 н готовят по ГОСТ 25794.1;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с концентрацией 40 % готовят по ГОСТ 4517;
- кислота борная, насыщенный раствор по ГОСТ 9656;
- спирт этиловый по ГОСТ Р 55878;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- индикатор метиловый красный, с концентрацией 0,2 % в этаноле готовят по ГОСТ 4919.1;
- индикатор бромфеноловый синий, раствор с концентрацией 0,1 % готовят по ГОСТ 4919.1;
- кислота соляная, стандарт-титр 0,1 н раствор по технической документации.

Допускается возможность применения 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 определен технической документацией на продукцию.

7.2 Отобранную для испытаний пробу сокращают до аналитической пробы, необходимой для проведения анализа, и взвешивают на аналитических весах навески микросфер массой около 1,0000 г для определения содержания (массовой доли) влаги и массой около 4,0000 г для определения содержания азота, содержащегося в аппрете.

8 Проведение испытаний

8.1 Проведение испытания определения содержания (массовой доли) влаги

От объединенной пробы ПСМ взвешивают на аналитических весах две параллельные навески микросфер массой 1,0000 г (m) в предварительно доведенный до постоянной массы высушенный и взвешенный бюкс. Навеску в бюксе с открытой крышкой высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают (m_1).

8.2 Проведение испытания определения содержания (массовой доли) аппрета

8.2.1 Определение содержания (массовой доли) азота в микросферах

Пробу, полученную по 7.2, помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 0,3 г сернокислой меди, 2 г сернокислого калия, 12 см^3 концентрированной серной кислоты и содержимое колбы размешивают взбалтыванием. Колбу помещают на максимально разогретую электрическую плитку и разлагают аминосодержащий аппрет, нагревая содержимое не менее 2,5—3 ч до исчезновения черной окраски. После охлаждения содержимое колбы количественно переносят в круглодонную колбу для отгонки. Колбу Кьельдаля, в том числе поплавок, несколько раз промывают дистиллированной водой, количество промывных вод — около 125—130 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 три 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 125 $см^3$ дистиллированной воды, 60 $см^3$ 40 %-ного раствора едкого натра и 10 $см^3$ насыщенного раствора борной кислоты.

8.2.2 Определение содержания (массовой доли) азота в аппрете

Массовую долю азота в аппрете определяют следующим образом: навеску продукта массой около 1,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 25 $см^3$ этилового спирта. Полученный раствор титруют 0,5 н раствором соляной кислоты в присутствии индикатора бромфенолового синего до перехода окраски раствора от синей в желтую.

9 Обработка результатов

9.1 Содержание (массовая доля) влаги микросфер W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m} 100, \quad (1)$$

где m — масса навески микросфер до высушивания, г;

m_1 — масса навески микросфер после высушивания, г.

9.2 Содержание (массовая доля) аппрета в микросферах

9.2.1 Содержание (массовую долю) азота в микросферах N_1, %, вычисляют по формуле

$$N_1 = \frac{(V - V_1)\,0{,}0007}{G} 100, \quad (2)$$

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 микросфер, г.

9.2.2 Содержание (массовую долю) азота в аппрете N_2, %, вычисляют по формуле

$$N_2 = \frac{V \text{ K } 0{,}007}{m} 100, \quad (3)$$

где V — объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование рабочего раствора, $см^3$;

K — поправочный коэффициент для приведения титрованного раствора соляной кислоты к точно 0,5 н;

0,007 — титр 0,5 н раствора соляной кислоты, выраженный в граммах азота, г/$см^3$;

m — масса навески аппрета, г.

9.2.3 Содержание (массовую долю) аппрета на микросферах X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{N_1}{N_2} 100, \quad (4)$$

где N_1 — содержание (массовая доля) азота в микросферах, %.

10 Показатели точности измерений

10.1 За результат определения влажности и массовой доли аппрета принимают среднеарифметическое значение из двух параллельных определений.

Расхождения между параллельными определениями не должны быть более 0,15 % при определении массовой доли влаги и 0,02 % при определении массовой доли аппрета.

10.2 Вычисления по каждой параллельной пробе проводят до 3-го знака после запятой, среднее значение округляют до 2-го 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 ПСМ;
- дату и место проведения испытаний;
- количество проб для испытаний;
- результаты определения массовой доли влаги и массовой доли аппрета, полученные как среднеарифметическое значение двух параллельных результатов;
- любые технологические детали, не оговоренные в настоящем стандарте, и любые обстоятельства, могущие повлиять на полученные результаты;
- фамилию и инициалы лица, проводившего испытания.

УДК 677.521.06:006.354 ОКС 59.100.10

Ключевые слова: стекловолокнистые материалы, методы испытаний, определение химического состава, методы испытаний микросфер

БЗ 12—2017/150

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 23.11.2017. Подписано в печать 24.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 23 экз. Зак. 2433.
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