ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57914— 2017 (ИСО 11667:1997)

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Препреги и премиксы. Определение содержания смолы, армирующего наполнителя и минерального наполнителя методами растворения

(ISO 11667:1997, Fibre-reinforced plastics — Moulding compounds and prepregs — Determination of resin, reinforced-fibre and mineral-filler content — Dissolution methods, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» 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 указанного в пункте 4 стандарта

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. № 1678-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11667:1997 «Волокниты. Формовочные массы и препреги. Определение содержания смолы, упрочняющего волокна и минерального наполнителя. Методы растворения» (ISO 11667:1997 «Fibre-reinforced plastics — Moulding compounds and prepregs — Determination of resin, reinforced-fibre and mineral-filler content — Dissolution methods», MOD) путем включения дополнительных фраз, слов и/или внесения изменений по отношению к тексту применяемого международного стандарта, которые выделены курсивом.

Объяснение причин внесения технических отклонений, а также оригинальный текст модифицированных структурных элементов международного стандарта приведены в дополнительном приложении ДА.

Разделы (подразделы, пункты), не включенные в настоящий стандарт, приведены в дополнительном приложении ДБ.

Из текста стандарта исключена ссылка на международный стандарт ИСО 291, так как она носит справочный характер.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДВ.

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 межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДГ

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 2
4 Сущность метода 2
5 Отбор образцов 2
6 Подготовка образцов 2
7 Методы испытаний. Общие положения 3
8 Метод А. Экстракция в аппарате Сокслета 3
9 Метод В. Экстракция погружением в растворитель 5
10 Протокол испытания 8
Приложение А (справочное) Вариант метода А для отделения рубленого стекловолокна от минерального наполнителя 9
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного международного стандарта 10
Приложение ДБ (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта 11
Приложение ДВ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 12
Приложение ДГ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Препреги и премиксы. Определение содержания смолы, армирующего наполнителя и минерального наполнителя методами растворения

Polymer composites. Prepregs and premixes. Determination of resin, reinforcing filler and mineral filler content by dissolution methods

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два метода растворения для определения содержания смолы, армирующего наполнителя и минерального наполнителя в препрегах и премиксах:

- метод А: экстракция по Сокслету;
- метод В: экстракция погружением в растворитель.

При возникновении разногласий метод А является эталонным. В методе В используют более простое оборудование, что делает его пригодным для контроля качества.

Настоящий стандарт распространяется на следующие типы материалов:

- препреги, сделанные из нитей, ровингов, лент или тканей;
- премиксы SMC, BMC и DMC.

Как правило, армирующий наполнитель покрыт аппретами или замасливателями. Данные составы обычно растворяются вместе со смолой и поэтому включаются в содержание смолы.

Настоящий стандарт не распространяется на следующие типы армированных пластмасс:

- пластмассы, содержащие армирующие наполнители, растворимые (полностью или частично) в растворителях, используемых для растворения смолы;
- пластмассы, в которых смола частично или полностью отверждена и, следовательно, не полностью растворима в органических растворителях.

Примечание — Анализ полимерных материалов, содержащих отвержденную смолу, может проводиться по ГОСТ 32652.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 32652 Композиты полимерные. Препреги, премиксы и слоистые материалы. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания

ГОСТ 32794 Композиты полимерные. Термины и определения

ГОСТ Р 50443 Препреги и премиксы. 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 «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 дати-

Издание официальное

рованная 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 *и ГОСТ Р 50443*, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **элементарная единица** (elementary unit)**:** Минимальное коммерчески доступное количество продукта.

4 Сущность метода

Содержание нерастворимых веществ (армирующего и минерального наполнителя) определяют измерением разницы массы испытуемого образца до и после экстракции растворителем в определенных условиях.

Растворимую часть (смолу) извлекают либо в аппарате Сокслета (метод А), либо путем погружения в растворитель в лабораторном стакане (метод В).

Если испытуемый материал содержит наполнители, разделение волокон и наполнителей осуществляют либо реакцией минерального наполнителя с соляной кислотой (метод А), либо последующим фильтрованием без использования кислоты (метод В).

Значения массы образца до растворения, после растворения и после реакции с кислотой или фильтрования позволяют рассчитать содержание смолы, армирующего и минерального наполнителя.

5 Отбор образцов

Испытание проводят с двумя идентичными образцами. Образцы препрегов вырезают на расстоянии не менее 50 мм от края.

Испытание двух образцов достаточно при условии, что разница между полученными значениями не превышает 5 %. В противном случае испытывают третий образец, максимально идентичный первым двум.

Для получения максимально репрезентативного результата определения содержания смолы, армирующего и минерального наполнителя в исследуемой элементарной единице может потребоваться неоднократное проведение испытания с отбором образцов из различных мест элементарной единицы. Требуемое количество испытаний и места отбора указывают в *технической документации* на продукцию или определяются заказчиком. Количество испытаний и места отбора образцов могут также выбираться на основании имеющегося опыта.

Для всех испытаний, проводимых не с элементарными единицами, образцы должны быть настолько представительными для испытуемого материала, насколько это возможно.

6 Подготовка образцов

При отсутствии указаний в *технической документации* на продукцию рекомендуется вырезать образцы такой формы, которая позволяет поместить их в гильзу аппарата Сокслета или в лабораторный стакан, используемый для экстракции.

Масса образца предпочтительно должна быть от 2 до 20 г.

Примечание — Для премиксов SMC, BMC и DMC, испытуемых по методу В, могут использоваться образцы большего размера, если они являются более представительными для материала.

В случае препрегов и премиксов, содержащих растворители или свободный мономер, следует принять меры, чтобы избежать потери летучих веществ. Материалы, содержащие свободные мономеры, рекомендуется не оставлять открытыми более чем на 5 мин перед проведением испытания. При испытании премиксов SMC защитную пленку не следует удалять с образца до самого начала испытания. Все образцы препрегов и премиксов, включая SMC, должны быть запечатаны в герметичный пластиковый пакет сразу после отбора.

7 Методы испытаний. Общие положения

Метод, используемый для растворения смолы, зависит от точности результатов, определяемой заказчиком испытания. Порядок отделения армирующего наполнителя от минерального различен в методах А и В.

При проведении испытаний необходимо, чтобы массы всех образцов доводились до постоянных значений повторением этапов сушки и растворения с последующим взвешиванием до тех пор, пока разница между последовательными взвешиваниями не будет меньше 1 мг. Однако в случаях регулярных испытаний известных материалов допускается экспериментальное определение минимального времени для растворения и сушки, обеспечивающего достижение постоянной массы.

8 Метод А. Экстракция в аппарате Сокслета

8.1 Реактивы

Используемый растворитель должен полностью извлекать смолу из испытуемого образца.

Для наиболее распространенных смол подходят следующие растворители:

- дихлорметан;
- ацетон;
- метилэтилкетон (бутан-2-он);
- денатурированный этанол.

Для достижения полноты экстракции, при необходимости, можно использовать другие растворители.

8.2 Оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование:

- весы с погрешностью измерения не более 0,5 мг и ценой деления 0,1 мг;
- экстрактор Сокслета с гильзой, имеющей достаточно большие размеры для помещения в нее целого испытуемого образца;
- режущий инструмент;
- эксикатор с подходящим осушителем (например, силикагелем);
- вентилируемый сушильный шкаф с установленной температурой (105 ± 3) °С.

8.3 Проведение испытания

Для каждого образца выполняют следующие действия:

8.3.1 Подготовка экстракционной гильзы

Экстракционную гильзу высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С в течение 1 ч. Затем ее охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

После этого гильзу взвешивают на весах с точностью до 1 мг. Данную процедуру повторяют до достижения постоянной массы (см. раздел 7) и записывают результат как m_1, г.

8.3.2 Взвешивание образца и экстракция смолы растворителем

Режущим инструментом образец разрезают на части подходящего размера и помещают их в гильзу, контролируя полноту перемещения образца. Гильзу с образцом взвешивают с точностью до 1 мг, записывая массу m_2, г. Заполненную гильзу помещают в сифон экстрактора. К сифону присоединяют обратный холодильник и колбу и добавляют внутрь подходящее количество метилэтилкетона или другого растворителя (см. 8.1), или растворителя, указанного в *технической документации* на материал.

Нагрев регулируют таким образом, чтобы полная экстракция смолы происходила в течение 1 ч.

Испытание проводят в течение данного времени или времени, указанного в *технической документации* на испытуемый материал.

Экстракционную гильзу вместе с содержимым извлекают, высушивают в сушильном шкафу, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 1 мг. Данную процедуру повторяют до достижения постоянной массы (см. раздел 7) и записывают массу как m_3, г.

Для материалов, не содержащих минеральных наполнителей, масса m_3 может использоваться для определения содержания армирующего наполнителя.

Для материалов, содержащих минеральные наполнители, необходимо отделить армирующий наполнитель от минерального по методу, приведенному в 8.4.

8.4 Отделение армирующего наполнителя от минерального

8.4.1 Реактивы

- соляная кислота с концентрацией 35 % об., техническая;
- этанол денатурированный;
- хромовая смесь для мытья посуды (рекомендуемый состав: 7 г бихромата натрия на 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты);

8.4.2 Оборудование

Оборудование по 8.2, а также:

- стеклянная палочка;
- воронка фильтрующая *типа ВФ или ВФО по ГОСТ 25336* диаметром 40 мм класса ПОР 160 (размер пор от 100 до 160 мкм);
- стакан *по ГОСТ 25336* вместимостью 250 $см^3$;
- колба с тубусом (колба Бунзена) *по ГОСТ 25336*;
- пинцет.

8.4.3 Проведение испытания

Для каждого образца выполняют следующие действия:

8.4.3.1 Подготовка стеклянного фильтра

Перед проведением испытания фильтр очищают замачиванием в хромовой смеси. Затем фильтр промывают теплой водой и денатурированным спиртом. Фильтр устанавливают на колбу с тубусом и подсоединяют к вакуумному насосу. Затем фильтр помещают в сушильный шкаф с температурой (105 ± 3) °С и высушивают до постоянной массы (см. раздел 7). Записывают массу фильтра как m_8, г.

8.4.3.2 Отделение армирующего наполнителя от минерального, если минеральный наполнитель полностью растворяется в соляной кислоте

В стакан на 250 $см^3$ наливают соляную кислоту из расчета 5 $см^3$ кислоты на каждый грамм остатка после растворения смолы.

Стеклянной палочкой медленно переносят остаток из гильзы в стакан. Смесь тщательно перемешивают, чтобы весь остаток прореагировал с кислотой, следя за тем, чтобы выделение газа, вызванное реакцией кислоты с карбонатным наполнителем, не приводило к разбрызгиванию.

По окончании выделения газа гильзу промывают водой, выливая промывные воды в стакан с кислотой. Промывку повторяют до полного переноса содержимого гильзы в стакан.

В стакан добавляют еще 50 $см^3$ воды.

На колбу с тубусом устанавливают предварительно высушенный и взвешенный (масса m_8) фильтр и прикладывают вакуум.

Кислый раствор медленно декантируют на фильтр.

Оставшийся в стакане армирующий наполнитель промывают водой, декантируя раствор на фильтр. Затем содержимое стакана промывают денатурированным спиртом, перемешивая стеклянной палочкой. Спирт также сливают на фильтр. Эту операцию повторяют четыре-пять раз, пока отфильтрованные волокна не будут абсолютно чистыми.

Волокна переносят на фильтр стеклянной палочкой, смывая струей денатурированного спирта. Осадок дважды промывают денатурированным спиртом.

Фильтр высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу. Затем его охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Записывают массу как m_9, г.

Для волокон длиной не менее 12 мм допускается использование метода, описанного в приложении А. Данный метод также может быть использован, если требуется ускорить проведение анализа. Тем не менее, метод, описанный в 8.4.3.2, используется в качестве эталонного.

8.4.3.3 Отделение армирующего наполнителя от минерального, если минеральный наполнитель не полностью растворяется в соляной кислоте

Если после фильтрования, проведенного для определения массы m_9, на фильтре остается нерастворимый в соляной кислоте наполнитель, дополнительно проводят следующие действия.

Пинцетом выбирают все волокна с фильтра.

Фильтр с нерастворимым наполнителем взвешивают снова. Регистрируют массу m_{10}, г.

Примечание — Если армирующий наполнитель представляет собой очень короткие волокна, отделение их от минерального наполнителя вручную может оказаться невозможным. В этом случае приведенный метод не даст точного содержания армирующего и минерального наполнителя по отдельности, однако он может быть использован для определения общего содержания наполнителей.

8.5 Обработка и представление результатов

8.5.1 Расчет содержания смолы

Для каждого образца содержание смолы *MR*, в процентах от исходной массы, вычисляют по формуле

$$MR = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100, \quad (1)$$

где m_1 — первоначальная масса экстракционной гильзы, г;

m_2 — первоначальная масса экстракционной гильзы с образцом, г;

m_3 — конечная масса экстракционной гильзы с образцом после экстракции, г.

Примечание — В формуле (1) содержание летучих веществ, аппретов и замасливателей армирующего наполнителя включается в содержание смолы.

Если результаты двух определений отличаются более чем на 5 %, проводят дополнительный анализ третьего образца, отобранного из того же места элементарной единицы или лабораторного образца (см. раздел 5).

8.5.2 Расчет содержания армирующего и минерального наполнителя

При отсутствии минерального наполнителя содержание армирующего наполнителя *MFT*, в процентах от исходной массы, вычисляют по формуле

$$MFT = 100 - \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} 100. \quad (2)$$

Примечание — Если минеральный наполнитель имеется, но не был отделен от волокна, MFT будет соответствовать суммарному содержанию волокна и наполнителя.

После полного растворения минерального наполнителя в кислоте содержание армирующего наполнителя *MFR*, в процентах от исходной массы, вычисляют по формуле

$$MFR = \frac{m_9 - m_8}{m_2 - m_1} 100, \quad (3)$$

где m_8 — масса сухого фильтра, г;

m_9 — масса сухого фильтра с содержимым, оставшимся после реакции остатка от экстракции с кислотой, г.

Содержание минерального наполнителя *MFM*, в процентах от исходной массы, рассчитывают по формуле

$$MFM = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} 100 - \frac{m_9 - m_8}{m_2 - m_1} 100. \quad (4)$$

В случае, если после фильтрования на фильтре остаются наполнители, нерастворимые в соляной кислоте, значение m_8 в формулах (3) и (4) заменяют на m_{10} — массу сухого фильтра с нерастворившимся минеральным наполнителем, г.

Если результаты двух определений отличаются более чем на 5 %, проводят дополнительный анализ третьего образца, отобранного из того же места элементарной единицы или лабораторного образца (см. раздел 5).

За результат испытания принимают среднее *арифметическое* значение не менее двух отдельных измерений.

9 Метод В. Экстракция погружением в растворитель

9.1 Реактивы

Используют растворители по 8.1.

9.2 Оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование:

- весы с погрешностью измерения не более 0,5 мг и ценой деления 0,1 мг;
- режущий инструмент;
- эксикатор с подходящим осушителем (например, силикагелем);

- вентилируемый сушильный шкаф с установленной температурой (105 ± 3) °С;
- стакан *по ГОСТ 25336* вместимостью 250 см^3;
- стакан *по ГОСТ 25336* вместимостью *600* см^3;
- колба с тубусом (колба Бунзена) *по ГОСТ 25336* вместимостью 1000 см^3;
- часовое стекло;
- стеклянная палочка;
- проволочная сетка с размером ячеек от 80 до 100 мкм.
- чаша для выпаривания диаметром 80 мм;
- стакан *по ГОСТ 25336* вместимостью 2000 см^3;
- воронка фильтрующая *типа ВФ или ВФО по ГОСТ 25336* диаметром 40 мм класса ПОР 10 или ПОР 16 (размер пор *от 3 до 16 мкм*);
- вакуумный насос с ловушкой.

9.3 Проведение испытания

Для каждого образца выполняют следующие действия.

9.3.1 Взвешивание образца и экстракция смолы растворителем

Стакан на 250 см^3 высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С в течение 10 мин. Затем стакан охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе и взвешивают на весах с точностью до 1 мг. Записывают массу как m_4, г.

Режущим инструментом образец разрезают на части подходящего размера и помещают их в стакан на 250 см^3, следя за полнотой переноса образца. Стакан с содержимым взвешивают с точностью до 1 мг. Регистрируют массу как m_5, г.

Образец переносят из стакана на 250 см^3 в стакан на 600 см^3.

Стакан на 250 см^3 споласкивают небольшим количеством растворителя для удаления любых следов смолы, оставшихся от образца, сливая растворитель в стакан на 600 см^3.

В стакан на 600 см^3 наливают растворитель так, чтобы он полностью покрыл образец. Стакан накрывают часовым стеклом.

Растворитель оставляют в контакте с образцом при температуре окружающей среды до полного растворения смолы, периодически перемешивая смесь для ускорения растворения смолы и отделения волокон армирующего наполнителя.

Для улучшения растворения смолы и отделения армирующего наполнителя можно использовать ультразвуковую ванну.

9.3.2 Отделение армирующего наполнителя от минерального

Армирующий наполнитель отделяют от минерального следующим образом.

Проволочную сетку кладут поверх стакана на 2000 см^3. Содержимое экстракционного стакана сливают через сетку таким образом, чтобы армирующий наполнитель остался на сетке.

Армирующий наполнитель промывают растворителем не менее четырех раз, следя за тем, чтобы он не проходил через проволочную сетку.

Когда волокна армирующего наполнителя очистятся (растворитель станет прозрачным), минимальным количеством растворителя их смывают в чашу для выпаривания, предварительно высушенную и взвешенную (масса m_6, г). Удерживая перевернутую вверх дном проволочную сетку над чашей, с помощью кисти переносят оставшийся армирующий наполнитель в чашу.

9.3.3 Определение массы армирующего наполнителя

Чашу для выпаривания вместе с содержимым помещают в сушильный шкаф с температурой (105 ± 3) °С на 1 ч. Затем ее вынимают и охлаждают в эксикаторе.

После охлаждения чашу с содержимым взвешивают с точностью до 1 мг. Данную процедуру повторяют до достижения постоянной массы (см. раздел 7) и записывают массу как m_7, г.

9.3.4 Определение массы минерального наполнителя

9.3.4.1 Подготовка стеклянного фильтра

Перед проведением испытания фильтр очищают замачиванием в хромовой смеси. Затем фильтр промывают теплой водой и денатурированным спиртом. Фильтр устанавливают на колбу Бунзена и подсоединяют к вакуумному насосу. Затем фильтр помещают в сушильный шкаф с температурой (105 ± 3) °С и высушивают до постоянной массы (см. раздел 7). Записывают массу фильтра как m_8, г.

9.3.4.2 Отделение минерального наполнителя от растворителя

Стакан на 2000 см^3, содержащий растворенную смолу и минеральный наполнитель (см. 9.3.2), оставляют на время, достаточное, чтобы взвесь осела и растворитель стал прозрачным.

Максимально возможное количество растворителя откачивают вакуумным насосом с ловушкой. При проведении данной операции надо быть предельно аккуратным для предотвращения потери наполнителя.

Предварительно высушенный и взвешенный стеклянный фильтр устанавливают на колбу Бунзена.

Оставшееся содержимое стакана на 2000 см^3 переносят на фильтр. Стакан промывают растворителем до полного удаления минерального наполнителя из стакана, сливая растворитель на фильтр.

Фильтр с содержимым высушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С в течение 1 ч. Затем его охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Данную процедуру повторяют до достижения постоянной массы (см. раздел 7) и записывают массу как m_9, г.

9.4 Обработка и представление результатов

9.4.1 Расчет содержания армирующего наполнителя

Для каждого образца содержание армирующего наполнителя *MFR*, в процентах от исходной массы, вычисляют по формуле

$$MFR = \frac{m_7 - m_6}{m_5 - m_4} 100, \quad (5)$$

где m_4 — масса сухого стакана на 250 см^3, г;

m_5 — масса сухого стакана на 250 см^3 с образцом, г;

m_6 — масса сухой чаши для выпаривания, г;

m_7 — масса сухой чаши для выпаривания с содержимым, г.

Если результаты двух определений отличаются более чем на 5 %, проводят дополнительный анализ третьего образца, отобранного из того же места элементарной единицы или лабораторного образца (см. раздел 5).

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух (или более) отдельных измерений.

9.4.2 Расчет содержания минерального наполнителя

Для каждого образца содержание минерального наполнителя *MFM*, в процентах от исходной массы, вычисляют по формуле

$$MFM = \frac{m_9 - m_8}{m_5 - m_4} 100, \quad (6)$$

где m_8 — масса сухого фильтра, г;

m_9 — масса сухого фильтра с содержимым, г.

Если результаты двух определений отличаются более чем на 5 %, проводят дополнительный анализ третьего образца, отобранного из того же места элементарной единицы или лабораторного образца (см. раздел 5).

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух отдельных измерений.

9.4.3 Расчет содержания смолы

Для каждого образца содержание смолы *MR*, в процентах от исходной массы, вычисляют по формуле

$$MR = 100 - (MFR + MFM), \quad (7)$$

где значения *MFR* и *MFM* определяют по 9.4.1 и 9.4.2.

Если результаты двух определений отличаются более чем на 5 %, проводят дополнительный анализ третьего образца, отобранного из того же места элементарной единицы или лабораторного образца (см. раздел 5).

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух отдельных измерений.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт и используемый метод (A или B);

b) все сведения, необходимые для полной идентификации испытуемого материала;

c) используемый метод отбора образцов;

d) количество испытанных образцов;

e) размеры и/или массу каждого испытанного образца;

f) используемый растворитель;

g) полученные значения содержания смолы, армирующего и минерального наполнителя;

h) информацию о любых событиях, способных оказать влияние на результаты испытания;

i) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Вариант метода А для отделения рубленого стекловолокна от минерального наполнителя

А.1 Общие положения

При анализе материала, содержащего рубленые волокна длиной не менее 12 мм, может использоваться следующий способ.

Для этого требуется пакет шириной 15 см и длиной 16 см (размеры разглаженного пакета), сделанный из москитной сетки.

Москитная сетка делается из покрытых ПВХ стеклянных волокон. Плотность плетения должна составлять приблизительно 7 нитей/см.

А.2 Проведение испытания

После определения массы остаток после растворения смолы помещают в пакет из москитной сетки.

Пакет помещают в стакан на 250 $см^3$, содержащий 5 $см^3$ соляной кислоты *на каждый грамм остатка*, и удерживают его в стакане в вертикальном положении.

После прекращения выделения газа пакет извлекают и помещают его в другой стакан со свежей кислотой.

Примечание — Соляную кислоту можно использовать для проведения нескольких испытаний.

После прекращения выделения газа пакет с остатком извлекают и промывают водопроводной водой до тех пор, пока остаток не станет белым.

Остаток извлекают из пакета и отжимают, чтобы убедиться в том, что весь наполнитель растворился.

Остаток сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °С в течение 30 мин.

Далее переходят к взвешиванию (см. 8.4.3.2).

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного международного стандарта

ДА.1

8.4.2 Оборудование

8.4.2.2 Стеклянный фильтр, диаметр 40 мм, пористость 4 (размер пор от 5 до 15 мкм).

Примечание — Изменение допустимых размеров пор фильтра обусловлено отличиями требований стандарта ГОСТ 25336 от требований международного стандарта ИСО 4793.

ДА.2

9.2 Оборудование

9.2.6 Стакан 500 мл.

9.2.13 Стеклянный фильтр, диаметр 40 мм, пористость 4 (размер ячеек от 5 до 15 мкм).

Примечание — Изменение объема стакана и допустимых размеров пор фильтра обусловлено отличиями требований ГОСТ 25336 от требований ИСО 4793.

Приложение ДБ
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта

ДБ.1

10 Прецизионность

Из-за отсутствия данных межлабораторных испытаний прецизионность описанного метода неизвестна.

Примечание — Исключение раздела обусловлено тем, что он является неинформативным.

Приложение ДВ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта			Структура международного стандарта ИСО 11667:1997		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1	—	—	1	—	—
2	—	—	2	—	—
3	3.1	—	3	3.1	—
4	—	—	4	—	—
5	—	—	5	5.1—5.3	—
6	—	—	6	—	—
7	—	—	7	—	—
8	8.1	—	8	8.1	—
	8.2	—		8.2	8.2.1—8.2.5
	8.3—8.5	—		8.3—8.5	—
9	9.1	—	9	9.1	—
	9.2	—		9.2	9.2.1—9.2.14
	9.3—9.4	—		9.3—9.4	—
—	—	—	10*	—	—
10	—	—	11	—	—
Приложения		А	Приложения		А
		ДА			—
		ДБ			—
		ДВ			—
		ДГ			—
*Раздел исключен, т.к. является неинформативным.					

Приложение ДГ
(справочное)

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

Таблица ДГ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 25336	NEQ	ИСО 4793 «Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости, классификация и обозначение»
ГОСТ 32794	NEQ	ИСО 472 «Пластмассы. Словарь»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 678.01:536.468:006.354 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, содержание смолы, содержание наполнителя, растворение

БЗ 11—2017/264

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 10.11.2017. Подписано в печать 15.11.2017. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 22 экз. Зак. 2279.
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