ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57995— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение характеристик при отверждении термореактивных смол динамическим механическим анализом при помощи реометра

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») 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 24 ноября 2017 г. № 1833-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д7750-12 «Стандартный метод испытания на определение характеристик при отверждении термореактивных смол динамико-механическим методом с помощью реометра для герметизированных образцов» (ASTM D7750-12 «Standard Test Method for Cure Behavior of Thermosetting Resins by Dynamic Mechanical Procedures using an Encapsulated Specimen Rheometer», MOD). При этом дополнительные слова, фразы, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом.

Отдельные структурные элементы изменены в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5.

В тексте настоящего стандарта ссылка на стандарт АСТМ Д4065 заменена дополнительным приложением ДА.

Отдельные пункты и подпункты, не включенные в текст настоящего стандарта, приведены в дополнительном приложении ДБ.

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

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования примененного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ, приведены в 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, 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Аппаратура 2
6 Образцы для испытаний 4
7 Калибровка аппаратуры 4
8 Подготовка к проведению испытаний 5
9 Проведение испытаний 5
10 Обработка результатов 6
11 Протокол испытаний 8
Приложение ДА (справочное) Уравнения, используемые при определении характеристик при отверждении динамическим механическим анализом 10
Приложение ДБ (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ 11
Приложение ДВ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ 13
Приложение ДГ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение характеристик при отверждении термореактивных смол динамическим механическим анализом при помощи реометра

Composite polymers. Determination of curing behavior of thermosetting resins by dynamic mechanical procedures using a rheometer

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает динамический механический анализ определения характеристик при отверждении термореактивных смол с инертным армированием или волокном. Также метод может быть использован для определения свойств при отверждении наполненных смол и смол без армирования.

Настоящий метод основан на вынужденных колебаниях с постоянной амплитудой и применим в диапазоне температур от комнатной температуры до 250 °С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9833 Кольца резиновые уплотнительные круглого сечения для гидравлических и пневматических устройств. Конструкция и размеры

ГОСТ Р 56683 Композиты полимерные. Обозначение направлений армирования

ГОСТ Р 56801—2015 (ИСО 6721-1:2011) Пластмассы. Определение механических свойств при динамическом нагружении. Часть 1. Общие принципы

ГОСТ Р 57739—2017 Композиты полимерные. Метод определения температуры стеклования методом динамического механического анализа

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 термины по ГОСТ Р 56801, а также следующий термин с соответствующим определением:

Издание официальное

3.1 **реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов:** Динамический механический анализатор, удерживающий образец под давлением внутри замкнутой полости.

Примечание — Реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов предназначен для удержания смолы внутри образца в ходе процесса отверждения.

4 Сущность метода

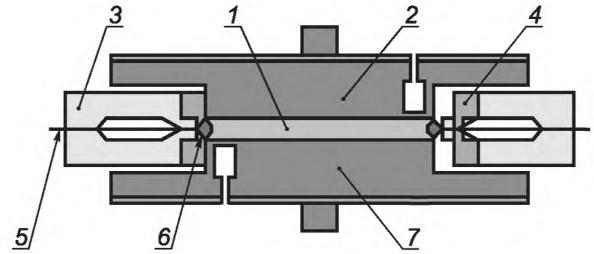
Небольшой круглый образец из неотвержденных термореактивных смол, соответствующих смолам, используемым для изготовления полимерных композитов, подвергают механическим колебаниям с фиксированной частотой или в изотермических условиях, или в условиях линейного повышения температуры, или в условиях, имитирующих изменение температуры в зависимости от времени кондиционирования, указанного в технологической документации. Нижняя пластина совершает колебания и передает момент от нижней пластины через образец на верхнюю пластину. Полученный момент, измеряемый на верхней пластине, преобразуют в модуль сдвига в соответствии с уравнением, учитывающим поправку на форму и размеры образца. Модуль сдвига состоит из компонента, соответствующего фазе приложенной деформации, или модуля упругости при сдвиге, и компонента, соответствующего сдвинутой на 90° фазе приложенной деформации, или модуля потерь при сдвиге. Модуль упругости при сдвиге и модуль потерь при сдвиге измеряют в зависимости от времени. В процессе отверждения модуль упругости при сдвиге первоначально будет уменьшаться по мере повышения температуры из-за уменьшения вязкости смолы в образце, в момент отверждения в образце модуль упругости при сдвиге возрастает.

5 Аппаратура

5.1 Реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов

5.1.1 Реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов (см. рисунок 1) представляет собой динамический механический анализатор, определяющий характеристики при отверждении при помощи измерения напряжения сдвига при кручении в одном из следующих режимов:

- вынужденное нагружение с постоянной амплитудой и с фиксированной частотой;
- вынужденное нагружение с переменной амплитудой и с фиксированной частотой.



1 — образец; *2* — верхняя форма; *3* — пластины; *4* — уплотнение формы; *5* — разделительная пленка; *6* — уплотнительное кольцо; *7* — нижняя форма

Рисунок 1 — Схема реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов

Примечание — Реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов предназначен для удержания образца смолы с инертным армированием, например волокном, под давлением и предотвращения протекания смолы так, чтобы соотношение «волокно — смола» оставалось постоянным на протяжении всего испытания. Образец в настоящем методе испытаний является эластичным и диссипативным элементом в системе пульсирующего сдвига с механическим приводом.

5.1.2 Реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов должен включать:

- верхнюю и нижнюю формы в виде параллельных пластин с зубцами или радиальными канавками на поверхности. Диаметр форм должен составлять (40 ± 2) мм. Глубина канавок должна быть не более 1,0 мм, *чтобы избежать протекания смолы и, соответственно, изменения соотношения «волокно — смола».*
- полость для герметизированного образца. Образец должен быть герметизирован двумя формами и рядом механических компонентов по диаметру наружной пластины, предназначенной для удержания образца под давлением без потерь смолы, в том числе уплотнительным кольцом *по ГОСТ 9833.*

5.1.3 Толщина образца — от 2,6 до 3,2 мм. При обработке результатов необходимо учитывать поправки на фактическую толщину образца.

5.1.4 Для исключения соскальзывания образца механизм закрывания пластин должен обеспечивать давление на образец не менее 4200 кПа.

5.1.5 Система вибрации реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов должна состоять из электродвигателя для непосредственной передачи вращения, передающего крутящие колебательные движения на нижнюю пластину, создающие непрерывную колебательную деформацию в образце в плоскости полости герметизированного образца.

5.1.6 Для непрерывного измерения состояния образца деформация должна быть синусоидальной, прилагаться и сниматься непрерывно. Диапазон амплитуды должен быть от ±0,005° до ±0,060°. Итоговая деформация при номинальной толщине образца будет варьироваться от ±0,07 до ±0,8 %.

Примечание — Рекомендуемое значение деформации для измерения свойств термореактивной смолы при отверждении составляет ±0,7 %.

5.1.7 Реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов должен иметь детекторы, устройство или устройства для определения зависимых и независимых экспериментальных параметров, таких как момент, частота, амплитуда деформации и температура. Температура на наружном диаметре пластины должна измеряться с погрешность не более 0,3 °С, частота — с погрешность не более ±0,1 %, момент — с погрешность не более ±0,001 Н·м.

5.1.8 Для прямого нагрева и охлаждения пластин с возможностью регулирования температуры пластин *в соответствии с заданной программой отверждения* реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов должен иметь систему регулирования температуры. На рисунке 2 показаны стандартная программа отверждения, зависимость температуры от времени при отверждении. Система регулирования температуры должна быть достаточно стабильной, чтобы обеспечить возможность измерения температуры в пределах ±0,3 °С во время нагрева и ±1 °С во время охлаждения. На рисунке 2 также показано, что температура образца отличается от рекомендованной программы отверждения. Изменение температуры в реометре с параллельным зазором для герметизированных образцов должно происходить либо в соответствии с рекомендуемой программой отверждения, либо по программе отверждения, соответствующей требованиям заказчика испытаний.

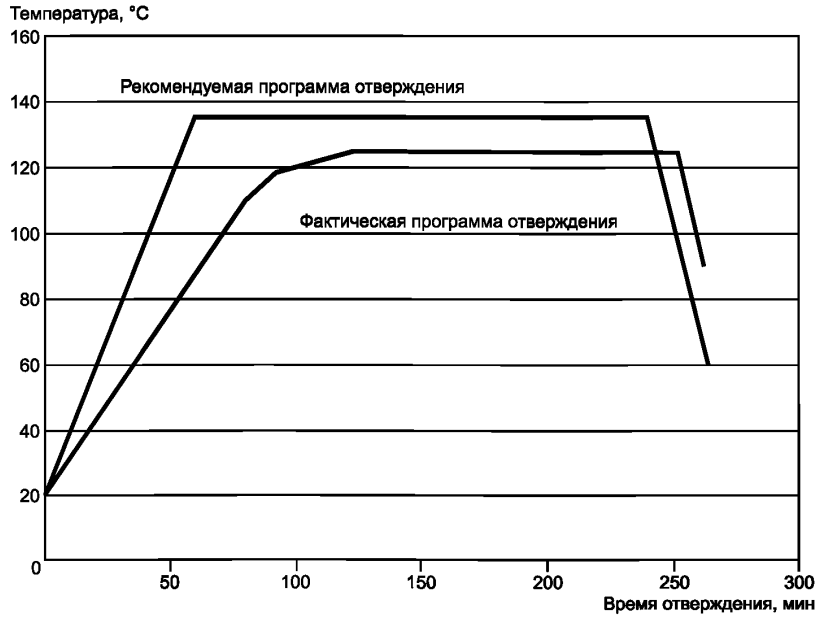


Рисунок 2 — Стандартная температурная программа отверждения компонентов и фактическая температура при отверждении

5.2 Используемая аппаратура должна обеспечивать возможность учета систематических погрешностей при измерении, правильное определение значений, применяемых при обработке результатов.

6 Образцы для испытаний

6.1 Для испытаний используют смолы, смолы с армирующим наполнителем или препреги, соответствующие используемым для изготовления полимерных композитов.

6.2 Для испытаний используют образцы диаметром (38 ± 0,5) мм (см. рисунок 3) или диаметром, рекомендуемым в технической документации на реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов.

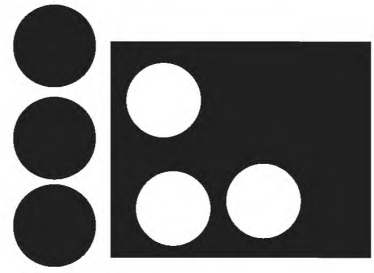


Рисунок 3 — Нарезка дисков из листа материала при помощи кольцевого вырубного штампа

Для формирования образца для испытаний необходимо сложить друг на друга несколько дисков неотвержденного материала диаметром, равным диаметру образца. Количество дисков, необходимых для формирования образца, зависит от типа волокна и его архитектуры. Рекомендуемое исходное значение толщины перед сжатием образца должно быть 4 мм. Конечный отвержденный образец после завершения испытаний должен иметь толщину от 2,6 до 3,2 мм. Часто реометр с параллельным зазором для герметизированных образцов сжимает образец и уменьшает его исходную толщину. Количество дисков может меняться в зависимости от соотношения «смола — волокно» в образце. При необходимости для обеспечения рекомендуемой толщины образца используют значение массы образца. Необходимое значение массы смолы, используемой для изготовления образца, определяют для каждого сочетания смолы и волокна. Во всех случаях для сопоставления результатов испытаний необходимо использовать образцы с одинаковой массой или толщиной.

6.3 Для избежания потери смолы в ходе испытаний на наружный диаметр образца помещают эластичное уплотнительное кольцо. Образец помещают между двумя листами разделительной пленки, чтобы устранить необходимость очистки аппаратуры после испытаний. Пленка предотвращает загрязнение поверхности пластин смолами или другими материалами, которые могут быть выделены из образца. Стойкость применяемой пленки к температуре должна соответствовать температуре применяемой программы отверждения. При различных диапазонах температур используют различные пленки.

6.4 Низковязкие неотвержденные смолы можно измерять под давлением с армирующим наполнителем или без армирующего наполнителя.

6.5 Результат испытаний принимают, если эластичное уплотнительное кольцо остается неповрежденным на наружном диаметре образца, а толщина отвержденного образца находится в пределах допустимого диапазона. Любые формы поверхности пластин, например канавки, должны совпадать с соответствующими формами на отвержденном образце.

7 Калибровка аппаратуры

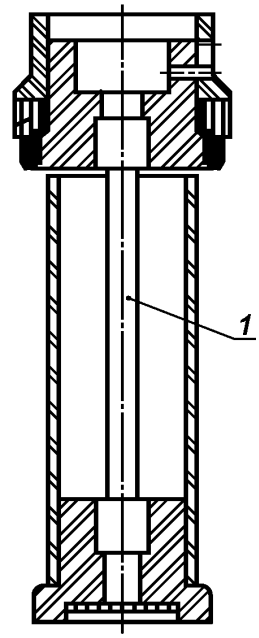
7.1 Калибровка момента реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов должна выполняться в соответствии с рекомендациями производителя.

7.1.1 Калибровку выполняют при каждой смене уплотнительного кольца.

7.1.2 Для калибровки момента реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов необходимо использовать устройство эталонного момента (см. рисунок 4). Устройство эта-

лонного момента вставляют между верхней и нижней пластинами. Эталонные значения для углового смещения и соответствующего момента устанавливает производитель аппаратуры для каждого эталона момента.

Примечание — Устройство эталонного момента вставляют между пластинами, когда они находятся в открытом положении, и крепят к верхней и нижней пластинам.



1 — шток с торсионной пружиной

Рисунок 4 — Устройство эталонного момента

7.2 Точность измерения температуры пластин необходимо проверять в соответствии с рекомендациями производителя реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов.

8 Подготовка к проведению испытаний

8.1 Кондиционирование

Неотвержденную смолу или препрег хранят при низких температурах, приблизительно минус 18 °С, *если иное не указано в нормативном документе или технической документации на продукцию*. Перед проведением испытаний с целью имитации отверждения материала образец подвергают такой же обработке, как при изготовлении полимерного композита. В том числе должны быть одни и те же даты изготовления и время извлечения из условий хранения до укладки. Для предотвращения конденсации влаги охлажденный материал, извлеченный из холодильника или морозильника, хранят в герметичном контейнере до достижения материалом температуры окружающей среды.

9 Проведение испытаний

9.1 Перед проведением испытаний записывают в протоколе испытаний следующие параметры:

9.1.1 Условия хранения материала до испытаний и время вне условий холодного хранения до начала испытаний.

9.1.2 Количество слоев материала для образца и обозначение направлений армирования слоев по ГОСТ Р 56683.

9.1.3 Температурную программу отверждения.

9.1.4 Начальное и конечное значения амплитуды деформации.

9.1.5 Требуется ли определение температуры стеклования T_g после отверждения, и при необходимости необходимую скорость линейного изменения температуры.

9.2 Общие указания

9.2.1 Проверяют правильность выбранной программы температуры отверждения и стабильность температуры пластин аппаратуры. При значении начальной температуры менее 40 °С температура должна находиться в пределах ±2 °С, при начальной температуре выше 40 °С — в пределах ±0,5 °С.

9.2.2 Задают амплитуду деформации для реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов.

9.2.2.1 Для образца, содержащего армирующие волокна, амплитуда деформации составляет 0,7 %.

9.2.2.2 Для образца неотвержденной смолы рекомендуемая амплитуда деформации находится в диапазоне от 0,7 до 10 % в режиме регулируемого напряжения. Начинают испытание при максимальной деформации, после чего деформацию на образце снижают до минимального уровня по мере формирования полимерной структуры за счет полимеризации или сшивания во избежание ее механического разрушения.

9.3 Помещают образец на лист разделительной пленки, затем помещают уплотнительное кольцо на наружный диаметр образца и второй лист разделительной пленки сверху образца.

9.4 Разводят пластины и осторожно устанавливают образец по центру на нижней пластине, проверив, что уплотнительное кольцо не будет повреждено при опускании верхней пластины.

9.5 Опускают верхнюю пластину и начинают испытание.

9.6 По завершении испытаний извлекают образец и измеряют его толщину.

9.7 По окончании испытаний извлекают образец. Измеряют толщину и вносят во все расчеты модулей поправки на изменение толщины образца. Уравнения расчета принудительных крутильных колебаний при постоянной амплитуде и частоте приведены в приложении ДА.

Примечание — Рекомендуется извлекать образец из металлических пластин при повышенных температурах, близких к температуре стеклования.

9.8 При необходимости после окончательного отверждения образца может быть измерена температура стеклования T_g. Определение температуры стеклования выполняют перед снятием давления от аппаратуры следующим образом:

9.8.1 Доводят температуру образца до 40—50 °С.

9.8.2 Повышают линейно температуру до температуры выше предполагаемой T_g, или выше верхнего предела температуры образца или аппаратуры, или и того, и другого, со скоростью от 2 до 10 °С/мин. Рекомендуемая частота колебаний во время измерения температуры стеклования составляет 1 Гц.

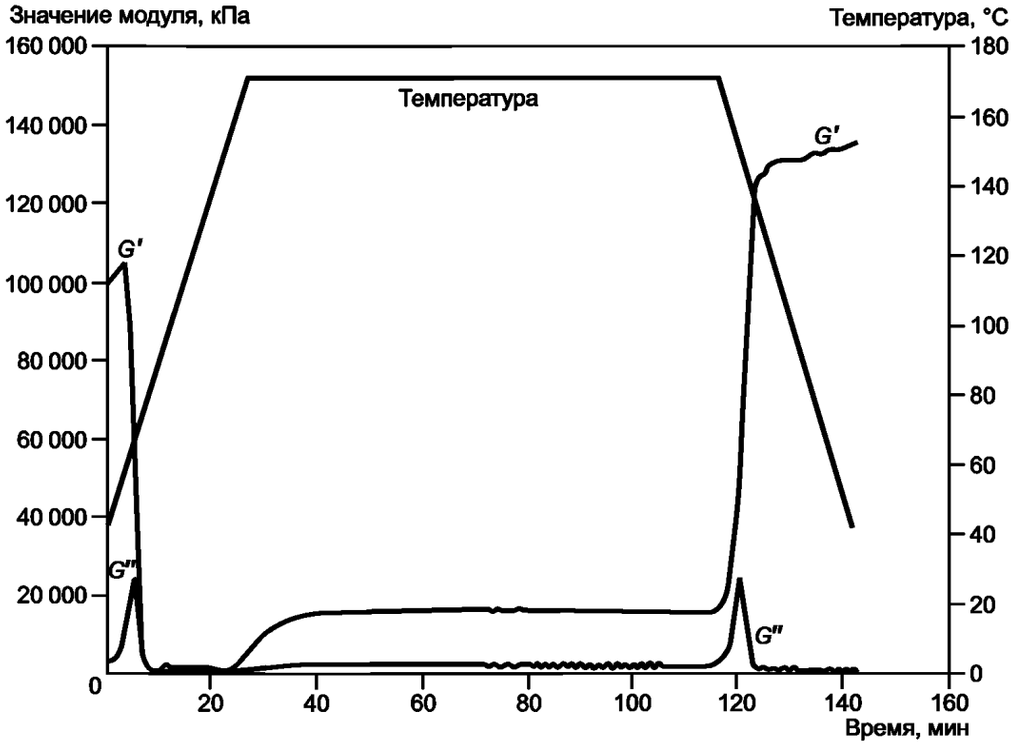
10 Обработка результатов

10.1 Показатели характеристик отверждения (модуль упругости при сдвиге G', модуль потерь G'', тангенс угла механических потерь, комплексный модуль при сдвиге G^* и комплексная вязкость) определяют в соответствии с инструкцией по эксплуатации реометра с параллельным зазором для герметизированных образцов или в соответствии с приложением ДА.

10.2 Комплексную вязкость η^* определяют на основе значения G^*/ω, где G^* комплексный модуль при сдвиге, а ω — частота осцилляций в радианах в секунду.

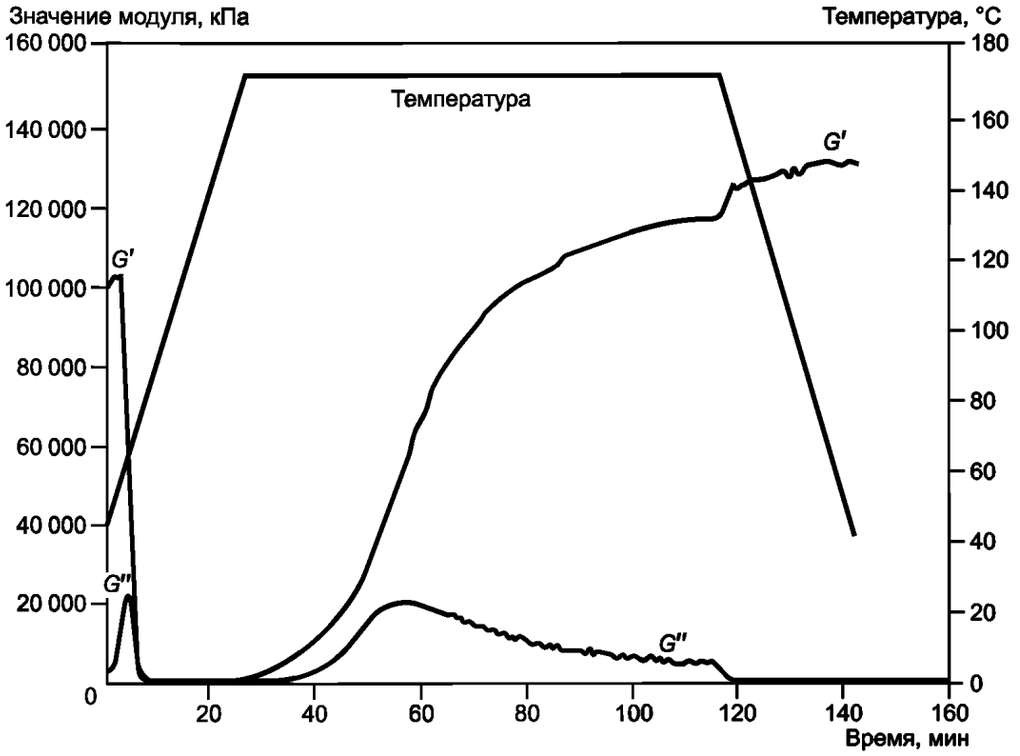
10.3 Строят графики зависимости модуля упругости и модуля вязкости от температуры и от времени. Для определения характеристик при отверждении используют график зависимости от времени, для определения температуры стеклования T_g — график зависимости от температуры.

Испытания на определение характеристик при отверждении в зависимости от того, превышает максимальная температура в ходе испытаний на отверждение окончательную величину T_g или нет, дают, как правило, один из двух типов результатов. На рисунках 5 и 6 приведены примеры каждого случая.



G' — график зависимости модуля упругости; *G*" — график зависимости модуля потерь

Рисунок 5 — Пример графика отверждения смолы, если максимальная температура при испытании выше температуры стеклования смолы



G' — график зависимости модуля упругости; *G*" — график зависимости модуля потерь

Рисунок 6 — Пример графика отверждения смолы, если максимальная температура при испытании ниже температуры стеклования смолы

10.4 Точка на графике характеристик при отверждении, соответствующая пересечению графиков модуля упругости (*G′*) и модуля потерь *(G″)*, где тангенс угла механических потерь (*G″/G′*) = 1,0, соответствует температуре гелеобразования для термореактивной смолы или системы композитного препрега.

Определяют температуру гелеобразования по следующим признакам (см. рисунок 7):

- времени достижения пика модуля потерь *G″* до реакции окончательного отверждения;
- времени достижения пика тангенса угла механических потерь до реакции окончательного отверждения;
- времени, когда значение модуля упругости *G′* резко возрастает;
- времени, когда значение тангенса угла механических потерь начинает быстро снижаться.

10.5 При определении температуры стеклования T_g фактическое значение определяют, используя один из признаков, показанных на рисунке 8, и перечисленных ниже:

- логарифм графика зависимости динамического модуля упругости от температуры [см. ГОСТ Р 57739—2017 (подраздел 8.1)]. Температура обозначена как T_g.
- пик тангенса угла механических потерь в зависимости от температуры [см. ГОСТ Р 57739—2017 (подраздел 8.2)]. Температуру стеклования, определенную по данному признаку, обозначают как T_t.

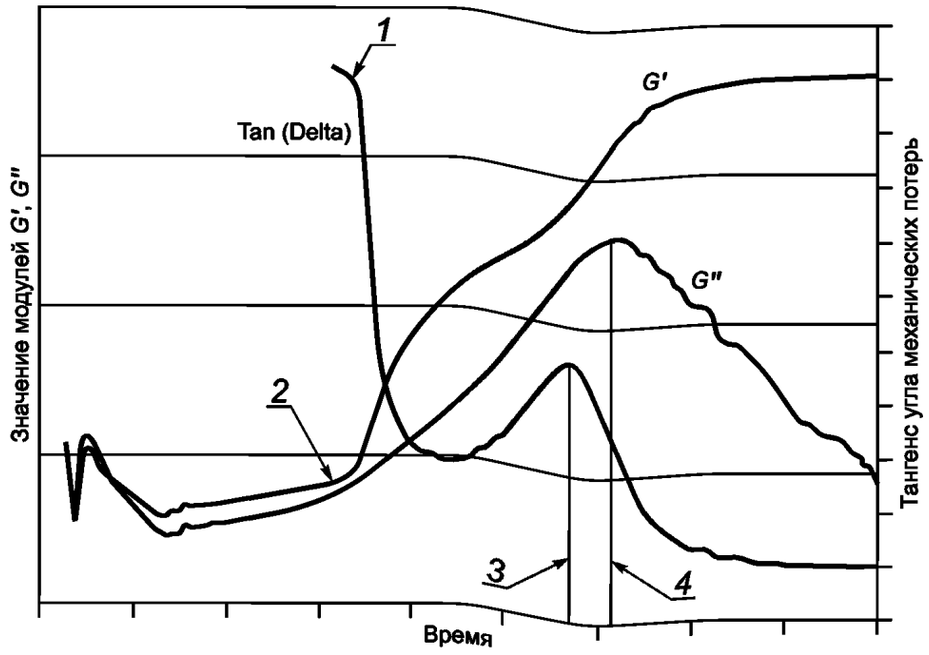
10.6 Образцы с заметным дефектом бракуют. К дефектам относят: разорванные уплотнительные кольца, недостаточную толщину образца или закругленные канавки на образце.

10.7 Результаты испытаний могут быть отбракованы в случае несоблюдения требований настоящего стандарта. При необходимости сохраняют результаты таких испытаний, указывая в протоколе испытаний допущенные отклонения от требований.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- *ссылку на настоящий стандарт;*
- полную идентификацию испытуемого материала (наименование, код или инвентарный номер, дату, форму, источник поставки, тип волокна, количество слоев или массу образца, ориентацию волокон, номер партии, номер рулона и т. д.);
- толщину образца в конце испытаний;
- дату проведения калибровки момента;
- сведения о кондиционировании образца перед испытанием;
- температурную программу отверждения, выбранную для анализа характеристик отверждения (скорость линейного изменения температуры и время выдержки образца при заданной температуре при необходимости или ссылка на документацию, содержащую данную информацию);
- значения модуля упругости при сдвиге *G′*, модуля потерь *G″* и комплексной вязкости η^* в зависимости от времени и средней температуры в ходе испытания, время и температуру повышения вязкости после достижения минимальной вязкости или температуру и время в точке гелеобразования;
- минимальную вязкость, являющуюся самой низкой точкой на кривой вязкости в указанных условиях;
- температуру и время, соответствующие моменту после достижения минимальной вязкости, когда значения модуля упругости при сдвиге *G′* и модуля потерь *G″* равны (тангенс угла механических потерь равен единице);
- время, соответствующее пересечению касательных линий минимальной вязкости и последующего быстрого увеличения вязкости вследствие повышения температуры. Данное время соответствует началу гелеобразования;
- окончательные значения *модуля упругости при сдвиге G′* и модуля потерь *G″*;
- температуру стеклования T_g или T_t и использованный признак для ее определения, если проводили определение;
- диапазон амплитуды деформации и частоту;
- уравнения, использованные для расчета значений;
- используемую разделительную пленку;
- уплотнительное кольцо.



1 — время, когда значение тангенса угла механических потерь начинает быстро снижаться;
2 — время, когда значение модуля упругости *G'* резко возрастает;
3 — время достижения пика тангенса угла механических потерь; *4* — время достижения пика модуля потерь *G"*

Рисунок 7 — Методы определения температуры гелеобразования в ходе реакции отверждения, когда *G'* всегда отличается от *G"*

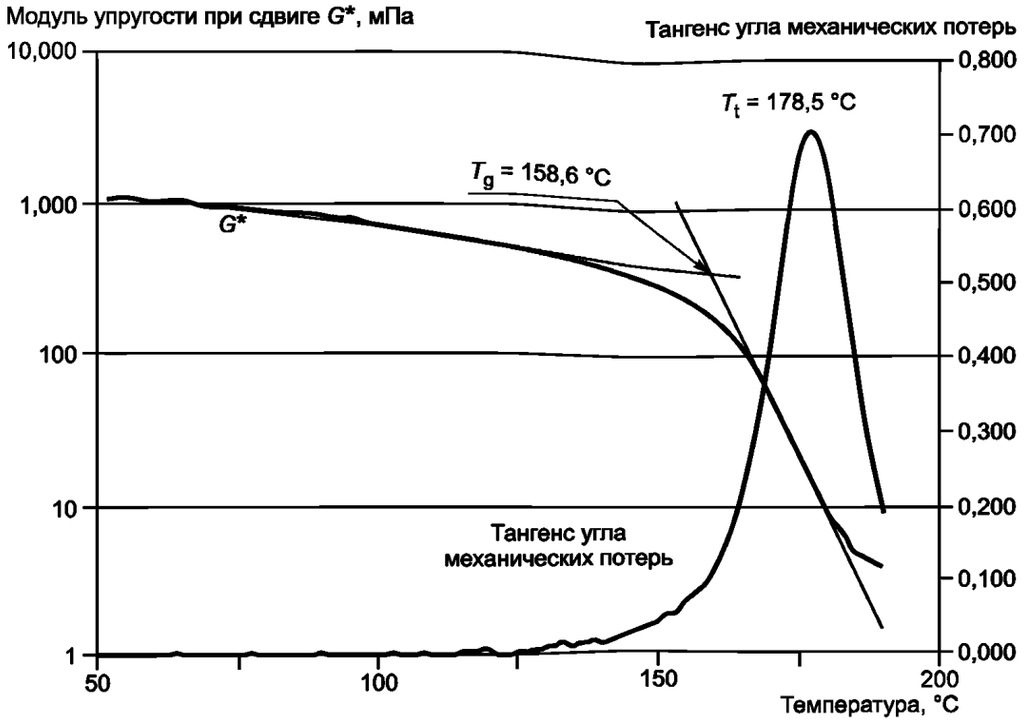
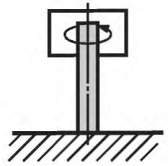


Рисунок 8 — Динамические методы определения температуры стеклования T_g после отверждения или T_t линейным изменением температуры

Приложение ДА
(справочное)

Уравнения, используемые при определении характеристик при отверждении динамическим механическим анализом

Таблица ДА.1

<table>
<tr><th rowspan="2">Метод</th><th rowspan="2">Входное воздействие</th><th rowspan="2">Вид колебаний</th><th rowspan="2">Диапазон частоты, Гц</th><th rowspan="2">Размер образца</th><th colspan="3">Уравнения</th></tr>
<tr><th>Деформация</th><th>Эластичная компонента</th><th>Затухающая компонента</th></tr>
<tr><td rowspan="4">Механический динамический спектрометр</td><td rowspan="4">Синусоидальные колебания с постоянной или изменяемой амплитудой</td><td rowspan="4">Вынужденные колебания с постоянной амплитудой; колебания сдвига с постоянной или изменяемой амплитудой
</td><td rowspan="4">0,0016—80</td><td>От 0,5t до 6,4t
12,7b
63,5L</td><td rowspan="3">Прямоугольное сечение
$\frac{K\theta(3\alpha+1{,}8b)}{8b^2Lt^2}$</td><td>Прямоугольное сечение</td><td>$G''=\frac{TL\sin\delta}{\theta K}$</td></tr>
<tr><td colspan="2">$G=\frac{TL\cos\delta}{K\theta}$
где $K=bt^3\left[\frac{16}{3}-3{,}63\frac{t}{b}\left(1-\frac{t^4}{12b^4}\right)\right]$
tan δ — определяется напрямую</td></tr>
<tr><td>Диаметр: 3,2; 4,7; 6,4
63,5L</td><td rowspan="2">Круглое сечение
$\frac{r\theta}{L}$</td><td>$G'=\frac{TL\sin\delta}{\theta\pi r^4}$</td><td>$G''=\frac{TL\sin\delta}{\theta\pi r^4}$</td></tr>
<tr><td colspan="2">tan δ — определяется напрямую</td></tr>
<tr><td colspan="7">Обозначения:
t — толщина образца; r — радиус образца;
b — ширина образца; α — параллельное смещение;
L — длина образца; θ — угловое смещение</td></tr>
</table>

Приложение ДБ
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ

ДБ.1

1.1 Для испытаний применяют герметизированные образцы, которые деформируются при скручивающем сдвиге с помощью динамико-механических процессов.

1.2 Графики комплексного модуля, комплексной вязкости, коэффициента затухания или тангенса угла механических потерь в зависимости от времени или температуры, или и того, и другого, позволяют количественно определить термическое развитие характеристик смолы или смолы на волокне при отверждении.

1.3 Результаты испытания, полученные по настоящему методу, актуальны и необходимы для оптимизации циклов отверждения.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

ДБ.2

5 Значимость и применение

5.1 Данный метод представляет собой простой способ описания характеристик образцов из термореактивной смолы при отверждении, применяемой при формировании композита. Диаметр образца составляет приблизительно 38 мм, а толщина варьируется от 2,6 до 3,2 мм. Это соответствует объему образца приблизительно от 3 до 4 $см^2$. Результаты испытаний могут быть использованы для контроля качества, научных исследований и разработок, а также контроля процесса отверждения в технологическом оборудовании, например в автоклавах.

5.2 Динамические механические испытания представляют собой чувствительный метод определения характеристик при отверждении посредством измерения модуля упругости и потерь в зависимости от температуры или времени, или и того, и другого. Графики характеристик при отверждении и тангенса угла механических потерь материала позволяют получить графическое отображение характеристики при отверждении при определенном временно-температурном профиле. На динамические свойства материала может влиять наличие волокон в смоле, тем не менее при сравнении результатов испытаний различных смол с одинаковым наполнением волокнами прослеживаются различия, связанные с различными характеристиками отверждения неармированных смол.

5.3 Настоящий метод можно использовать для оценки следующих параметров:

5.3.1 Характеристик при отверждении и их изменения в зависимости от температуры или времени, или и того, и другого;

5.3.2 Характеристик в процессе производства, а также их изменения в зависимости от температуры или времени, или и того, и другого;

5.3.3 Влияния технологической обработки;

5.3.4 Относительных свойств смол, включая характеристики при отверждении, уменьшающие сопротивление и сопротивление удару;

5.3.5 Влияния армирования на отверждение;

5.3.6 Влияния используемого материала для склеивания смолы и армирования;

5.3.7 Влияния технологических добавок, способных воздействовать на технологичность или эксплуатационные характеристики.

5.4 Настоящий метод позволяет оценить свойства термореактивной смолы при отверждении, содержащей тканное волокно или армирующий материал.

5.5 Настоящий метод подходит для широкого диапазона частот колебаний, обычно в пределах от 0,002 до 50 Гц.

ДБ.3

6.1 Мешающее воздействие

6.1 При использовании различных условий испытаний могут возникать очевидные расхождения в результатах испытаний. Данные расхождения обычно можно привести к сопоставимому виду без изменения наблюдаемых данных путем составления полного описания (согласно настоящему методу) условий, в которых получены такие результаты. Одним из важнейших условий в рамках настоящего метода, которое обеспечивает хорошую точность, является наличие давления внутри капсулы для образцов.

6.2 Во многих случаях образцы, изготовленные по настоящему методу, будут значительно меньше деталей в производстве. Важно, чтобы образцы изготовлялись из неотвержденного материала, обладающего такими же характерными свойствами, как и материал, применяемый в производстве деталей, что позволит обеспечить возможность применения результатов испытаний для оценки отверждения деталей.

6.3 Результат испытаний является реакцией образца смолы на изменения температуры на термическое развитие характеристик смолы при отверждении. На характеристики при отверждении также влияют армирование и материалы, используемые для повышения адгезии между смолой и армированием. В качестве армирующего наполнителя может использоваться волокно или инертный наполнитель.

6.4 Результаты будут представлять собой отверждение системы при измеренной температуре. Детали зачастую значительно толще образца. Между профилем зависимости температуры от времени на внешней и внутренней сторонах этих составных частей может наблюдаться значительная разница. Для измерения обоих температур во время процесса отверждения толстой детали можно использовать термопары. Настоящий метод можно использовать для образцов динамического отверждения для определения профилей зависимости температуры от времени. Результаты могут использоваться для сопоставления реакции при отверждении для внутренней и внешней частей композитной детали.

ДБ.4

7.1 Испытательное устройство

Функция испытательного устройства заключается в удерживании образца смолы с инертным армированием, например волокном, под давлением и предотвращении выхода смолы. Ввиду этого соотношение «волокно — смола» будет оставаться постоянным на протяжении всего испытания. Материал действует как эластичный и диссипативный элемент в системе пульсирующего сдвига с механическим приводом. Динамико-механический прибор создает напряжение сдвига при кручении в одном из следующих режимов измерения характеристик при отверждении:

- вынужденные колебания с постоянной амплитудой и постоянной частотой;
- вынужденные колебания с переменной амплитудой и постоянной частотой.

ДБ.5

15 Прецезионность и систематическая погрешность

15.1 Данные стандартного отклонения повторяемости для некоторых стандартных измерений характеристик при отверждении приведены в таблице ДА.1. Они основаны на параллельных результатах испытаний пяти образцов эпоксидного препрега в рамках одной лаборатории. Образцы были отверждены линейным повышением температуры с 48,9 до 176,7 °С при скорости 30 °С/мин с последующей выдержкой при 176,7 °С в течение двух часов. Деформация на образце составила 0,7 %, частота колебаний составила 1,667 Гц. В настоящее время осуществляется межлабораторное исследование по определению воспроизводимости настоящего метода испытания. Систематическая погрешность не была определена.

Таблица ДБ.1 — Прецизионность измерения характеристик при отверждении

Показатель	Среднеарифметическое значение	Стандартное отклонение повторяемости *Sr*	Предел повторяемости *r*
Минимальное значение модуля *G**, МПа	0,0704	0,0049	0,0136
Максимальное значение модуля *G**, МПа	260,6	7,5	21,1
Значение модуля *G** при температуре гелеобразования, МПа	0,147	0,013	0,035
Температура гелеобразования, мин (определенная по резкому возрастанию модуля упругости *G'*)	21,09	0,12	0,33
T после отверждения, °С (определенная по тангенсу угла механических потерь)	213,3	0,66	1,85
T_g после отверждения, °С («перегиб» графика *G**)	188,9	0,85	2,37

Приложение ДВ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта	Структура стандарта ASTM Д7750-12
1 Область применения (1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки (2)	2 Ссылочные документы
3 Термины и определения (3)	3 Терминология
4 Сущность метода (4)	4 Сущность метода
5 Аппаратура (7)	5 Значимость и применение*
6 Образцы для испытаний (8)	6 Влияющие факторы*
7 Калибровка аппаратуры (9)	7 Аппаратура
8 Подготовка к проведению испытаний (9, 10)	8 Образцы для испытаний
9 Проведение испытаний (11)	9 Калибровка и нормирование
10 Обработка результатов (12)	10 Кондиционирование
11 Протокол испытаний (14)	11 Проведение испытаний
Приложение ДА (справочное) Уравнения, используемые при определении характеристик при отверждении динамическим механическим анализом	12 Обработка результатов
Приложение ДБ (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ	13 Проверка правильности**
Приложение ДВ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ	14 Протокол испытаний
Приложение ДГ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ	15 Прецизионность
	16 Ключевые слова***

* Данный раздел исключен, так как носит поясняющий характер.
** Данный раздел исключен, так как его положения размещены в других разделах настоящего стандарта.
*** Данный раздел исключен, ключевые слова приведены в библиографических данных.

Примечание — После заголовков разделов (подразделов) настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов (подразделов) стандарта АСТМ.

Приложение ДГ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов стандартам ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте ASTM

Таблица ДГ.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта ASTM
ГОСТ Р 57739—2017	MOD	ASTM D7028 «Стандартный метод определения температуры стеклования полимерных композитов методом динамического механического анализа»
ГОСТ Р 56683—2015	MOD	ASTM D6507 «Практические указания по кодам ориентации волоконного армирования для композитных материалов»
ГОСТ Р 56801—2015 (ИСО 6721-1:2011)	NEQ	ASTM D4092 «Стандартная терминология для пластмасс. Динамические механические свойства»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентный стандарт.

УДК 678.501.543:006.354 ОКС 83.080

Ключевые слова: полимерные композиты, характеристики отверждения, смолы для пултрузии, динамический механический анализ, реометр для герметизированных образцов

БЗ 12—2017/182

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 27.11.2017. Подписано в печать 12.01.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 21 экз. Зак. 2630.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru