ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56789— 2015

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

ПРЕПРЕГИ

Метод определения содержания летучих веществ в препреге

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик» и Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 497

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 27 ноября 2015 г. № 2046-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д3530М—97(2008)«Стандартный метод определения содержания летучих компонентов в препрегах из композитных материалов»(ASTM D3530–97 (2008) «Standard Test Method for Volatiles Content of Composite Material Prepreg») путем изменения содержания отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста. Оригинальный текст этих структурных элементов примененного стандарта АСТМ приведен в дополнительном приложении ДА. Отдельные структурные элементы изменены в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения, а также в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5.

В настоящий стандарт не включены разделы 5, 6, 8, 10, 15, ссылки на ASTM E177, ASTM E1309, NFPA 86 примененного стандарта АСТМ, которые нецелесообразно применять в российской национальной стандартизации в связи с тем, что они имеют рекомендательный, поясняющий или справочный характер.

Указанные разделы, не включенные в основную часть настоящего стандарта, приведены в дополнительном приложении ДБ.

В настоящем стандарте вместо ссылочных стандартов АСТМ использованы соответствующие межгосударственные стандарты.

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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, 2016

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

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ
ПРЕПРЕГИ
Метод определения содержания летучих веществ в препреге

Polymer composites. Prepreg. Method for determination of volatiles content in prepreg

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на препреги, которые представляют собой армирующие волокна, предварительно пропитанные термореактивной смолой, и устанавливает метод определения содержания летучих веществ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 32794—2014 Композиты полимерные. Термины и определения *(ISO 472:2013 Пластмассы. Словарь)*

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 32794, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **содержание летучих веществ, %** (volatiles content): Массовая доля летучих веществ в препреге, определенная при заданных условиях.

4 Сущность метода

Метод заключается в установлении изменения массы образца для испытаний при его нагревании в сушильном шкафу при заданной температуре в течение заданного времени.

5 Оборудование

5.1 Нож с односторонней заточкой лезвия.

5.2 Шаблон, обеспечивающий получение образцов для испытания заданной площади с погрешностью не более 2 %.

5.3 Весы аналитические по ГОСТ Р 53228 с погрешностью измерения не более 0,0001 г.

5.4 Сушильный шкаф с циркуляцией воздуха, способный поддерживать заданную температуру с точностью ± 3 °С.

5.5 Эксикатор по ГОСТ 25336.

5.6 Секундомер.

5.7 Вспомогательное оборудование: алюминиевые листы, крючки.

Издание официальное

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Хранение и кондиционирование

6.1.1 Препрег хранят в условиях, установленных в нормативном документе или технической документации. При отсутствии таких указаний препрег хранят в сухом месте при температуре минус 18 °С.

6.1.2 Кондиционирование препрега проводят в заводской упаковке непосредственно перед отбором образцов при температуре окружающего воздуха до тех пор, пока температура препрега не сравняется с температурой окружающего воздуха.

6.2 Подготовка образцов

6.2.1 Для определения содержания летучих веществ используют количество образцов для испытаний, установленное в нормативном документе или технической документации на изделие. При отсутствии таких указаний испытывают произвольное количество образцов, но не менее трех.

6.2.2 Используя шаблон по всей ширине препрега, при помощи ножа вырезают образцы для испытания.

Площадь поверхности образца для испытания должна быть не менее 1600 мм^2, толщина должна соответствовать толщине препрега.

7 Проведение испытаний

7.1 Взвешивают образец для испытания и записывают полученную массу M_i с точностью до 0,0001 г.

7.2 В зависимости от формы образца для испытания и степени отверждения смолы образец для испытания укладывают на алюминиевый лист или вешают на крючок таким образом, чтобы поверхность образца максимально обдувалась горячим воздухом, и помещают в вентилируемый сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры, указанной в нормативном документе или технической документации на изделие. Поверхности алюминиевых листов или крючков, контактирующие с образцом для испытания, должны быть покрыты подходящим материалом для предотвращения прилипания образцов.

7.3 Нагревают образец для испытания в течение 15 мин.

Примечание — В зависимости от материала матрицы образца для испытания время нагрева может быть другим.

7.4 После нагрева достают образец для испытания из сушильного шкафа и остужают в эксикаторе не менее 5 мин.

7.5 Взвешивают образец для испытания сразу после извлечения из эксикатора и записывают полученную массу M_f с точностью до 0,0001 г.

8 Обработка результатов

Содержание летучих веществ V_c, % масс., рассчитывают по формуле

$$V_c = \frac{M_i - M_f}{M_f} \cdot 100, \quad (1)$$

где M_i — масса образца для испытания перед испытанием, г;

M_f — масса образца для испытания после испытания, г.

9 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, который должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- подробную информацию, необходимую для полной идентификации испытуемого материала;
- условия кондиционирования и испытания;
- среднее значение содержания летучих веществ и значение содержания летучих веществ, полученное для каждого образца для испытания;
- дату проведения испытаний;
- подписи должностных лиц, проводивших испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст модифицированных структурных элементов

ДА.1

1 Область применения

1.1 Данный метод используют для определения содержания летучих веществ в препрегах из композитных материалов. Стандарт распространяется на композиты с термореактивными смолами, которые обычно теряют несколько процентов массы материала матрицы при нагреве из-за испарения влаги и низкомолекулярных компонентов.

1.2 Использование данного метода испытаний ограничено максимальной температурой циркулирующего в сушильном шкафу воздуха (прибл. 300°С).

1.3 Кроме того, используемые в данном методе температуры должны быть ниже температуры плавления и отекания материала матрицы с каркаса.

1.4 Значения величин в системе СИ считаются стандартными.

1.5 В настоящем стандарте не рассматриваются все вопросы безопасности, связанные с его применением. Перед использованием стандарта пользователь обязан утвердить правила техники безопасности при проведении работ и определить нормативные ограничения. Особые меры предосторожности приведены в разделе 8.

Примечание — Данный раздел примененного стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.1) и ГОСТ 1.5 (подраздел 3.7), а также в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.2

3 Термины и определения

3.1 Термины и определения, относящиеся к композитам, приведены в стандарте ASTM D3878. Термины и определения, относящиеся к пластмассам, приведены в стандарте ASTM D883. Термины и определения математической статистики приведены в практике ASTM E177. В случае конфликта терминологии стандарт ASTM D3878 имеет приоритет над другими документами.

3.1.1 Препрег — готовый для переработки продукт предварительной пропитки связующим упрочняющих материалов тканой или нетканой структуры. Он может быть в форме листов, ленты или полотна. См. ASTM D 3878.

3.2 Определения терминов, используемых в данном стандарте:

3.2.1 Содержание летучих веществ — содержание летучих веществ в препреге, выраженное в массовых процентах.

3.3 Обозначения:

3.3.1 M — первоначальная масса образца.

3.3.2 M_f — масса образца после выдержки в сушильном шкафу.

3.3.3 V_c — массовое содержание летучих веществ.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в соответствии с особенностями российской стандартизации.

ДА.3

4 Сущность метода

4.1 Образцы препрега взвешивают, а затем подвергают воздействию повышенной температуры, равной номинальной температуре полимеризации связующего или температуре спекания материала в сушильном шкафу, для удаления летучих веществ. Выдержанные в сушильном шкафу образцы взвешивают повторно. Содержание летучих веществ в процентах определяется по изменению массы образцов.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.4

7 Оборудование

7.1 Штанцевый нож. Рекомендуется использовать штанцевый нож, обеспечивающий получение образцов, отличных по площади не более чем на 0,5 %. Допускается односторонняя заточка.

7.2 Шаблон. При неиспользовании штанцевого ножа рекомендуют использовать шаблон для вырезки образцов. Шаблон должен иметь канавки с допуском по параллельности не более 0,4 мм от центральной линии. При этом погрешность площади образцов составит 2 %.

7.3 Весы. Лабораторные аналитические весы с точностью измерения в пределах ±0,1 мг.

7.4 Сушильный шкаф с циркуляцией воздуха, способный поддерживать постоянную температуру с допуском ± 3 °С. Шкаф должен быть оснащен съемными перегородками, чтобы струя воздуха не дула непосредственно на образец.

7.5 Полка, обеспечивающая циркуляцию воздуха и допускающая подвеску крюков.

7.6 Таймер на время 20±1 мин.

7.7 Эксикатор.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.5

9 Испытуемые образцы

9.1 Для каждого материала испытывают не менее трех образцов.

9.2 В зависимости от толщины материала размер образцов должен быть не менее 1600 мм². Ленты, ровинги и кусочки ткани, с которых не стекает связующее, подвешивают к полке. Ленты сворачивают в петли, но так, чтобы ее «хвосты» не соприкасались. Образцы другой формы допускается укладывать на полку горизонтально.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.6

11 Кондиционирование

11.1 Хранить препрег на основе углеродного волокна и эпоксидных смол следует при температуре, указанной его изготовителем (обычно минус 18 °С). Перед вскрытием, во избежание насыщения влагой из воздуха, закрытые упаковки материала выдерживают при комнатной температуре или прогревают, как указано изготовителем или в соответствующей инструкции.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.7

12 Процедура

12.1 Три образца взвешивают на аналитических весах с точностью не более 0,1 мг. Массу каждого образца записывают как M_i.

12.2 Все поверхности зажимов или полок, контактирующие с образцами, покрывают подходящим материалом для предотвращения прилипания образцов.

12.3 Образцы как можно быстрее размещают на полке илиподвешивают за крючья (ровинги, ленты, кусочки ткани). Далее полку задвигают в нагретый шкаф и на терморегуляторе шкафа устанавливают температуру отверждения связующего или спекания препрега, указанную изготовителем или в соответствующей инструкции. Образцы должны размещаться таким образом, чтобы их поверхность максимально обдувалась горячим воздухом.

12.4Таймер устанавливают на 15 мин.

Примечание — Время может быть и другим. Оно должно быть определено заранее. За данное время должно удаляться не менее 90 % летучих веществ, содержащихся в материале.

12.5 По истечении данного времени образцы извлекают из печи и помещают в эксикатор.

12.6 После остывания до окружающей температуры (не менее 5 мин) образцы извлекают из эксикатора и в течение 1 мин взвешивают. Измеренные массы записывают как M_f.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.8

13 Обработка результатов

13.1 Содержание летучих веществ V_c в массовых процентах рассчитывают по формуле

$$V_c = \frac{M_i - M_f}{M_f} \cdot 100, \quad (1)$$

где M_i — первоначальная масса образца препрега, г;

M_f — масса образца препрега после извлечения из сушильного шкафа, г.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

ДА.9

14 Протокол испытаний

14.1 В отчете приводят следующую информацию или ссылки на другие документы, содержащие использованные данные:

14.1.1 Области, находящиеся вне контроля испытательной лаборатории, например, подробную информацию о материале, предоставленную заявителем;

14.1.2 Полные сведения о материале, включая тип волокна, обработку поверхности, изготовителя волокна, тип связующего, изготовителя связующего, изготовителя препрега, форму препрега, удельную массу препрега, содержание матричного материала;

14.1.3 Время и температура для удаления летучих веществ;

14.1.4 Особые окружающие условия и время, проведенное в таких условиях;

14.1.5 Содержание летучих веществ в массовых процентах для каждого из трех образцов и среднее значение.

Примечание — Данный раздел стандарта АСТМ изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и стиля изложения.

Приложение ДБ
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов

ДБ.1

5 Значение и применение

5.1 Данный метод используют для определения содержания летучих веществ в препрегах из композитных материалов. Знание содержания летучих веществ полезно при разработке оптимальных технологий производства.

5.2 Содержание летучих компонентов определяют после этапа отверждения или спекания препрега.

ДБ.2

6 Влияющие факторы

6.1 Поток воздуха. Количество удаляемых летучих веществ можно увеличить или уменьшить изменением скорости воздушного потока. Поскольку в большинстве сушильных шкафов скорости потоков воздуха различны в разных зонах шкафа, для определения скорости воздушного потока в зоне нахождения образца используют велосиметр. Для воспроизводимости измерений образцы помещают только в зоны с известной скоростью потока. Для выравнивания потоков в зоне размещения образцов можно использовать перегородки.

6.2 Выдержка образца. Геометрическая форма и размещение образцов также оказывают влияние на результаты измерений. Образцы, уложенные в шкафу горизонтально и подвешенные вертикально, обдуваются разными потоками воздуха. Результаты измерения на образцах ленты в мотках диаметром 150 мм могут несколько отличаться от результатов, полученных для ленты в мотках диаметром 50 мм. Отношение объема обдувающего воздуха к массе для тонких образцов будет больше, чем для толстых.

6.3 Время выдержки. Для любой заданной температуры размещения образца и потока воздуха происходит испарение летучих веществ с образца с определенной начальной скоростью, которая будет падать со временем. Через определенный период времени масса образца стабилизируется, а количество улетучившихся веществ можно будет считать их содержанием в образце. Если время выдержки будет недостаточно для получения истинного значения содержания летучих веществ, полученные результаты измерения будут представительными только для условий проведения испытания.

6.4 Время выдержки при окружающей температуре. Содержание летучих веществ изменяется при длительном воздействии влаги или температур, превышающих температуру стеклования препрега. Это изменение связано с образованием сшивок матрицы и изменением липкости.

ДБ.3

8 Опасности

8.1 В состав связующего некоторых препрегов могут входить токсичные или огнеопасные растворители, которые будут образовывать в шкафу опасные концентрации. В стандарте NFPA 86 приведены указания по максимальным количествам горючих материалов, которые могут безопасно находиться в сушильном шкафу.

ДБ.4

10 Калибровка и стандартизация

10.1 Все используемое оборудование должно быть откалибровано и поверено. Сертификаты поверки предъявляют контролирующим органам по первому требованию.

ДБ.5

15 Точность и погрешность

15.1 Точность. Данные, необходимые для определения точности описанного метода испытаний, отсутствуют. В настоящее время комитет D30 планирует провести межлабораторное испытание данного метода для определения его точности.

15.2 Погрешность. Определение систематической погрешности для данного метода испытаний невозможно, так как отсутствуют эталонные стандарты.

Приложение ДВ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта			Структура стандарта АСТМ D3530М—97 (2008)		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1			1		
2			2		
3		—	3	3.1	3.1.1
	3.1	—		3.2	3.2.1
—	—	—		3.3	3.3.1 — 3.3.3
4	—	—	4	4.1	—
—	—	—	5	5.1 — 5.2	—
—	—	—	6	6.1 — 6.4	—
5	5.1 — 5.7	—	7	7.1 — 7.7	—
—	—	—	8	8.1	—
6	6.2	6.2.1 — 6.2.2	9	9.1 — 9.2	—
—	—	—	10	10.1	—
6	6.1	—	11	11.1	—
7	7.1 — 7.5	—	12	12.1 — 12.6	—
8	—	—	13	13.1	—
9	—	—	14	14.1	14.1.1 — 14.1.5
—	—	—	15	15.1 — 15.2	—
—	—	—	16	16.1	—
Приложение		ДА	—		–
		ДБ			–
		ДВ			–

Примечания

1 Раздел 15 примененного стандарта АСТМ исключен из настоящего стандарта, так как в нем отсутствуют требования к точности, не указаны нормы погрешности и ее составляющих данного метода испытаний.

2 Раздел 16 приведен в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5 (пункт 5.6.2).

3 Введены дополнительные приложения ДА, ДБ и ДВ в соответствии с требованиями, установленными к оформлению национального стандарта, модифицированного по отношению к стандарту АСТМ.

УДК 678.5.001.4:006.354 ОКС 83.120 ОКПД 22.21.4

Ключевые слова: полимерные композиты, препрег, летучие вещества, содержание летучих веществ

Редактор *В.М. Костылева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.И. Мосур*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 406.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru