МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ 32652— 2014 (ISO 1172:1996)

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ ПРЕПРЕГИ, ПРЕМИКСЫ И СЛОИСТЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей

Методы сжигания

(ISO 1172:1996, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 063 «Стеклопластики, стекловолокно и изделия из них»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 марта 2014 г. № 65-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страныпо МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2014 г. № 474-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32652–2014 (ISO 1172:1996) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 сентября 2014 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 1172:1996 Textile-glass-reinforced plastics, prepregs, moulding compounds and laminates – Determination of the textile-glass and mineral-filler content – Calcination methods (Стеклопластики. Препреги, формовочные массы и слоистые материалы. Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей. Методы сжигания) путем внесения модификаций различного типа:

- изменения содержания положений, элементов;
- исключения отдельных положений;
- внесения дополнительных положений;
- изменения структуры.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого разработан настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Текст измененных положений, элементов выделен в стандарте одиночной вертикальной полужирной линией на полях слева (четные страницы) или справа (нечетные страницы) от соответствующего текста. Содержание измененных положений, элементов международного стандарта, а также разъяснение причин изменения положений, элементов приведено в приложении Б.

Измененные фразы, словавыделены в тексте курсивом.

В настоящий стандарт не включены положения 5.2, 5.3, 7.1.1 и 8 примененного международного стандарта. Содержание исключенного раздела и разъяснение причин исключения положений приведены в приложении В.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в приложении Г.

Ссылки на международные стандарты, которые приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены в разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылками на соответствую-

щие межгосударственные стандарты.

Информация о замене ссылок приведена в приложении Д.

Дополнительные положения приведены в 5.6, 5.7 и заключены в рамки из тонких линий. Разъяснение причин внесения дополнительных положений приведено в приложении Д.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в целях соблюдения принятой терминологии.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ ПРЕПРЕГИ, ПРЕМИКСЫ И СЛОИСТЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Определение содержания стекловолокна и минеральных наполнителей Методы сжигания

Polymer composites Prepregs, premixes and laminates
Determination of the fiberglass and mineral filler content Calcination methods

Дата введения — 2015—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на препреги, премиксы и термопластичные или термореактивные слоистые материалы (далее – стеклокомпозит).

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения (А и В) содержания стекловолокна и минерального наполнителя в стеклокомпозитах.

Метод А применяют только для определения содержания стекловолокна, при этом стеклокомпозит не должен содержать минеральный наполнитель.

Метод В применяют для определения содержания стекловолокна и минерального наполнителя.

Настоящий стандарт не распространяется на пластмассы, армированные материалом, отличным от стекловолокна, на стеклокомпозиты, матрица которых не полностью сгорает при испытательной температуре, и стеклокомпозиты, содержащие минеральные наполнители, которые разрушаются при температурах ниже минимальной температуры сжигания.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 32794–2014 Композиты полимерные. Термины и определения

ГОСТ 427–75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 12423–2013 (ISO 291:2008) Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб)

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 *Термины и определения*

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ 32794, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **препрег:** Готовый для переработки продукт предварительной пропитки связующим упрочняющих материалов тканой или нетканой структуры.

3.2 **листовой препрег**(sheet moulding compound); SMC: Препрег в виде листа толщиной от 1 до 25 мм, высокая вязкость которого достигается с помощью химического загустителя.

3.3 **элементарная единица**: Отдельный образец рулона или листа стеклокомпозита.

3.4**лабораторный образец**: Образец, взятый от элементарной единицыс последующим его испытанием для определения технологических свойств.

4 Сущность методов

4.1 Образец взвешивают, потом *сжигают при заданной* температуре, затем взвешивают *повторно* и определяют *содержание стекловолокна и минерального наполнителя* нахождением разницы *между его массой* до и после *сжиганияметодом А или методом В.*

4.2 *Сущность метода А заключается в определении содержания стекловолокна нахождением разницы между массами образца до и после сжигания*.

4.3*При испытании по методу В стекловолокно и минеральный наполнитель после сжигания образца* разделяют *растворением минерального* наполнителя в соляной кислоте. *Содержание стекловолокна определяют нахождением разницы между массой образца до испытания и массой высушенного образца после реакции с кислотой,* содержание *минерального наполнителя– путем нахождения* разницы между массой образца после *сжигания* и массой высушенного образца после реакции с кислотой.

Примечание – Если испытываемый материал содержит смолу, которая горюча в условиях испытания, и/или *минеральные наполнители*, которые не *разрушаются* при сжигании, то потери при *сжигании* равны содержанию смолы. *При этом другие горючие компоненты, такие как аппрет и пигменты, не учитываются вследствие их малого объема по сравнению с объемом смолы.*

5 Оборудование

5.1 *Оборудование для метода А*

5.1.1 Весы по ГОСТ 24104 с *точностью измерения* до 0,1 мг.

5.1.2 *Емкость или фарфоровый тигель*.

5.1.3 Муфельная печь, расположенная под *вентиляционной вытяжкой* и способная поддерживать *заданную* температуру (см. 7.2.2) в пределах ± 20 °С.

5.1.4 Эксикатор по ГОСТ 25336, содержащий *осушитель*, например силикагель.

5.1.5 Вентилируемый сушильный шкаф, *поддерживающий температуру сушки* (105 ± 3) °С.

5.1.6 Линейка металлическая 1000 мм, цена деления 1 мм по ГОСТ 427

5.1.7 Режущий инструмент: нож или скальпель.

5.1.6 Линейка металлическая 1000 мм, цена деления 1 мм по ГОСТ 427

5.1.7 Режущий инструмент: нож или скальпель.

5.2 *Оборудование для метода В*

5.2.1 Реагенты:

- соляная кислота, 35 %-ной (V/V) концентрации;
- денатурированный этанол;
- смесь 7 % бихромата натрия в концентрированной серной кислоте.

5.2.2 *Оборудование в соответствии с 5.1*.

5.2.3 Фильтр для стекла диаметром 40 мм, пористость ПОР 160 по ГОСТ 25336.

5.2.4 Мензурка 250 мл.

5.2.5 *Отсосная колба*.

5.2.6 Стеклянная палочка.

5.2.7 Пинцет.

6 Подготовка к проведению испытания

6.1 Образцы отбирают от лабораторного образца, отрезанного от элементарной единицы.Их количество устанавливают в нормативном документе или технической документации на изделие.

Лабораторные образцы должны быть вырезаны равномерно по всей длине элементарной единицы не менее чем в 50 мм от краев и от любых складок или загибов и располагаться перпендикулярно ее краям.

Если края элементарной единицы обрезаны или отсутствуют складки или загибы, лабораторные образцы могут быть вырезаны от края элементарной единицы.

При необходимости с учетом размеров рулона и количества листов в пачке допускается другой размер лабораторного образца, который берется из каждой элементарной единицы, или другое количество образцов и их расположение относительно лабораторного образца.

6.2 Если не указано иное, рекомендуется вырезать образцы *такой* формы, *которая позволит* им вписаться в *емкость* или фарфоровый тигель.

6.3 Масса каждого образца должна *соответствовать данным таблицы 1*.

Таблица 1

Тип образца	Масса, г
Препрег и премикс	От 2 до 20
Слоистый материал	От 2 до 10

6.4 В случае препрегов и *премиксов*, содержащих растворители или свободный мономер, следует принять меры, чтобы избежать потери летучих. *При испытании листовых препрегов* защитная пленка не должна удаляться с лабораторного и/или другого образца до самого начала *испытания*.

6.5 Лабораторные образцы, *отобранные от элементарных единиц препрегов и премиксов*, должны быть запечатаны в герметичный пластиковый пакет *сразу после вырезания*.

7 Проведение испытаний

7.1 Общие положения

При отсутствии указаний в нормативном документе или технической документации на изделие-содержание стекловолокна и/или минерального наполнителя определяется одновременно на двух идентичных образцах.

Результатом испытания является среднее значение измерений, проведенных на двух образцах, при условии, что разница между двумя ними не более 5 %. Если разница превышает указанную величину, необходимо провести испытания на третьем образце, который должен быть максимально идентичный первым двум. Затем для получения результата должны быть использованы три значения.

7.2 Метод А

7.2.1 Подготовка емкости или тигля

Взвесить чистую, сухую емкость или тигель (см. 5.1.2) на весах с точностью до 0,1 мг (см. 5.1.1),поместить в муфельную печь (см. 5.1.3), установить выбранную температуру (см. 7.2.2) и оставить на 10 мин.

После охлаждения до *температуры окружающей среды* в эксикаторе (см. 5.1.4) *взвесить емкость или тигель повторно, если их масса изменилась, повторить процедуру сначала, если не изменилась – перейти к 7.2.2*.

7.2.2 Сжигание

Взвесить чистую, сухую емкость или тигель, как указано в 7.2.1, записать массу в граммах как m_1.

Поместить образец в емкость или тигель и высушить в вентилируемом сушильном шкафу (см. 5.1.5) *при температуре* 105 °С до постоянной массы.

Охладить *емкость или тигель с образцом до температуры окружающей среды* в эксикаторе и взвесить еще раз. Записать массу в граммах как m_2.

Если образец содержит летучие вещества, необходимо пропустить стадию сушки. Извлечь образец из герметичного пакета и удалить пленку. Поместить образец в емкость или тигель, взвесить и записать массу в граммах как m_6.

Поместить емкость или тигель *с образцом* в муфельную печь, предварительно нагретую до температуры 625 °С, и *сжигать* до постоянной массы.

Для *образцов, стекловолокно или минеральный наполнителькоторых разрушается при температуре 625 °С, допускается* использовать температуру в диапазоне от 500 °С до 600 °С*в соответствии с требованиями нормативного документа или технической документации на стекловолокно или минеральный наполнитель. Значение заданной температуры должно поддерживаться* в пределах ± 20 °С.

Остудить емкость или тигель с образцом после сжигания в эксикаторе до температуры *окружающей среды*, взвесить и записать массу в граммах как m_3.

7.3 Метод В

7.3.1 *Подготовка емкости или тигля в соответствии с 7.2.1*.

7.3.2 Подготовка фильтра для стекла

Перед каждым *испытанием* очистить фильтр для стекла (см. 5.2.3), *замочив его в смеси бихромата натрия в концентрированной серной кислоте* (см. 5.2.1). Поместить фильтр в *отсосную колбу* (см. 5.2.5), *затем промыть его* сначала теплой водой, затем денатурированным этанолом (см. 5.2.1). Высушить фильтр в вентилируемом сушильном шкафу (см. 5.1.5) до постоянной массы и записать массу в граммах как m_4.

7.3.3*Повторить операции по 7.2.2.*

7.3.3.1 Разделение стекловолокна и минерального наполнителя при полном растворении минерального наполнителя в соляной кислоте.

Отделить минеральный наполнитель от стекловолокна следующим образом: налить в мензурку (см. 5.2.4) соляную кислоту (см. 5.2.1), из расчета, что на один грамм остатков образца ее должно приходиться 5 мл.

С помощью стеклянной палочки медленно добавить в мензурку образец после сжигания из емкости или тигля. Тщательно перемешать, чтобы образец после сжигания полностью вступил в реакцию с кислотой. Важно, чтобы капли при закипании, вызванном реакцией кислоты с карбонатными минеральными наполнителями, не выплескивались из мензурки.

По окончании закипания заполнить ¾ емкости или тигля водой, тщательно перемешать с образцом после сжигания, остатки которого могли быть в емкости или тигле, и перелить смесь в мензурку.

Примечание – В емкости или тигле не должно остаться образца после сжигания.

Дополнительно добавить 50 мл воды в мензурку.

Поместить высушенный и взвешенный фильтр (см. 7.3.2) на отсосную колбу и включить отсос.

Аккуратно слить кислоту из мензурки через фильтр в колбу, так чтобы стекловолокно осталось в мензурке.

Стекловолокно промыть водой в мензурке, аккуратно слить воду через фильтр в отсосную колбу, так чтобы оно осталось в мензурке, затем промыть его денатурированным этанолом и аккуратно слить денатурированный этанол через фильтр в отсосную колбу, так чтобы стекловолокно осталось в мензурке. При промывке стекловолокна перемешивать его стеклянной палочкой.

Промыть водой и денатурированным этанолом еще три или четыре раза.

После последней промывки стекловолокна слить денатурированный этанол вместе со стекловолокном через фильтр в отсосную колбу.

Дважды промыть денатурированным этанолом стекловолокно на фильтре.

Высушить фильтр до постоянной массы в вентилируемом сушильном шкафу, остудить до температуры окружающего воздуха и взвесить, записать массу в граммах как m_5.

Если длина стекловолокна более 12 мм, допускается использовать метод, приведенный в приложении А.

7.3.3.2 *Разделение стекловолокна и минерального наполнителя при частичном растворении минерального наполнителя в соляной кислоте*

Если *минеральный наполнитель* не растворяется в соляной кислоте и остается на фильтре, определить массу m_5, как указано в 7.3.2.1 и выполнить следующее: используя пинцет (см. 5.2.7), удалить все *стекловолокно* с фильтра, взвесить фильтр с нерастворимым *минеральным наполнителем* и записать массу в граммах, как m_7.

Примечание – Если *стекловолокно* очень короткое, не всегда возможно отделить его от минерального наполнителя вручную. В этом случае метод, приведенный в межгосударственном стандарте, не способен дать точные значения массы *стекловолокна и минерального наполнителя*.

8 *Обработка результатов*

8.1 Метод А

Массовую долю стекловолокна M_{glass}, %, для каждого образца определяют по формуле

$$M_{glass} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100 \qquad (1)$$

где m_3–масса емкости или тигля и остатка образца после сжигания, г.

m_1 – масса сухой емкости или тигля, г;
m_2 –масса сухой емкости или тигляи высушенного образца, г.

Если образец содержит летучие, массовая доля стекловолокна M_{glass}, %, определяется по формуле:

$$M_{glass} = \frac{m_3 - m_1}{m_6 - m_1} \cdot 100 \quad (2)$$

где m_6 –масса сухой емкости или тигля и образца, содержащего летучие вещества, г.

За результат принимается среднее значение, вычисленное по результатам двух или трех испытаний.

8.2 Метод В

Массовую долю стекловолокна M_{glass}, %, для каждого образца определяют по формуле

$$M_{glass} = \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \cdot 100 \quad (3)$$

где m_5 – масса фильтра и содержимого после реакции остатков с кислотой, г;
m_4 – масса сухого фильтра, г.

Если образец содержит летучие, массовая доля стекловолокна M_{glass}, %, определяется по формуле

$$M_{glass} = \frac{m_5 - m_4}{m_6 - m_1} \cdot 100 \quad (4)$$

Если минеральный наполнитель, нерастворимый в соляной кислоте, остается на фильтре, массовая доля стекловолокна M_{glass}, %, определяется по формуле

$$M_{glass} = \frac{m_5 - m_7}{m_2 - m_1} \cdot 100 \quad (5)$$

где m_7 – масса сухого фильтра с нерастворимым минеральным наполнителем, г.

Если образец содержит летучие и минеральный наполнитель, нерастворимый в соляной кислоте, остается на фильтре, массовая доля стекловолокна M_{glass}, %, определяется по формуле

$$M_{glass} = \frac{m_5 - m_7}{m_6 - m_1} \cdot 100 \quad (6)$$

Массовая доля минерального наполнителя M_{filler}, %, каждого образца определяют по формуле

$$M_{filler} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} - \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \right) \cdot 100 \quad (7)$$

Если образец содержит летучие, массовая доля минерального наполнителя M_{filler}, %, определяется по формуле

$$M_{filler} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_6 - m_1} - \frac{m_5 - m_4}{m_6 - m_1} \right) \cdot 100 \quad (8)$$

Если минеральный наполнитель, нерастворимый в соляной кислоте, остается на фильтре, массовая доля стекловолокна M_{glass}, %, определяется по формуле

$$M_{filler} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} - \frac{m_5 - m_7}{m_2 - m_1} \right) \cdot 100 \quad (9)$$

Если образец содержит летучие и минеральный наполнитель, нерастворимый в соляной кислоте, остается на фильтре, массовая доля стекловолокна M_{glass}, %, определяется по формуле

$$M_{filler} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_6 - m_1} - \frac{m_5 - m_7}{m_6 - m_1} \right) \cdot 100 \quad (10)$$

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать *следующую информацию*:
- *ссылку на настоящий стандарт*;
- *метод испытаний (А или В)*;
- подробную информацию, необходимую для полной идентификации тестируемого материала;
- метод выборки;
- количество протестированных образцов;
- размеры и/или масса образцов;
- температуру*сжигания*, если отличалась от (625 ± 20) °С;
- *массовую долю стекловолокна*;
- *массовую долю минерального наполнителяпри испытании по методу В*;
- датупроведения испытания;
- подробную информацию о любом отклонении, повлиявшем на результат:
- наличие нерастворимого *минерального наполнителя*;
- *проблемы* при ручном отделении *стекловолокна* и нерастворенного *минерального наполнителя*.

Приложение А
(справочное)

Альтернативный метод отделения *рубленого* стекловолокна от наполнителя

Если образец армирован стекловолокном, длина которого более 12 мм, допускается использовать следующий метод.

После сжигания взвесить емкость или тигель с остатком образца после их остывания до комнатной температуры.

Поместить образец после сжигания в мешок шириной 15 см и длиной 16 см, выполненный из нитей, покрытых ПВХ, плотность распределения которых составляет 7 нитей/см.

Поместить вертикально мешок с образцом после сжигания в мензурку с соляной кислотой.

Когда процесс кипения завершится, извлечь мешок и поместить его в другую мензурку, содержащую свежую кислоту.

Примечание – Соляная кислота может использоваться несколько раз.

Когда кипение полностью завершится, промыть мешок водопроводной водой до тех пор, пока образец не побелеет, достать его из сумки, сжать и визуально убедиться, что весь наполнитель исчез.

Высушить образец при температуре105 °С в течение 30 мин.

Приложение Б
(справочное)

Положения ISO 1172, которые приняты в настоящем стандарте с модификацией их содержания

Б.1 1 Область определения

Этот Международный стандарт описывает два метода обжига для определения содержания стекловолокна и минерального наполнителя в стеклопластиках:

Метод А: для определения содержания стекловолокна при отсутствии минерального наполнителя.

Метод В: для определения содержания стекловолокна и минерального наполнителя, когда присутствуют оба.

Этот Международный стандарт применим к следующим типам материалов:

- Препреги, сделаные из пряжи, ровингов, лент или тканей;
- SMC, BMC и DMC формовочные компаунды;
- Стекловолоконные термопластики, формовочные материалы и гранулы;
- Заполненные или незаполненные стекловолоконные слоистые пластики, сделанные с термореактивными или термопластичными смолами.

Методы не применимы к следующим типам армированных пластиков:

- содержащие наполнение, отличное от стекловолокна;
- содержащие материалы, не полностью сгорающие при тестовой температуре (например, основанные на кремниевой смоле);
- содержащие минеральное наполнение, ухудшающееся при температурах, ниже минимальной температуры обжига.

Для этих материалов используется, ISO 11667 Пластмассы, армированные волокнами– Формовочные компаунды и препреги – Определение содержания смол, армированных волокон и минерального наполнителя – Может быть использован метод растворения.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 3.7.1 и в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Б.22 Определения

Для целей этого Международного стандарта используются определения, данные в ISO 472 и ISO 8604.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 3.9.1.

Б.2 Выборка

5.1 Определение содержания стекла или наполнителя осуществляется параллельно на 2-х образцах, которые должны быть максимально идентичны. Результатом тестирования является среднее значение от двух образцов, при условии, что разница между двумя измерениями менее 5%. Если это не так, должен быть протестирован 3-й образец, максимально идентичный первым двум.Затем для получения результата должны быть использованы три значения.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.7 и в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Б.4 6 Подготовка опытных образцов

Опытные образцы должно полностью представлять часть или полную тестируемую партию. Они должны быть получены в соответствии с пунктом 5.

Если не указано иное, рекомендуется вырезать опытные образцы соответствующей формы, позволяющей им вписаться в кремниевую емкость или фарфоровый тигель.

Масса каждого образца должна быть в следующем диапазоне:

От 2 г до 20 г для препрегов и формовочных компаундов;

От 2 г до 10 г для слоистых пластиков.

Для каждого тестового результата используйте минимум 2 образца (см. 5.1).

В случае препрегов и формовочных компаундов, содержащих растворители или свободный мономер, следует позаботиться о том, чтобы избежать потери летучих. Для SMC, защитная пленка не должна удаляться с лабораторного или опытного образца до самого начала процедуры тестирования. Лабораторные образцы всех препрегов и формовочных компаундов, включая SMC, должны быть запечатаны в герметичный пластиковый пакет немедленно после того, как были взяты лабораторные образцы.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.7 и в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Б.5 7.1.4 Выражение результатов

Посчитайте для каждого образца содержание стекла M_{glass}, выраженное в процентах к первоначальной массе, используя формулу (1):

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

где m_1 – первоначальная масса сухой емкости или тигеля, в граммах;

m_2 – первоначальная масса сухой емкости или тигеля плюс высушенный образец, в граммах;

m_3 – финальная масса емкости или тигеля плюс остаток после обжига, в граммах.

В случае, когда образцы содержат летучие вещества, когда этап сушки был пропущен, замените m_2 в формуле (1) на m_6, где m_6–первоначальная масса сухой емкости или тигеля плюс не высушенный опытный образец.

Если результаты индивидуальных измерений отличаются более чем на 5% в относительном значении, проведите дополнительное определение на третьем образце, взятом из того же места элементарной единицы или лабораторной пробы.

Выразите результат тестирования как среднее двух (трех) индивидуальных измерений.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.9 и в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Б.67.2.3.4 Отделение стекла и наполнителя, когда наполнитель полностью растворился в соляной кислоте

Отделите наполнитель от стекла следующим образом:

Поместите в мензурку 250 мл (7.2.2.2), 5 мл соляной кислоты (7.2.1.1) на грамм остатков, оставшихся в емкости или тигеле после обжига.

Используя стеклянную палочку, медленно добавьте остаток в емкости или тигеле в кислоту в мензурке. Тщательно перемешайте, чтобы гарантировать, что все остатки среагировали с кислотой, позаботьтесь о том, чтобы капли при закипании, вызванном реакцией кислоты с карбонатными наполнителями, не выплескивались из мензурки.

Когда окончится закипание, заполните ¾ емкости или тигеля водой и поместите все это в 250 мл мензурку, повторяйте по необходимости, пока все остатки не будут перемещены в мензурку.

Дополнительно добавьте 50 мл воды в мензурку.

Поместите высушенный и взвешенный фильтр, как описано в 7.2.3.2,на всасывающей колбу и применять всасывающие.

Медленно вылейте кислоту на стекло на фильтр.

Промойте стекло в мензурке с водой и вылейте воду на фильтру; затем промойте денатурированным спиртом, перемешивая стеклянной палочкой, и залейте спирт на фильтре.

Повторите эту операцию четыре или пять раз, пока стекло полностью не очистится.

Переместите стекло на фильтр с помощью стеклянной палочки и струи денатурированного этанола.

Дважды промойте денатурированным этанолом.

Высушите фильтр до постоянной массы в вентилируемом сушильном шкафу.

Позвольте остыть до комнатной температуры и взвесьте. Запишите массу в граммах, как m_5.

Кроме того, если длина волокна превышает 12 мм, может быть использована процедура, описанная в информационном приложении А. Однако, процедура, приведенная в пункте 7.2.3.4, должна всегда использоваться в качестве референтного метода.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.8 и в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Б.7 7.2.4 Выражение результатов

Рассчитайте для каждого образца содержание стекла M_{glass} и содержание наполнителя M_{filler}, выраженное в процентах к первоначальной массе, используя формулы (2) и (3), соответственно:

$$M_{glass} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100, \quad (2)$$

$$M_{filler} = \left(\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} - \frac{m_5 - m_4}{m_2 - m_1} \right) \cdot 100, \quad (3)$$

где m_1 – первоначальная масса сухой емкости или тигеля, в граммах;

m_2 – первоначальная масса сухой емкости или тигеля плюс высушенный образец, в граммах;

m_3 – финальная масса сухой емкости или тигеля плюс остаток после обжига, в граммах;

m_4 – масса сухого фильтра, в граммах;

m_5 – масса фильтра плюс содержимое после реакции остатков с кислотой.

В случае формовочных компаундов, содержащих летучие вещества, когда этап сушки пропущен, замените m_2 в формуле на m_6, где m_6 – первоначальная масса сухой емкости или тигеля плюс не высушенный образец.

Если наполнитель, нерастворимый в соляной кислоте, остается на фильтре, замените m_4 в формулах (2) и (3) на m_7, где m_7 – масса сухого фильтра плюс нерастворимый минеральный наполнитель.

Если результаты индивидуальных измерений отличаются более чем на 5% в относительном значении, проведите дополнительное определение на третьем образце, взятом из того же места элементарной единицы или лабораторной пробы.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.8 и в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Б.8 Приложение А

При содержании в тестируемом материале нарезанных нитей как минимум 12 мм длиной может быть использован следующий вариант.

Он требует использование сумки, сделанной из грубой ткани, похожей на москитную сетку 15 см ширины и 16 см длины (измеряется, когда сумка лежит плоско).

Сетка изготавливается из ПВХ-нитей с плотностью около 7 нитей/см.

После обжига взвесьте при комнатной температуре..

Поместите образец в сумку, сделанную из тканевой сетки.

Поместите сумку в мензурку, содержащую соляную кислоту, подержите сумку вертикально в мензурке.

Когда процесс кипения завершится, уберите сумку и поместите ее в другую мензурку, содержащую свежую кислоту (Соляная кислота может использоваться для нескольких определений).

Когда кипение полностью завершится, промывайте сумку водопроводной водой до тех пор, пока образец не побелеет. Достаньте образец из сумки, сожмите его и убедитесь визуально, что весь наполнитель исчез.

Высушите образец при 105 °С в течение 30 мин.

Примечание – Данный раздел международного стандарта изменен в настоящем стандарте в целях соблюдения норм русского языка и принятой терминологии.

Приложение В
(справочное)

Положения ISO 1172, которые исключены из настоящего стандарта

В.1Выборка

5.2 Для того, чтобы оценить результаты теста, которые представляет наибольшее содержание стекла или наполнителя в элементарной единице или лабораторном образце, тест, возможно, придется повторить определенное количество раз, в определенных местах тестируемой элементарной единицы. Количество раз и актуальные места будут определены в спецификации продукта или лицом, требующим анализ. В последнем случае, количество и местоположение будут определяться опытом или результатом предыдущей работы.

5.3 Для всех тестов, кроме тех, основанных на элементарных единицах, взять образцы, максимально представляющие тестируемый материал, насколько позволяют обстоятельства.

Примечание – Данныйраздел международного стандарта исключен в настоящем стандарте, так как не устанавливает однозначных требований и дан только для информации.

В.27.1.1 Реагенты

Для метода А не требуются реагенты.

Примечание – Данныйраздел международного стандарта исключен в настоящем стандарте, так как не устанавливает однозначных требований и дан только для информации.

В.38 Точность

Точность этого метода неизвестна потому, что межлабораторные данные неизвестны. Когда межлабораторные данные будут получены, определение точности будет добавлено в следующей редакции.

Примечание – Межлабораторные испытания будут включать в себя исследование относительной точности процедуры, приведенной в пункте 7.2.3.4 и затем данной в приложении А.

Примечание – Данныйраздел международного стандарта исключен в настоящем стандарте, так как не устанавливает однозначных требований и дан только для информации.

Приложение Г
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица Г.1

Структура международного стандарта ISO 14130:1997				Структура межгосударственного стандарта			
Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт
4	–	–	–	4	4.1	–	–
	–	–	–		4.2	–	–
	–	–	–		4.3	–	–
5	5.1	–	–	7	7.1	–	–
	5.2	–	–		–	–	–
	5.3	–	–		–	–	–
6	–	–	–	6	6.1	–	–
	–	–	–		6.2	–	–
	–	–	–		6.3	–	–
	–	–	–		6.4	–	–
	–	–	–		6.5	–	–
7	7.1	7.1.1	–	–	–	–	–
		7.1.2	7.1.2.1	5	5.1	5.1.1	–
			7.1.2.2			5.1.2	–
			7.1.2.3			5.1.3	–
			7.1.2.4			5.1.4	–
			7.1.2.5			5.1.5	–
		–	–			5.1.6	–
		–	–			5.1.7	–
		7.1.3	7.1.3.1	7	7.2	7.2.1	–
			7.1.3.2			7.2.2	–
		7.1.4	–	8	8.1	–	–
	7.2	7.2.1	7.2.1.1	5	5.2	5.2.1	–
			7.2.1.2				–
			7.2.1.3				–
		7.2.2	–			5.2.2	–
			7.2.2.1			5.2.3	–
			7.2.2.2			5.2.4	–
			7.2.2.3			5.2.5	–
			7.2.2.4			5.2.6	–
			7.2.2.5			5.2.7	–
		7.2.3	7.2.3.1	7	7.3	7.3.1	–
			7.2.3.2			7.3.2	–
			7.2.3.3			7.3.3	–
			7.2.3.4				7.3.3.1
			7.2.3.5				7.3.3.2
		7.2.4	–	8	8.2	–	–
8	–	–	–	–	–	–	–
9	–	–	–	9	–	–	–
Приложения			А	Приложения			А
			–				Б
			–				В
			–				Г
			–				Д

Примечания

1 Сравнение структур стандартов приведено, начиная с раздела 4, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

2 Раздел 4 разбит на подразделы в связи с особенностями Национальной стандартизации и в целях соблюдения норм русского языка.

3 Подраздел 5.1 перенесен в подраздел 7.1 в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.8.

4 Раздел 6 разбит на подразделы в связи с особенностями Национальной стандартизации и в целях соблюдения норм русского языка.

5 Пункты 7.1.2, 7.2.1, 7.2.2перенесены в подраздел 5 в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.6.

6 Подразделы 7.1.4 и 7.2.4 перенесены в раздел 8 в соответствии с требованиями с ГОСТ 1.5, п. 7.9.9.

Разделы 3 и 4 поменяны местами в соответствии с ГОСТ 1.5, п. 7.9.5.

5 Внесены дополнительные приложения Б, В, Г, Д в соответствии с требованиями, установленными к оформлению межгосударственного стандарта, модифицированного по отношению к международному стандарту.

Приложение Д
(справочное)

Технические отклонения настоящего стандарта от примененного в нем международного стандарта

Таблица Д.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Раздел 2 Нормативные ссылки	Ссылки на ISO 472:1988 «Пластмассы. Словарь» и ISO 8604:1988 «Пластмассы. Препреги. Определение терминов и символов для обозначения» заменеы на ГОСТ 32794–2014[1)] «Композиты полимерные. Термины и определения».
	Ссылка на ISO 4793:1980 «Лабораторные пористые фильтры. Класс пористости, классификация и обозначение» заменена на ГОСТ 25336–82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры»
Раздел 5 Оборудование	Добавлены пункты 5.1.6 и 5.1.7 в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5, п. 7.9.6.
[1)] Степень соответствия – NEQ.	

Библиография

[1] ИСО 1172:1996 «Стеклопластики. Препреги, формовочные массы и слоистые материалы. Определениесодержаниястекловолокнаиминеральныхнаполнителей. Методысжигания» (ISO 1172:1996 «Textile-glass-reinforced plastics, prepregs, moulding compounds and laminates - Determination of the textile-glass and mineral-filler content - Calcination methods»).

УДК 678.5.001.4:006.354 МКС 83.120 ОКП 22 4351

Ключевые слова: полимерные композиты, препреги, премиксы, слоистые материалы, содержание стекловолокна и минерального наполнителя, сущность методов, протокол испытаний

Подписано в печать 01.11.2014. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 2,33. Тираж 37 экз. Зак. 4725

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