ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57593— 2017 (ИСО 3521: 1997)

ПЛАСТМАССЫ. НЕНАСЫЩЕННЫЕ ПОЛИЭФИРНЫЕ И ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ

Определение общей объемной усадки

(ISO 3521:1997, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» (Союзкомпозит) и Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 международного стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы, методы их испытаний»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 августа 2017 г. № 855-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 3521:1997 «Пластмассы. Ненасыщенные полиэфирные и эпоксидные смолы. Определение общей объемной усадки» (ISO 3521:1997 «Plastics — Unsaturated polyester and epoxy resins — Determination of overall volume shrinkage», MOD). При этом дополнительные слова (фразы, показатели, ссылки), включенные в текст стандарта для учета особенностей российской национальной стандартизации, выделены в тексте курсивом.

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Средства измерений, аппаратура, реактивы . . . 2
6 Проведение испытания . . . 2
7 Обработка результатов . . . 4
8 Прецизионность . . . 5
9 Протокол испытания . . . 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ.
НЕНАСЫЩЕННЫЕ ПОЛИЭФИРНЫЕ И ЭПОКСИДНЫЕ СМОЛЫ

Определение общей объемной усадки

Plastics. Unsaturated polyester and epoxy resins. Determination of overall volume shrinkage

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общей объемной усадки при отверждении ненасыщенных полиэфирных и эпоксидных смол.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 18329—2014 (ISO 1675:1985) Смолы и пластификаторы жидкие. Методы определения плотности

ГОСТ 25336 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 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **общая объемная усадка:** Сумма усадки в процессе отверждения композиции (*смолы и инициатора для ненасыщенных полиэфирных смол или смолы и отвердителя для эпоксидных смол)* и усадки после отверждения композиции и охлаждения до температуры окружающей среды.

4 Сущность метода

Общую объемную усадку вычисляют, используя значения плотности образца для испытания (см. 6.3.2) до и после отверждения.

Издание официальное

Определяют плотность композиции:

a) при начальной температуре смешения компонентов, за исключением инициаторов, которые, как правило, добавляют в ненасыщенные полиэфирные смолы (см. примечание в 6.1.3);

b) при температуре 23 °С после отверждения и выдержки образца для испытания.

Затем вычисляют общую объемную усадку, %, по формуле

$$\text{Общая объемная усадка} = \frac{\text{плотность неотвержденного образца минус плотность отвержденного образца}}{\text{плотность отвержденного образца}} 100. \quad (1)$$

Определяют плотность смеси через определенные интервалы времени, а затем экстраполируют результаты к нулевому времени и получают плотность смеси в момент смешения (*плотность неотвержденного образца*).

Если компоненты смеси взаимодействуют при повышенных температурах, плотность смеси определяют расчетным путем, используя значения плотности каждого компонента.

Плотность *отвержденного* образца определяют при температуре 23 °С после отверждения и кондиционирования путем взвешивания в силиконовом масле.

Примечание — Допускается определять плотность при температуре 25 °С, в случае возникновения разногласий плотность определяют при температуре 23 °С.

5 Средства измерений, аппаратура, реактивы

5.1 Весы, обеспечивающие взвешивание в граммах с точностью до четвертого десятичного знака, с приспособлением для измерения плотности (рекомендуются высокоскоростные весы).

5.2 Груз массой (25 ± 5) г, размеры которого позволяют избежать касания стенок. Объем груза при температуре отверждения и при температуре (23,0 ± 0,1) °С должен быть известен.

5.3 Баня с терморегулятором, наполненная силиконовым маслом, плотность которого известна при температуре отверждения и при температуре (23,0 ± 0,1) °С.

5.4 Пробирка длиной *не менее* 180 мм, диаметром (*21 ± 1*) мм *по ГОСТ 25336.*

5.5 Секундомер *по нормативному документу или технической документации.*

5.6 Эксикатор *по ГОСТ 25336.*

5.7 Силиконовое масло по нормативному документу или технической документации.

6 Проведение испытания

6.1 Определение плотности композиций, отверждающихся при температуре выше окружающей среды

6.1.1 Подготовка аппаратуры

Определяют объем груза V_s при температуре отверждения композиции, записывая результат определения в кубических сантиметрах с точностью до третьего десятичного знака.

Определяют массу груза путем взвешивания на воздухе при температуре окружающей среды (масса m_s). Затем взвешивают груз вместе с подвесной проволокой в силиконовом масле, температура которого соответствует температуре отверждения композиции (масса $m_{s\pm w}$).

Определяют массу подвесной проволоки (m_w) на воздухе при температуре окружающей среды.

Если плотность силиконового масла при температуре отверждения композиции неизвестна, определяют ее в соответствии с ГОСТ 18329, но при температуре отверждения.

6.1.2 Эпоксидные смолы

Взвешивают каждый из компонентов *смеси* согласно рецептуре композиции в количестве, достаточном для проведения определения, приведенного ниже, и для получения образца для испытания в соответствии с 6.3.

Каждый компонент *смеси* отдельно нагревают до температуры отверждения. Смешивают компоненты и включают секундомер сразу же после введения последнего компонента. Этот момент принимают за нулевое время. Продолжают перемешивание до образования однородной смеси, затем всю смесь переливают в пробирку. Груз, предварительно нагретый до температуры отверждения композиции, опускают в смесь и отмечают общую массу (m_{s+w}), т. е. кажущуюся массу груза и подвесной проволоки после каждой серии определений, которые проводят за одинаковые интервалы времени.

Интервал времени *между определениями* и количество определений зависят от испытуемой композиции.

Одновременно отливают образец для испытания по 6.3, используя приготовленную смесь.

Методом экстраполяции определяют общую массу (m_{s+w}) композиции в нулевое время.

6.1.3 Ненасыщенные полиэфирные смолы

Взвешивают каждый из компонентов *смеси,* кроме инициаторов, согласно рецептуре композиции в количестве, достаточном для проведения определения, приведенного ниже, и для получения образца для испытаний в соответствии с 6.3.

Примечание — Инициаторы, используемые для отверждения ненасыщенных полиэфирных смол, как правило, пероксидные соединения, не должны нагреваться во избежание опасности взрыва (см. паспорт безопасности продукции изготовителя). В связи с тем, что количество инициатора, используемого для ненасыщенных полиэфирных смол, незначительно (от 1 % до 2 %), считают, что достаточная точность определения плотности обеспечивается.

Смешивают взвешенные компоненты.

Откладывают часть смеси в количестве, необходимом для отливки образца для испытания (см. 6.3), и нагревают оставшуюся часть смеси до температуры отверждения. Включают секундомер, как только эта температура будет достигнута (нулевое время).

Немедленно переливают смесь в пробирку. Груз, предварительно нагретый до температуры отверждения композиции, опускают в смесь и отмечают общую массу (m_{s+w}), т. е. кажущуюся массу груза и подвесной проволоки после каждой серии определений, которые проводят за одинаковые интервалы времени.

Интервал времени *между определениями* и количество определений зависят от испытуемой композиции.

6.2 Определение плотности композиций, отверждаемых при температуре окружающей среды

В связи с экзотермическими реакциями трудно проводить измерения на композициях на основе смол, вступающих в реакцию при температуре окружающей среды, поэтому отдельно определяют плотность каждого из компонентов композиции при температуре (23,0 ± 0,1) °С в соответствии с ГОСТ 18329.

6.3 Определение кажущейся плотности образца для испытания *(отвержденного образца)*

6.3.1 Предварительные измерения

Если значение плотности силиконового масла при температуре (23,0 ± 0,1) °С неизвестно, определяют его при этой температуре в соответствии с ГОСТ 18329.

6.3.2 Измерение массы и кажущейся массы образца для испытания

В пробирку помещают (25 ± 5) г композиции. После полного отверждения пробирку с полученным образцом для испытания охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды.

Результаты испытания будут зависеть только от условий отверждения (времени и температуры отверждения), которые согласовывают между заинтересованными сторонами.

Извлекают отвержденный образец для испытания из пробирки (при необходимости пробирку осторожно разбивают) и взвешивают образец.

Образцы, содержащие пузырьки воздуха или внутренние дефекты, например трещины, бракуются.

Определяют кажущуюся массу образца для испытания (m_{c+w}) в силиконовом масле при температуре (23,0 ± 0,1) °С, затем на воздухе взвешивают подвесную проволоку (m_w).

Чтобы избежать воздействия влаги, все взвешивания следует проводить как можно быстрее. При взвешивании образца в силиконовом масле следует довести образец и баню до теплового равновесия, а затем определять массу.

После взвешивания образец очищают от силиконового масла, используя фильтровальную бумагу, промывают его нефрасом, а затем подвергают дополнительному отверждению в течение 1 ч при температуре отверждения или при температуре дополнительного нагрева в соответствии со спецификацией на материал (для композиций, которые отверждаются при температуре окружающей среды, используют температуру 110 °С). Охлаждают образец в эксикаторе до температуры окружающей среды. Снова взвешивают образец на воздухе (m_c).

Снова определяют кажущуюся массу образца для испытания (m_{c+w}) в силиконовом масле при температуре (23,0 ± 0,1) °С.

Если разница Δm между массой образца с подвесной проволокой на воздухе и кажущейся массой образца с подвесной проволокой в силиконовом масле после дополнительного отверждения составляет менее 0,2 % от разницы, найденной до дополнительного отверждения, то для вычисления плотности используют кажущуюся массу, полученную после дополнительного отверждения.

Если разница Δm составляет более 0,2 %, то образец очищают и повторяют дополнительное отверждение при тех же условиях столько раз, сколько необходимо для получения значения Δm для двух последовательных дополнительных отверждений, которые будут различаться менее чем на 0,2 %.

Для вычисления плотности используют кажущуюся массу, полученную после последнего дополнительного отверждения.

7 Обработка результатов

7.1 Композиции, отверждающиеся при температурах выше температуры окружающей среды (см. 6.1)

Плотность композиции при нулевом времени ρ_0, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho_0 = \frac{m_s + m_w + m_{s+w}}{V_s}, \tag{2}$$

где m_s — масса груза на воздухе, г;
m_w — масса подвесной проволоки на воздухе, г;
m_{s+w} — кажущаяся масса груза и подвесной проволоки в композиции при нулевом времени, г;
V_s — объем груза, см^3, вычисляемый по формуле

$$V_s = \frac{m_s + m_w + m_{s+w}}{\rho'_{si}}, \tag{3}$$

где m_s — масса груза на воздухе, г;
m_w — масса подвесной проволоки на воздухе, г;
m_{s+w} — кажущаяся масса груза и подвесной проволоки в силиконовом масле при температуре отверждения композиции, г;
ρ'_{si} — плотность силиконового масла при температуре отверждения композиции, г/см^3.

7.2 Композиции, отверждающиеся при температуре окружающей среды (см. 6.2)

Плотность композиции при нулевом времени ρ_0, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho_0 = \frac{(m_A + m_B)\rho_A\rho_B}{m_A\rho_B + m_B\rho_A}, \tag{4}$$

где m_A — масса компонента A, использованного для приготовления образца, г;
m_B — масса компонента B, использованного при приготовлении образца, г;
ρ_A — плотность компонента A, г/см^3;
ρ_B — плотность компонента B, г/см^3.

7.3 Кажущаяся плотность образца для испытания (см. 6.3)

Плотность образца для испытания ρ_c, г/см^3, при температуре (23,0 ± 0,1) °С вычисляют по формуле

$$\rho_c = \frac{m_c\rho_{Si}}{m_c + m_w - m_{c+w}}, \tag{5}$$

где m_c — масса образца на воздухе, г;
ρ_{Si} — плотность силиконового масла при температуре (23,0 ± 0,1) °С, г/см^3;
m_w — масса подвесной проволоки на воздухе, г;
m_{c+w} — кажущаяся масса образца и подвесной проволоки в силиконовом масле, г.

7.4 Общая объемная усадка

Общую объемную усадку, %, вычисляют по формуле

$$\textit{Общая объемная усадка} = \frac{\rho_c - \rho_0}{\rho_0}. \quad (6)$$

8 Прецизионность

Прецизионность данного метода испытания неизвестна, т.к. межлабораторные данные отсутствуют. После получения межлабораторных данных оценка прецизионности будет включена в настоящий стандарт.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) данные, необходимые для идентификации испытуемого продукта;

c) общую объемную усадку (%);

d) подробности любых отклонений от процедуры, приведенной в настоящем стандарте, а также любые случайности, наблюдавшиеся в процессе испытания, которые могут повлиять на результаты;

e) дату проведения испытания.

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 18329—2014 (ISO 1675:1985)	MOD	ISO 1675 «Пластмассы. Жидкие смолы. Определение плотности с помощью пикнометра»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты.		

УДК 678.017:006.354 ОКС 83.080.10

Ключевые слова: пластмассы, ненасыщенные полиэфирные смолы, эпоксидные смолы, общая объемная усадка, плотность, масса

БЗ 6—2017/69

Редактор *А.Л. Волкова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.08.2017. Подписано в печать 16.08.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 23 экз. Зак. 1460.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru