ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56682— 2015

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ И МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения объема матрицы, армирующего наполнителя и пустот

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 официального перевода на русский язык английской версии указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 497«Композиты, конструкции и изделия из них»

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 30 октября 2015 г. № 1681-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д3171—11 «Стандартный метод определения содержания составных частей в композитных материалах» (ASTM D3171—11 «Standard Test Method for Constituent Content of Composite Materials», MOD) 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 технического стиля изложения, а также в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5.

При этом особенности российской национальной стандартизации учтены в дополнительном подразделе 7.4, который выделен путем заключения в рамки из тонких линий. Дополнительное положение приведено для установления требований к определению плотности матрицы и армирующего наполнителя.

Дополнительные ссылки, включенные в текст стандарта для учета особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом.

В настоящий стандарт не включены разделы 5, 6, 9, 11, 16, подразделы 3.2, 3.3, пункты 3.1.1—3.1.5 и ссылки на ASTM E12, ASTM E177, ASTM E1309 из 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 ASTM приведено в дополнительном приложении ДВ.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в приложении ДГ.

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 (www.gost.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 И МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения объема матрицы, армирующего наполнителя и пустот

Polymer and metal composites. Method for determination the volume of matrix, reinforce filler and voids

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на композитные материалы с полимерной или металлической матрицей, армированной волокном (далее — композиты) и устанавливает два метода определения содержания матрицы, армирующего наполнителя и пустот.

Метод I применяют для определения содержания матрицы, армирующего наполнителя и пустот.

Метод II применяют только для определения содержания матрицы и армирующего наполнителя ламинатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 166—89 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 15139—69 Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы) (ASTM D792—13 Стандартный метод определения плотности и удельного веса (относительной плотности) пластиковых масс по объему вытесненной жидкости, NEQ, ASTM D1505—10 Метод испытаний для определения плотности пластмасс при помощи метода градиентной трубы, NEQ)

ГОСТ 19710—83 Этиленгликоль. Технические условия

ГОСТ 20289—74 Реактивы. Диметилформамид. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32794—2014 Композиты полимерные. Термины и определения (ASTM D883—12 Термины и определения, относящиеся к пластмассам, NEQ, ASTM D3878—07(2013) Термины и определения, относящиеся к композитным материалам, NEQ)

ГОСТ Р 56762—2015 Композиты полимерные. Метод определения влагопоглощения и равновесного состояния (ASTM D5229/D5229M—12 «Метод испытаний для определения поглощения влаги и свойства и состояние равновесия композитных материалов с полимерной матрицей», MOD)

Издание официальное

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*.

4 Сущность методов

4.1 Метод I

Метод заключается в растворении в различных химических соединениях или сжигании матрицы композита:

- способ A (см. 7.2.3.1) применяют для растворения матриц из эпоксидной смолы, стали, меди или других материалов, растворимых в азотной кислоте;
- способ B (см. 7.2.3.2) применяют для растворения матрицы из эпоксидных, фенольных, полиамидных, термопластичных смол или других материалов, растворимых в серной кислоте;
- способ C (см. 7.2.3.3) применяют для растворения матрицы из отвержденных ангидридом эпоксидных смол, армированной стеклянными или углеродными наполнителями;
- способ D (см. 7.2.3.4) применяют для растворения матрицы из алюминия, бронзы или других материалов, растворимых в гидроксиде натрия;
- способ E (см. 7.2.3.5) применяют для растворения матрицы из стали, титана, меди, алюминия или других материалов, растворимых в соляной кислоте;
- способ F (см. 7.2.3.6) применяют для растворения матриц из эпоксидной смолы, стали, меди или других материалов, растворимых в азотной кислоте, с использованием для нагрева микроволновой печи;
- способ G (см. 7.2.3.7) применяют для сжигания матрицы, армированной стеклянным или керамическим наполнителями.

Способ неприменим к матрицам, которые не полностью сгорают при испытательной температуре, и матрицам, содержащим армирующие наполнители, которые разрушаются при температурах ниже минимальной температуры сжигания.

4.2 Метод II

Метод заключается в измерении толщины ламината. При этом должна быть известна массовая доля на единицу площади и количество слоев армирующего наполнителя.

5 Оборудование и материалы

5.1 Оборудование

5.1.1 Метод I

5.1.1.1 Весы с погрешностью взвешивания не более 0,0001 г.

5.1.1.2 Эксикатор по *ГОСТ 25336*.

5.1.1.3 Устройство нагревающее, способное поддерживать постоянную температуру до 610 °С.

5.1.1.4 Печь лабораторная микроволновая со встроенной защитой от возникновения избыточного давления, способная поддерживать постоянную мощность.

5.1.1.5 Шкаф сушильный, обеспечивающий постоянную температуру (100 ± 3) °С.

5.1.1.6 Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры не менее (600 ± 30) °С.

5.1.1.7 Насос вакуумный.

5.1.1.8 Установка фильтровальная вакуумная, состоящая из колбы Бунзена, воронки Бюхнера и пористого стеклянного фильтра.

5.1.1.9 Нейтрализатор статического электричества для устранения электростатических зарядов на стенках стеклянной емкости.

5.1.1.10 Холодильник обратный по *ГОСТ 25336*.

5.1.1.11 Емкость стеклянная объемом не менее 50 $см^3$.

5.1.1.12 Тигли платиновые или фарфоровые.

5.1.1.13 Колбы стеклянные.

5.1.1.14 Пипетки градуированные по *ГОСТ 29227*.

5.1.1.15 Автоклав аналитический с реакционными стаканами.

5.1.2 Метод II

5.1.2.1 Микрометр с ценой деления 0,001 мм.

5.1.2.1 Штангенциркуль по *ГОСТ 166*.

5.2 Материалы

5.2.1 Кислота азотная по *ГОСТ 11125*.

5.2.2 Перекись водорода по *ГОСТ 177*.

5.2.3 Кислота серная по *ГОСТ 4204*.

5.2.4 Диметилформамид по *ГОСТ 20289*.

5.2.5 Этиленгликоль по *ГОСТ 19710*.

5.2.6 Гидроксид калия по *ГОСТ 24363*.

5.2.7 Гидроксид натрия по *ГОСТ 4328*.

5.2.8 Соляная кислота по *ГОСТ 3118*.

5.2.9 Ацетон по *ГОСТ 2768*.

5.2.10 Вода дистиллированная по *ГОСТ 6709*.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Подготовка образцов

6.1.1 Метод I

6.1.1.1 Для испытаний используют образцы в количестве, установленном в нормативных документах или технической документации на изделие. При отсутствии таких указаний испытывают произвольное количество образцов, но не менее трех.

6.1.1.2 Образцы для испытаний, вырезанные из исследуемого композитного материала, должны иметь массу, установленную в нормативных документах или технической документации. При отсутствии таких указаний изготовляют образцы для испытаний с массой 1 г.

6.1.1.3 Образцы для испытаний должны иметь ровную, сплошную поверхность без пустот и трещин для уменьшения возможности захвата или включения воздушных пузырьков.

6.1.2 Метод II

6.1.2.1 Для испытаний используют образцы в количестве, установленном в нормативных документах или технической документации на изделие. При отсутствии таких указаний испытывают произвольное количество образцов.

6.1.2.2 Образцы для испытаний должны иметь форму цилиндра или куба и площадь поверхности не менее 625 $мм^2$.

6.1.2.3 На поверхности образца для испытаний не должно быть масла, грязи и других посторонних веществ.

6.2 Сушка образцов

Перед испытанием образцы сушат в соответствии с *ГОСТ Р 56762* (метод D).

7 Проведение испытаний

7.1 Общие положения

Испытания проводят при температуре (23 ± 3) °С и относительной влажности воздуха (50 ± 10) %.

7.2 Метод I

7.2.1 Взвешивают образец для испытаний с точностью до 0,0001 г.

7.2.2 Определяют плотность образца для испытаний методом гидростатического взвешивания по *ГОСТ 15139* (раздел 3) или методом градиентной колонки по *ГОСТ 15139* (раздел 6).

7.2.3 Удаляют матрицу образца для испытаний одним из способов по 7.2.3.1—7.2.3.7.

Выбранный способ должен позволять производить удаление материала матрицы, не оказывая при этом воздействие на материал армирующего наполнителя.

7.2.3.1 Способ А

Образец для испытаний помещают в колбу, в которой содержится не менее 30 $см^3$ 70 %-ного раствора азотной кислоты. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на нагревающем устройстве при температуре не более 80 °С. Нагревание проводят до полного растворения матрицы образца для испытания.

При этом максимальное время нагревания должно составлять не более 6 ч.

Полученный раствор отфильтровывают в вакуумной фильтровальной установке. Полученный осадок в стеклянном фильтре трижды промывают дистиллированной водой. Для сокращения времени высыхания последнее промывание фильтра с осадком допускается осуществлять ацетоном.

Фильтр с осадком сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

7.2.3.2 Способ В

Образец для испытаний помещают в стеклянную емкость, в котором находится не менее 20 $см^3$ серной кислоты, и нагревают его на нагревающем устройстве. После потемнения раствора (без существенного изменения в цвете в течение 5 мин) добавляют не менее 35 $см^3$ раствора перекиси водорода, пока раствор не станет прозрачным (резко обесцветится). Нагревание проводят до полного растворения матрицы образца для испытаний.

Полученный раствор отфильтровывают в вакуумной фильтровальной установке. Полученный осадок в стеклянном фильтре трижды промывают дистиллированной водой. Для сокращения времени высыхания последнее промывание фильтра с осадком допускается осуществлять ацетоном.

Фильтр с осадком сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

7.2.3.3 Способ С

Приготавливают 10 %-ный раствор гидроксида калия в этиленгликоле:

- помещают 100 г твердого гидроксида калия в мерную колбу вместимостью 1500 $см^3$;
- добавляют 500 $см^3$ этиленгликоля;
- нагревают до растворения гидроксида калия;
- добавляют еще 500 $см^3$ этиленгликоля.

Образец для испытаний помещают в колбу объемом 250 $см^3$ и добавляют 100 $см^3$ 10 %-ного раствора гидроксида калия в этиленгликоле. Соединяют колбу с обратным холодильником и нагревают на нагревающем устройстве. Нагревание проводят до полного растворения матрицы образца для испытаний, определяемое по отделению и свободному плаванию армирующего наполнителя в растворе.

Полученный раствор отфильтровывают в вакуумной фильтровальной установке. Полученный осадок в стеклянном фильтре дважды промывают диметилформамидом, и затем дополнительно трижды дистиллированной водой. Для сокращения времени высыхания последнее промывание фильтра с осадком допускается осуществлять ацетоном.

Фильтр с осадком сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

7.2.3.4 Способ D

Образец для испытаний помещают в колбу, в которой содержится от 20 до 25 $см^3$ (40—80) %-ного разбавленного раствора гидроксида натрия, соединяют колбу с обратным холодильником и нагревают на нагревающем устройстве до температуры не более 80 °С. Нагревание проводят до полного растворения матрицы образца для испытания.

Полученный раствор отфильтровывают в вакуумной фильтровальной установке. Полученный осадок в стеклянном фильтре трижды промывают дистиллированной водой. Для сокращения времени высыхания последнее промывание фильтра с осадком допускается осуществлять ацетоном.

Фильтр с осадком сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

7.2.3.5 Способ Е

Образец для испытаний помещают в колбу, в которой содержится от 20 до 25 $см^3$ раствора соляной кислоты, соединяют колбу с обратным холодильником и нагревают на нагревающем устройстве до полного растворения матрицы образца для испытания.

Полученный раствор отфильтровывают в вакуумной фильтровальной установке. Полученный осадок в стеклянном фильтре трижды промывают дистиллированной водой. Для сокращения времени высыхания последнее промывание фильтра с осадком допускается осуществлять ацетоном.

Фильтр с осадком сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

7.2.3.6 Способ F

Образец для испытаний помещают в стакан аналитического автоклава и добавляют в него не менее 30 $см^3$ азотной кислоты. Закрывают крышку аналитического автоклава и помещают его в лабораторную микроволновую печь. Мощность и время выдержки в печи устанавливают в зависимости от материала композита и размера образца для испытаний. Время выдержки не должно превышать 30 мин.

Полученный раствор отфильтровывают в вакуумной фильтровальной установке. Полученный осадок в стеклянном фильтре трижды промывают дистиллированной водой. Для сокращения времени высыхания последнее промывание фильтра с осадком допускается осуществлять ацетоном.

Фильтр с осадком сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при температуре 100 °С.

7.2.3.7 Способ G

Фарфоровый или платиновый тигель прокаливают при температуре от 500 °С до 600 °С в муфельной печи и охлаждают до комнатной температуры, после чего взвешивают с точностью до 0,0001 г.

Образец для испытаний помещают в тигель и нагревают в муфельной печи при температуре (565 ± 30) °С в течение не более 6 ч до полного сжигания матрицы. Допускается использовать другую температуру нагрева при условии полного сжигания матрицы и отсутствия открытого пламени.

7.2.4 Фильтр или тигель с полученным осадком охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до 0,0001 г.

7.3 Метод II

7.3.1 Взвешивают образец для испытаний с точностью до 0,0001 г.

7.3.2 Определяют плотность образца для испытаний методом гидростатического взвешивания по *ГОСТ 15139* (раздел 3) или методом градиентной колонки *ГОСТ 15139* (раздел 6) или по формуле (7).

7.3.3 Измеряют толщину образца для испытаний микрометром не менее чем в десяти точках и вычисляют среднее арифметическое значение.

7.3.4 Измеряют ширину и длину образца для испытаний штангенциркулем не менее чем в трех точках и вычисляют среднее арифметическое значение.

7.4 Определение плотности матрицы и армирующего наполнителя

При необходимости определения плотности матрицы и/или армирующего наполнителя применяют метод гидростатического взвешивания по *ГОСТ 15139* (раздел 3) или метод градиентной колонки *ГОСТ 15139* (раздел 6).

Примечание — Для определения плотности матрицы в полимерном композите изготавливают образцы из примененной в композите смолы, отвержденной при условиях соответствующих условиям изготовления полимерного композита.

8 Обработка результатов

8.1 Метод I

8.1.1 Содержание армирующего наполнителя в образце для испытаний W_r, выражаемое как процент по массе, вычисляют по формуле

$$W_r = \frac{m_2}{m_1} 100, \quad (1)$$

где m_2 — масса образца после испытания, г;

m_1 — масса образца до испытания, г.

Массу образца после испытания m_2, г, вычисляют по формуле

$$m_2 = m_4 - m_3, \quad (2)$$

где m_4 — масса образца с фильтром (тиглем) после испытания, г;

m_3 — масса фильтра (тигля), г.

8.1.2 Содержание армирующего наполнителя в образце для испытаний V_r, выражаемое как процент по объему, вычисляют по формуле

$$V_r = W_r \frac{\rho}{\rho_r}, \quad (3)$$

где ρ — плотность композита, г/см^3;

ρ_r — плотность армирующего наполнителя, г/см^3.

8.1.3 Содержание матрицы в образце для испытаний W_m, выражаемое как процент по массе, вычисляют по формуле

$$W_m = \frac{m_1 - m_2}{m_1} 100. \quad (4)$$

8.1.4 Содержание матрицы в образце для испытаний V_m, выражаемое как процент по объему, вычисляют по формуле

$$V_m = W_m \frac{\rho}{\rho_m}, \quad (5)$$

где ρ_m — плотность матрицы, г/см^3.

8.1.5 Содержание пустот V_v, %, вычисляют по формуле

$$V_v = 100 - (V_r + V_m). \quad (6)$$

8.2 Метод II

8.2.1 При определении плотности образца для испытаний ρ, г/см^3, расчетным способом используют следующую формулу:

$$\rho = \frac{m}{1000Ah}, \quad (7)$$

где m — масса образца для испытаний, г;

A — площадь образца для испытаний, м^2;

h — толщина образца для испытаний, мм.

8.2.2 Содержание армирующего наполнителя в образце для испытаний W_r, выражаемое как процент по массе, вычисляют по формуле

$$W_r = \frac{A_r N 0{,}1}{\rho h}, \quad (8)$$

где A_r — масса одного слоя армирующего наполнителя на единицу площади, г/м^2;

N — число слоев армирующего наполнителя в образце для испытаний.

8.2.3 Содержание армирующего наполнителя в образце для испытаний, выражаемое как процент по объему V_r, вычисляют по формуле

$$V_r = \frac{A_r N 0{,}1}{\rho_r h}. \quad (9)$$

8.2.4 Содержание матрицы в образце для испытаний W_m, выражаемое как процент по массе, вычисляют по формуле

$$W_m = 100 - W_r. \quad (10)$$

8.2.5 Содержание матрицы в образце для испытаний V_m, выражаемое как процент по объему, вычисляют по формуле

$$V_m = W_m \frac{\rho}{\rho_m} \quad (11)$$

8.2.6 Толщину одного слоя армирующего наполнителя в образце для испытаний h_p, мм, вычисляют по формуле

$$h_p = \frac{h}{N}. \quad (12)$$

9 Протокол испытаний

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

- ссылка на настоящий стандарт;
- описание испытуемого изделия, включая форму, размеры, тип матрицы, тип армирующего материала, производителя;
- метод (способ) испытания;
- плотность полимерного композита или ламината, матрицы и армирующего наполнителя;
- содержание матрицы и армирующего наполнителя в полимерном композите или ламинате;
- содержание пустот в полимерном композите;
- толщина одного слоя армирующего наполнителя;
- дата проведения испытаний;
- подписи должностных лиц, проводивших испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Положения ASTM D3171, которые применены в настоящем стандарте с модификацией их содержания

ДА.1 Раздел 1 Область применения

1.1 В данном стандарте описаны методы, позволяющие определять компоненты, которые входят в состав композиционных материалов, с использованием одного из двух подходов. Метод I заключается в физическом удалении матрицы путем выварывания или воспламенения с использованием одной из семи методик, которые сохраняют армирующий материал в основном нетронутым, и позволяют определить состав армирующего материала или матрицы (по массе или объему), а также коэффициент пористости, выраженный процентным отношением. Метод II применяют только при исследовании слоистых материалов, выполненных из волокон с известной массой на единицу площади, позволяет определить состав или матрицы (по массе или объему), а также толщину отвержденного слоя, на основе измеренной толщины слоистого материала. Метод II не используют для определения коэффициента пористости.

1.1.1 Данные методы определения в первую очередь предназначены для исследования изделий, выполненных из двухкомпонентных композитных материалов. Вместе с тем, при определенных условиях эти методы можно использовать для исследования изделий, выполненных из материалов с заполнением, в состав которых входит более двух компонентов, хотя это и не гарантирует получения всех необходимых результатов при исследовании каждого конкретного материала.

1.1.2 Методики, описанные в данном стандарте, позволяют проводить эффективные исследования определенных классов полимерных или металлических матриц. Их возможное применение описывается в разделе 4, а также предшествует описанию каждой из них.

1.1.3 Метод I основан на допущении о том, что методы, используемые для выщелачивания или сжигания, существенно не повлияют на армирующий материал. Ниже также приводится методика проведения коррекции результатов с учетом незначительных изменений, которые происходят в армирующем материале. Методики от А до F основаны на применении химических соединений для разрушения матрицы, тогда как Методика G предусматривает разрушение матрицы путем ее воспламенения в печи.

1.1.4 Метод II основан на допущении о том, что масса волокон на единицу площади формы, выполненной из армирующего материала известна или находится под контролем в допустимых пределах. Коэффициент пористости при этом не измеряют. Формулы 9 и 10, используемые для проведения расчетов, основаны на допущении о том, что коэффициент пористости равен нулю.

1.2 Значения, приводимые в единицах СИ, должны расцениваться как стандартные. Другие единицы измерения в данном стандарте не применяются.

1.3 В данном стандарте не рассматриваются все возможные вопросы, связанные с обеспечением безопасности, при наличии таковых, связанных с использованием приведенных ниже методик. Лицо, использующее данный стандарт, несет ответственность за внедрение соответствующих процедур по обеспечению безопасности и охране труда, а также за заблаговременное решение вопроса о возможности использования стандарта в рамках действующего законодательства. См. раздел 9 для получения дополнительной информации.

ДА.2 Раздел 4 Описание методов испытания

4.1 Метод I — это метод определения содержания матрицы, удаляемой в горячей жидкой среде (при растворении) или печи (при воспламенении) в образце материала с известной массой.

При растворении в горячей жидкой среде остаток, в котором содержится армирующий материал, впоследствии фильтруется, промывается, высушивается, охлаждается, и взвешивается.

Рассчитывают массу, %, армирующего материала, и с помощью данного значения и, если известна плотность композита и армирующего материала, рассчитывается объемная доля (в процентах).

Дополнительный расчет коэффициента пористости можно провести при известном или рассчитанном значении плотности матрицы.

4.1.1 Можно внести поправку на изменение массы армирующего материала или сохранения матрицы (13.3 и 13.4), если такие изменения воспроизводимы в условиях испытаний и имеют одинаковую величину как для армирующего материала, так и для матрицы (в качестве элементов композита).

4.1.1.1 Методика А, применяемая для исследования матриц, из эпоксидной смолы, стали, меди, или других материалов, которые растворяются при помощи концентрируемой азотной кислоты.

Примечание 1 — Азотная кислота разъедает значительное число армирующих материалов. Если армирующий материал будет разъеден азотной кислотой, то рекомендуется использовать альтернативный метод анализа в зависимости от типа матрицы. См. приложение А.1.

4.1.1.2 Методику В применяют для исследования эпоксидных, фенольных, полиамидных, термопластичных смол или других материалов, растворимых в водной смеси серной кислоты и перекиси водорода (см. приложение А.2).

4.1.1.3 Методику С применяют для исследования матриц из эпоксидной смолы и других материалов, растворимых в смеси этилен гликоля и гидроокиси калия (см. приложение А.3).

Примечание 2 — Методику С используют исключительно для исследования изделий из обработанной ангидридом смолы с арамидным или углеродноволокнистым наполнителем.

4.1.1.4 Методику D применяют для матриц из алюминия, бронзы, или других материалов, растворимых в растворе гидроокиси натрия (см. приложение А.4).

4.1.1.5 Методику Е применяют для матриц из стали, титана, меди, алюминия или других материалов, растворимых в соляной кислоте. (см. приложение А.5.)

4.1.1.6 Методика F представляет собой вариант методики А, в котором используют нагрев при помощи СВЧ-излучения (см. приложение А.6).

4.1.1.7 Методику G применяют для армирующих материалов из стекла или керамики, которые не поддаются воздействию высокой температуры или армирующих материалов из углерода, в средах с управляемой температурой, что позволяет избежать обугливания армирующих материалов (см. приложение А.7).

4.2 Метод II позволяет измерять толщину относительно плоской панели, выполненной с армирующим материалом с известной и одинаковой массой на единицу площади. Содержание армирующего материала и матрицы рассчитывается на основе толщины панели.

ДА.3 Раздел 7 Аппаратура

7.1 Общие требования

7.1.1 Экстремальные температуры

Лабораторное оборудование, которое должно работать при экстремальных температурах (повышенных или пониженных), должно быть выполнено из закаленного стекла или политетрафторэтилена (ПТФЭ).

7.1.2 Апостериорный элементный анализ

При необходимости проведения апостериорного элементного анализа остатков армирующего материала используемое при этом лабораторное оборудование должно быть выполнено из ПТФЭ, а резку анализируемых образцов следует выполнять только с помощью инструментов, имеющих алмазное покрытие режущих кромок.

7.2 Замечания по общему использованию

7.2.1 Лабораторные весы

Погрешность используемых лабораторных весов должна находится в пределах ± 0,1 мг.

7.2.2 Лабораторный десикатор.

7.3 Метод изучения I

7.3.1 Нагревательное оборудование

7.3.1.1 Постоянный источник тепла

Нагреватель колб, конфорка или термостат следует использовать для нагрева исследуемого материала до требуемой температуры вместе с использованием определенного расщепляющего вещества, источники тепла должны поддерживать постоянную температуру до 610°С.

7.3.1.2 Микроволновая печь должна быть способна поддерживать постоянную мощность. Микроволновая печь должна иметь встроенную защиту от возникновения избыточного давления. Она предназначена исключительно для проведения исследований по методике F (см. приложение А6).

7.3.1.3 Сушильная печь должна обеспечивать циркуляцию воздуха с постоянной температурой в пределах (100 ± 3) °С или другой заданной температурой с разбросом в ± 3°С.

7.3.1.4 Муфельная печь должна поддерживать температуру в процессах, когда требуется удалить полимерную матрицу, оставив армирующий материал нетронутым. Как правило температура эта должна быть не меньше (600 ± 30) °С. Данный прибор используют только для проведения исследования по методике G (см. приложение А7).

7.3.2 Дополнительное оборудование

7.3.2.1 Контейнер для образцов

Лабораторный сосуд, герметизированный сосуд или резервуар из боросиликатного стекла или ПТФЭ, должен иметь объем не менее 50 мл.

7.3.2.2 Источник вакуума должен развивать давление 50 кПа (375 мм рт. ст.).

7.3.2.3 Нейтрализатор статического электричества должен нейтрализовать статический разряд, который может образовываться на стенках лабораторных сосудов.

7.3.2.4 Фильтровальная установка может состоять из фильтровальной колбы с держателем для тигля и фильтром из пористого стекла или какого-нибудь прибора.

Примечание 3 — Диаметр пор фильтра должен обеспечивать фильтрацию наименьших по размеру частиц армирующего материала. Это особенно важно при исследовании неоднородных армирующих материалов или материалов, которые были перемолоты перед вывариванием (примечание 4). При наличии каких-либо сомнений в отношении требуемого диаметра фильтра, необходимо последовательно менять фильтры, чтобы подобрать подходящий по диаметру пор. Наполнители из смол или других химических веществ, не разрушаемые при помощи вываривания могут оставаться нетронутыми из-за их включения в армирующий материал, а также из-за размера пор используемого фильтра. Анализ этой «захваченной» матрицы может потребоваться для регулировки содержания волокон. Используется при проведении анализа по методикам A-F (см. приложения А.1 — А.7).

7.3.2.5 Обратный холодильник должен предотвращать потери используемого для вываривания вещества, позволяя его испарениям собираться в соответствующую емкость. Используется при проведении анализа по методикам А и С (см. приложение А.1 и приложение А.3).

7.3.2.6 Прочее лабораторное оборудование

Прочее общедоступное лабораторное оборудование может потребоваться для проведения исследований по различным методикам, например, колбы, пипетки, предметные стекла и безворсовые салфетки.

7.4 Принадлежности, необходимые для метода изучения II

7.4.1 Прибор для измерения толщины

Микрометр механический или микрометр цифровой (шаровые вставки на микрометрическом винте должны иметь диаметр 6 мм.). Размеры прибора должны обеспечивать возможность проведения измерений в центральной части поверхности изучаемого образца. Должен иметь минимальное значение до 0,001 мм.

7.4.2 Кронциркули должны иметь минимальное значение длины либо погрешность при измерении ширины образца не должна превышать 0,1 %. Значения длины, которые можно будет измерять с помощью кронциркуля, зависят от размеров образца и могут составлять от 75 до более 1500 мм. Для измерения более крупных образцов можно использовать оптические приборы.

ДА.4 Раздел 8 Реактивы

8.1 Чистота реактивов

Для проведения исследований следует использовать химические реактивы. Если иное не указано в методике исследования, то предполагают, что все реактивы должны соответствовать требованиям нормативно-технической документации комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества и применяться там, где имеется такая документация. Реактивы иного качества также могут быть использованы для проведения исследования, но в этом случае первостепенное значение имеет их чистота и, как следствие возможность обеспечить требуемую точность результатов исследования.

8.2 Реактивы для выщелачивания

Подходящие реактивы для выщелачивания должны выбирать с учетом их совместимости с материалом, методом исследования и используемой аппаратурой. Необходимо ознакомиться и понять меры предосторожности, указанные в разделе 9, перед выбором реактива для экстракции. Ниже перечислены реактивы для экстракции, которые доказали собственную эффективность при исследовании большого числа матриц:

8.2.1 Для методик А и F

8.2.1.1 Азотная кислота, HNO_3, 70 %-ный водный раствор.

8.2.2 Для методики В

8.2.2.1 Перекись водорода, H_2O_2, 30 — 50 %-ный водный раствор.

(Предупреждение! Начиная с момента утверждения данного стандарта H_2O_2 причисляется Международным агентством по изучению рака к «неизвестным» веществам («неизвестным» в отношении его влияния на образование рака у человека). Имеется ограниченное количество данных о риске возникновения рака при проведении лабораторных экспериментов на животных.)

8.2.2.2 Серная кислота, H_2SO_4, 96 — 98 %-ный водный раствор.

8.2.3 Для методики С

8.2.3.1 Диметилформамид (ДМФА), $(CH_3)_2NCHO$.

(Предупреждение! Начиная с момента утверждения данного стандарта ДМФА причисляется Международным агентством по исследованию рака к веществам группы 2В — «способным вызвать образование раковой опухоли у человека», а, по данным Национальной токсикологической программы, это вещество считается токсином, воздействующим на репродуктивную систему. Для получения дополнительных сведений см. паспорт безопасности химического вещества для ДМФА.)

8.2.3.2 Этиленгликоль, $HOCH_2CH_2OH$.

8.2.3.3 Твердый гидроксид калия, KOH.

8.2.4 Для методики D

8.2.4.1 Гидроксид натрия, NaOH 40—80 %-ный водный раствор.

8.2.5 Для методики Е

8.2.5.1 Хлористоводородная кислота, HCl 5-10 %-ный водный раствор.

8.3 Моющие реактивы

Подходящий моющий(ие) реактив(ы) выбирают исходя из его совместимости с исследуемым материалом и используемым аппаратом. Ознакомьтесь и примите во внимание меры предосторожности, перечисленные в разделе 9, прежде чем выбрать моющий реактив. Ниже указаны названия моющих реактивов, которые были признаны эффективными.

8.3.1 Ацетон, CH_3COCH_3.

8.3.2 Вода, дистиллированная или обессоленная.

ДА.5 Раздел 10 Испытательный образец

10.1 Метод I:

10.1.1 Отбор образцов для испытания

Минимальное количество рекомендуемых образцов для испытания — три. Используйте один и тот же образец, отмеренный и отрезанный в соответствии с 10.1.2 и 10.1.3 для определения плотности (в соответствии с методами испытаний D792 или D1505) и объема армирования/объема пустот, за исключением процедуры G, в которой для образца может потребоваться дополнительная нарезка для максимального увеличения площади поверхности для сгорания.

10.1.2 Геометрические параметры образца

Минимальная масса образца должна составлять не менее 0,5 г только для объема компонентов и 1,0 г, если необходимо получить объем пустот, а конфигурация аппарата не ограничивает возможную форму. Образец должен

содержать характерный объем проверяемого материала. Один и тот же образец можно использовать для определения плотности и объема армирования.

10.1.3 Нарезка образца

На образце не должно быть загрязнений или иных посторонних веществ. Если необходимо рассчитать процент по объему путем измерения плотности образца, разрезание не должно вызывать истирания или отслаивания образца. Неправильно отрезанный образец может захватывать воздух при погружении, что приведет к ложным показаниям плотности.

10.1.4 Подготовка условия для образца

После нарезки образец необходимо подготовить в соответствии с разделом 12.

10.2 Метод II

10.2.1 Отбор образцов для испытания

Минимальное количество рекомендуемых образцов для испытания — один.

10.2.2 Геометрические параметры образца

Образцом могут быть размеры слоистого пластика. Минимальная площадь поверхности образца составляет 625 мм^2 на поверхности слоистого материала. Образец должен иметь приблизительную цилиндрическую форму или форму куба.

10.2.3 Нарезка образца

На образце не должно быть масла, грязи или других посторонних веществ.

10.2.4 Подготовка условия для образца

После нарезки образец необходимо подготовить в соответствии с разделом 12.

ДА.6 Раздел 12 Подготовка необходимых условий

12.1 Просушивают образец до равновесного состояния в соответствии с процедурой D метода испытания D5229/D5229M. Если возможно доказать, что образцы высушены с погрешностью в пределах 1 %, в течение более короткого периода времени, возможна сушка в течение менее длительного времени.

12.2 Если не указано иное, испытания проводят при температуре (23 ± 3) °С и относительной влажности (50 ± 10) %. Образцы испытаний плотности в пределах 10 мин извлекают из сушильной печи.

ДА.7 Раздел 13 Процедура

13.1 Метод испытания I

13.1.1 Общие процедуры

13.1.1.1 Процедура А — выполняют процедуру в соответствии с приложением А1.

13.1.1.2 Процедура В — выполняют процедуру В в соответствии с приложением А2.

13.1.1.3 Процедура С — выполняют процедуру С в соответствии с приложением А3.

13.1.1.4 Процедура D — выполняют процедуру D в соответствии с приложением А4.

13.1.1.5 Процедура Е — выполняют процедуру Е в соответствии с приложением А5.

13.1.1.6 Процедура F — выполняют процедуру F в соответствии с приложением А6.

13.1.1.7 Процедура G — выполняют процедуру G в соответствии с приложением А7.

13.1.2 Поправка, учитывающая изменение массы волокна во время испытания

13.1.2.1 Взвешивают одну заготовку, состоящую только из армирующего вещества. Масса заготовки должна приблизительно равняться массе армирования в образце для испытания с точностью до 0,0001 г.

13.1.2.2 Выполняют полную процедуру испытания на заготовке.

13.1.2.3 Разница между массой начальной заготовки и массой после гидролиза или сгорания, деленная на массу начальной заготовки, равняется относительным потерям армирующего вещества.

13.1.2.4 Относительная потеря при повторяемости результатов может прибавляться (или вычитаться) к уравнению в 14.1.1.

13.1.2.5 Значительными считаются только относительные разности более 0,005 (0,5 %).

13.1.3 Корректировка изменения массы матрицы

13.1.3.1 Взвешивают одну заготовку, состоящую только из отвержденной матрицы. Масса заготовки должна приблизительно равняться массе матрицы в образцах для испытания с точностью до 0,0001 г.

13.1.3.2 Выполняют полную процедуру испытания на заготовке.

13.1.3.3 Поскольку необходимо убрать все матрицы, масса после гидролиза или сгорания, деленная на массу оригинальной заготовки — это матричный вычет. Он представляет материал матрицы, оставшийся после гидролиза или сгорания.

13.1.3.4 Относительное усиление, при повторяемости результатов, может прибавляться к уравнению в п. 14.3.1.

13.1.3.5 Значительными считают только относительные разности более 0,005 (0,5 %).

13.2 Метод II

13.2.1 Взвешивают каждый образец с точностью до 0,0001 г.

13.2.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505 или используйте расчеты в п. 14.3.1 если требуется процент по объему волокна или процент пустот или оба. Предварительную подготовку для образцов D792 или D1505 выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

13.2.3 Определяют толщину слоистого материала с помощью микрометра или циферблатного индикатора [используйте шаровый зонд диаметром 6 мм, чтобы обеспечить однотипность, если не указано иное (см. раздел 6.6)]. Измеряют толщину не менее чем в десяти точках. Для определения толщины образца определяют среднее значение измерений.

13.2.4 Измеряют ширину и длину образца штангенциркулем или другим подходящим устройством не менее чем в трех местах. Для определения ширины и длины образца определяют среднее значение измерений.

ДА.8 Раздел 14 Обработка результатов

14.1 Метод испытания I

14.1.1 Содержание армирующего вещества, процент по массе, рассчитывают в соответствии с уравнением

$$W_r = (M_f / M_i) \cdot 100, \quad (1)$$

где M_i — первоначальная масса образца, г;

M_f — конечная массы образца после гидролиза или сгорания, г.

Примечание 4 — Массу волокна можно получить, взяв массу тигля с массой армирования и вычесть массу тигля *(M_f = M_{cr} - M_c)*.

14.1.2 Содержание армирующего вещества, процент по объему рассчитывают в соответствии с уравнением

$$V_r = (M_f / M_i) \cdot 100 \cdot \rho_c / \rho_r, \quad (2)$$

где ρ_r — плотность армирующего вещества, г/см^3;

M_f — конечная массы образца после гидролиза или сгорания, г;

ρ_c — плотность образца, г/см^3

14.1.3 Содержание матрицы, процент по массе, рассчитывают в соответствии с уравнением

$$W_m = (M_i - M_{fi}) / M_i \cdot 100, \quad (3)$$

14.1.4 Содержание матрицы, процент по объему, рассчитывают в соответствии с уравнением

$$V_m = (M_i - M_{fi}) / 100 \cdot \rho_c / \rho_m, \quad (4)$$

где ρ_m — плотность матрицы, г/см^3

14.1.5 Объем пустот рассчитывают в соответствии с уравнением

$$V_v = 100 - (V_r + V_m). \quad (5)$$

Примечание 5 — Отрицательные значения V_v заносятся в протокол. Значения объема пустот отрицательнее чем -0,2% указывает на возможную проблему в проведении испытания. Необходимо изучить входные значения процедуру испытания. См. раздел 6.1.

14.2 Метод испытания II

14.2.1 Плотность образца, г/см^3 — рассчитывают плотность образца в граммах на кубический сантиметр по уравнению 6 или аналогичному методу испытания, например, метод испытания D792 или метод испытания D1505

$$\rho_c = M_i / (A \cdot h \cdot 1000), \quad (6)$$

где M_i — масса образца, г;

A — площадь образца, м^2;

h — толщина образца, мм.

14.2.2 Содержание армирующего вещества, процент по массе рассчитывают в соответствии с уравнением

$$W_r = (A_r \cdot N \cdot 0{,}1) / (\rho_c \cdot h), \quad (7)$$

где A_r — масса одного листа армирования/ площади единицы, г/м^2;

N — число листов в образце для испытаний.

14.2.3 Содержание армирования, процент по объему рассчитывают в соответствии с уравнением

$$V_r = (A_r \cdot N \cdot 0{,}1) / (\rho_r \cdot h). \quad (8)$$

14.2.4 Содержание матрицы, процент по массе рассчитывают в соответствии с уравнением

$$W_m = 100 - ((A_r \cdot N \cdot 0{,}1) / (\rho_c \cdot h)). \quad (9)$$

14.2.5 Содержание матрицы, процент по объему рассчитывают содержание матрицы в процентах по объему в соответствии с уравнением

$$V_m = W_m \cdot \rho_c / \rho_m. \quad (10)$$

14.2.6 Толщина отвержденного слоя, мм рассчитывают на основе измеренной толщины слоистого материала, h, в разделе 13.2.3 по уравнению

$$h_p = h / N_p, \quad (11)$$

где h_p — толщина отвержденного слоя, мм;

N_p — число слоев в слоистом материале.

ДА.9 Раздел 15 Протокол

15.1 Вносят в протокол нижеследующие сведения или используемые источники, которые указывают на прочие документы, в которых содержатся данные сведения, как можно полнее.

15.1.1 Внесение пунктов в протокол, которые не входят в зону ответственности конкретной испытательной лаборатории, к примеру детальные сведения о материалах, должно относиться к задачам стороны, которая запросила проведение испытаний.

15.1.2 Статус изменения или дата выпуска настоящего метода испытаний.

15.1.3 Фактическая процедура испытания.

15.1.4 Любые изменения касательно данного метода испытаний, нештатные случаи, которые зафиксированы во время проведения испытаний или проблемы с оборудованием, которые имеют место во время испытаний.

15.1.5 Выполняют идентификацию испытываемого материала, в том числе по типу, источнику, форме и размеру (см. руководство E1309).

15.1.6 Значения плотности волокна и их источники.

15.1.7 Отдельные и средние значения, а также стандартные отклонения массы армирования и матрицы, процент по объему армирования и матрицы.

15.1.8 Отдельное и среднее значение, а также стандартное отклонение процентного содержания пустот.

15.1.9 Значение плотности матрицы и источник значения.

15.1.10 Время сушки и температура печи при сушке¬ начального образца (до определения плотности и после гидролиза).

15.1.11 Для метода II, использованное измерительное оборудование, индивидуальные и средние значения толщины, ширины и длины слоистого материала.

15.1.12 Толщина отвержденного слоя, определенная методом испытания II, включая индивидуальные и средние значения.

ДА.10 Приложение А1 Процедура гидролиза матрицы с помощью азотной кислоты

Предупреждение! Перед началом работы с кислотами необходимо понимать опасные аспекты, описанные в разделе 9.

А1.1 Взвешивают каждый образец, М, с точностью до 0,0001 г.

А1.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот или оба. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

Примечание А1.1 — Образцы могут требовать дальнейшей нарезки или измельчения перед гидролизом. После обработки образцы необходимо взвесить повторно. Необходимо проявлять осторожность, чтобы нарезанные или измельченные образцы представляли оригинальный состав образца.

А1.3 Помещают каждый образец в отдельный сосуд или мензурку, содержащую не менее 30 мл 70% азотной кислоты.

А1.4 Рекомендуется постоянный нагрев колбонагревателем, электроплиткой или ванной регулируемой температуры. Требования к температуре зависят от системы, которой необходим гидролиз. Обычно температура не должна превышать 80°С.

(Предупреждение! Рекомендуется использовать обратный конденсатор если температура превышает 40°С.)

А1.5 Максимальное время гидролиза должно быть 6 ч. Более короткие периоды зависят от системы композитов. Матрица считается полностью выщелоченной при отсутствии следов комбинаций армирования/матрицы слоистых материалов. К сожалению, этот факт трудно зафиксировать до извлечения образца из среды гидролиза.

А1.6 Отфильтровывают содержимое в тарированном или предварительно взвешенном M_c фильтре из пористого стекла (или тигли с фильтрующей гильзой) под воздействие вакуума 17 кПа или выше. Трижды промывают волокно дистиллированной водой. Волокно можно промывать ацетоном, как завершающий этап, после удаления азотной кислоты из образца для улучшения времени высыхания.

А1.7 Помещают образец в печь при температуре не менее 100 °С до тех пор, пока образец не будет высушен (приблизительно 1 ч при температуре 100 °С).

А1.8 Охлаждают фильтр или тигель до комнатной температуры в сушильной камере. Взвешивают образец в держателе M_{cr} с точностью до 0,0001 г.

ДА.11 Приложение А2 Процедура гидролиза матрицы с помощью серной кислоты/пероксида водорода

Предупреждение! Перед началом работы с кислотами необходимо понимать опасные аспекты, описанные в разделе 9.

А2.1 Взвешивают каждый образец М с точностью до 0,0001 г.

А2.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот, либо оба показателя. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

А2.3 Помещают каждый образец в 100 мл (или больше) мензурку.

А2.4 Помещают не менее 20 мл серной кислоты.

(Предупреждение! Не используйте в количестве (по объему) менее 20 мл.) Установите мензурку на электроплитку и нагревайте до тех пор, пока смесь не начнет выделять газ.

А2.5 После потемнения раствора (без существенного изменения в цвете в течение 5 мин) добавляют 50 или 30 %-ный пероксид водорода.

(Предупреждение! Данная процедура повышает выделение кислотных паров. Надевайте резиновые перчатки, лабораторный халат и средства защиты глаз.)

Как правило, добавляют около 35 мл пероксида водорода или более. Волокна всплывают на поверхность раствора, а раствор становится прозрачным либо интенсивность цветности резко меняется.

А2.6 Снимают мензурку с электроплитки, дают раствору остыть. Охлаждение можно ускорить, используя водяную или ледяную ванну. Нерастворенный слоистый материал на данном этапе должен быть отчетливо виден. Если матрица нерастворена, раствор отфильтровывают и затем повторно заливают в мензурку, далее повторяют шаги А 2.4 — А2.6.

А2.7 Отфильтровывают содержимое в тарированном или предварительно взвешенном фильтре M_c из пористого стекла (или тигли с фильтрующей гильзой) под воздействие вакуума 17 кПа или выше. Трижды промывают волокно дистиллированной водой. Волокно можно промывать ацетоном, как завершающий этап, после удаления азотной кислоты и пероксида водорода из образца для улучшения времени высыхания.

А2.8 Помещают образец в печь с температурой не менее 100 °С до высыхания образца (приблизительно 1 ч при 100 °С).

А2.9 Охлаждают фильтр или тигель до комнатной температуры в сушильной камере. Взвешивают образец в держателе M_{cr} с точностью до 0,0001 г.

ДА.12 Приложение А3 Процедура гидролиза матрицы с помощью этиленгликоля/гидроксида калия

Предупреждение! Перед началом работы с едкими веществами необходимо понимать опасные аспекты, описанные в разделе 9 .

А3.1 Взвешивают каждый образец М с точностью до 0,0001 г.

А3.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот, либо оба показателя. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

А3.3 Подготовка реагента

Приготавливают 10-% раствор гидроксида калия в этиленгликоле. (Например, помещают 100 г твердого гидроксида калия в мерную колбу объемом 1500 мл. Добавляют 500 мл этиленгликоля. Осторожно нагревают до растворения твердого вещества. Добавляют еще 500 мл этиленгликоля до общего объема в 1 л). Наносят маркировку для хранения мерной колбы.

А3.4 Помещают каждый образец в отдельную мерную колбу объемом 250 мл и добавляют 100 мл раствора гидроксида калия м этиленгликоля в каждую мерную колбу.

А3.5 Соединяют мерную колбу с обратным холодильником. Запускают поток охлаждающей воды и регулируют температуру электроплитки или колбонагревателя, чтобы обеспечить осторожное кипение раствора.

А3.6 Кипятят до полного гидролиза матрицы. Показателем является отделение и свободное плавание волокон в растворе.

А3.7 Отсоединяют мензурку от обратного холодильника.

Примечание А3.1 - Так как гидроокись калия будет воздействовать на стеклянный фильтр, рекомендуется предварительно подготовить фильтра, залив небольшое количество раствора гидроксида калия и этиленгликоля в фильтр.

А3.8 Отфильтровывают содержимое в тарированном или предварительно взвешенном фильтре M_c из пористого стекла под воздействие вакуума 17 кПа или выше. Промывают волокно дважды диметилформамидом, и три раза дистиллированной водой. Волокно можно промывать ацетоном, как завершающий этап, после удаления раствора гидроксида калия и этиленгликоля из образца для улучшения времени высыхания.

А3.9 Помещают образец в печь при температуре не менее 100 °С до тех пор, пока образец не будет высушен (приблизительно 1 ч при температуре 100 °С).

А3.10 Охлаждают фильтр или тигель до комнатной температуры в сушильной камере. Взвешивают образец в держателе M_{cr} с точностью до 0,0001 г.

ДА.13 Приложение А4 Процедура гидролиза матрицы с помощью гидроокиси натрия

Предупреждение! Перед началом работы с едкими веществами необходимо понимать опасные аспекты, описанные в разделе 9.

А4.1 Взвешивают каждый образец, М, с точностью до 0,0001 г.

А.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот, либо оба показателя. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

А4.3 Помещают каждый образец в подходящую мензурку.

А4.4 Добавляют 20-25 $см^3$ 40-80%-ный раствора гидроокиси натрия в мензурку и нагревают образец на электроплитке до температуре не выше 80 °С. Необходимая энергия нагрева зависит от температуры, необходимой для гидролиза матрицы в системе.

А.5 После завершения гидролиза матрицы убирают мензурку с электроплитки и дают ей остыть.

А4.6 Отфильтровывают содержимое в тарированном или предварительно взвешенном фильтре M_c из пористого стекла (или тигли с фильтрующей гильзой) под воздействием вакуума 50 кПа или выше. Трижды промывают дистиллированной водой. Можно промывать ацетоном, как завершающий этап, после удаления

гидроокиси натрия из образца для улучшения времени высыхания.

А4.7 Помещают образец в печь при температуре не менее 100 °С до тех пор, пока образец не будет высушен (приблизительно 1 ч при температуре 100 °С).

А4.8 Охлаждают фильтр или тигель до комнатной температуры в сушильной камере. Взвешивают образец в держателе M_{cr} с точностью до 0,0001 г.

ДА.14 Приложение А5 Процедура гидролиза матрицы с помощью хлористоводородной кислоты

Предупреждение — Перед началом работы с кислотами необходимо понимать опасные аспекты, описанные в разделе 9 .

А5.1 Взвешивают каждый образец, М, с точностью до 0,0001 г.

А5.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот, либо оба показателя. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

А5.3 Помещают каждый образец в подходящую мензурку.

А5.4 Добавляют 20—25 мл 5—10%-ного раствора хлористоводородной кислоты в мензурку, нагревают образец на электроплитке. Необходимая энергия нагрева зависит от температуры, необходимой для гидролиза матрицы в системе.

5.5 После завершения гидролиза матрицы убирают мензурку с электроплитки и дают ей остыть.

А5.6 Отфильтровывают содержимое в тарированном или предварительно взвешенном фильтре M_c из пористого стекла (или тигли с фильтрующей гильзой) под воздействие вакуума 17 кПа или выше. Трижды промывают дистиллированной водой. Можно промывать ацетоном, как завершающий этап, после удаления гидроокиси натрия из образца для улучшения времени высыхания.

А5.7 Помещают образец в печь при температуре не менее 100 °С до тех пор, пока образец не будет высушен (приблизительно 1 ч при температуре 100 °С).

А5.8 Охлаждают фильтр или тигель до комнатной температуры в сушильной камере. Взвешают образец в держателе M_{cr} с точностью до 0,0001 г.

ДА.15 Приложение А6 Процедура гидролиза матрицы с помощью азотной кислоты в СВЧ-печи

Предупреждение — Перед началом работы с кислотами необходимо понимать опасные аспекты, описанные в разделе 9 .

А6.1 Взвешивают каждый образец, М, с точностью до 0,0001 г.

А6.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот, либо оба показателя. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

Примечание А6.1— Образцы могут требовать дальнейшей нарезки или измельчения перед гидролизом. Образцы в состоянии перед гидролизом требуют повторного взвешивания после определения плотности. Необходимо проявлять осторожность, чтобы нарезанные или измельченные образцы представляли оригинальный состав образца.

А6.3 Помещают каждый образец в отдельный сосуд высокого давления, вмещающий раствор и образец и обеспечивающий сброс давления. Добавляют не менее 30 мл 70 %-ного раствора азотной кислоты.

А6.4 Устанавливают крышку на сосуд и присоедините трубку таким образом, чтобы пары азотной кислоты отводились для сброса давления. Устанавливают параметры мощности и времени для СВЧ-печи в соответствии с размером образца и системы композитов.

А6.5 Максимальное время гидролиза должны быть 30 м. Более короткие периоды зависят от системы. Матрицу считают полностью вываренной при отсутствии следов комбинаций армирования/матрицы слоистых материалов. К сожалению, этот факт трудно зафиксировать до извлечения образца из среды гидролиза.

А6.6 Отфильтровывают содержимое в тарированном или предварительно взвешенном Мс фильтре из пористого стекла (или тигли с фильтрующей гильзой) под воздействие вакуума 17 кПа или выше. Трижды промывают волокно дистиллированной водой. Волокно можно промывать ацетоном, как завершающий этап, после удаления азотной кислоты из образца для улучшения времени высыхания.

А6.7 Помещают образец в печь при температуре не менее 100 °С до тех пор, пока образец не будет высушен (приблизительно 1 ч при температуре 100°С).

А6.8 Охлаждают фильтр или тигель до комнатной температуры в сушильной камере. Взвешивают образец в держателе, M_{cr}, с точностью до 0,0001 г.

ДА.16 Приложение А7 Отжиг матрицы в муфельной печи

А.7.1 Взвешивают каждый образец М с точностью до 0,0001 г.

А7.2 Определяют плотность каждого образца согласно методам испытания D792 или D1505, если требуется процент по объему волокна или процент пустот, либо оба показателя. Предварительную подготовку образцов выполняют в соответствии с D3171, раздел 12.

Примечание А7.1 — Образцы могут требовать дальнейшей нарезки или измельчения перед отжигом. После обработки повторно взвесьте образцы. Необходимо проявлять осторожность, чтобы нарезанные или измельченные образцы представляли оригинальный состав образца.

А7.3 Помещают каждый образец в высушенный предварительно взвешенный тигель M_c. Тигель очищают нагреванием до 500 — 600°С или выше в муфельной печи и охлаждают в сушильном шкафу, после чего взвешивается.

А7.4 Помещают тигель в предварительно нагретую до 500°С (или меньше) муфельную печь в зависимости от системы композитов (температура ниже температуры самопроизвольного возгорания образцов). Нагревают до (565 ± 30) °С, или иной температуры, совместимой с системой композитов, которая позволит отжечь матрицу и оставить армирование.

Примечание А7.2 — Материалы в такой раскаленной среде могут воспламеняться. Образцы могут воспламеняться под воздействие пламени регулируемой температуры до внесения в муфельную печь. Если происходит преждевременное возгорание образцов, муфельная печь может регулироваться до фактической температуры отжига.

А7.5 Максимальное время отжига должно быть 6 ч. Более короткие периоды зависят от системы и размера образца. Матрица считается выжженной при отсутствии блоков матрицы/армирования. Визуально должна прослеживаться только зола и армирование.

А7.6 Помещают образец и тигель в сушильный шкаф и дают им остыть до комнатной температуры.

А7.7 Взвешивают образец в держателе M_{cr} с точностью до 0,0001 г.

Приложение ДБ
(справочное)

Положения ASTM D3171, которые исключены в настоящем стандарте

ДБ.1 Раздел 3 Термины и определения

3.1.1 Содержание волокон — это величина, которая показывает содержание волокон в композитном материале или препреге, выраженная в процентном отношении (по весу или по объему). Иногда его определяют в виде дроби. При отсутствии наполнителей этот показатель служит для обозначения содержания армирующего материала.

3.1.2 Содержание матрицы (непрерывной фазы) — это величина, которая показывает содержание матрицы в композиционном материале или препреге, выраженная в процентном отношении (по весу или по объему). Для композитов с полимерной матрицей такое содержание — содержание смоляной части.

3.1.3 Содержание армирующего материала — это величина, которая показывает содержание дисперсной фазы (волокон и наполнителя) в композиционном материале или препреге, выраженный в процентном отношении (по весу или по объему).

3.1.4 Содержание смоляной части — см. содержание матрицы (непрерывной фазы).

3.1.5 Коэффициент пористости — это объем пустот в образце, не имеющий веса, который не относится к матрице или армирующему материалу.

3.2 Определения терминов, применяемых в тексте данного стандарта:

3.2.1 Плотность, $p^{23°C}$ — это масса на единицу объема, измеренного в воздушной среде, непроницаемой части материала при температуре 23 °С.

3.2.1.1 Дискуссия — Определение относительной плотности и плотность являются в принципе совпадает с определениями кажущейся относительной плотности и кажущейся плотности приведенными в Терминологическом стандарта Е12, по этой причине не вводятся поправки на взвешивание материала в воздухе. Впрочем, такое различие является незначительным при решении большей части технических вопросов.

3.2.2 Относительная плотность, $ОП^{23°C}$ — это коэффициент соотношения веса в воздухе удельного объема непроницаемой части материала при температуре 23 °С со стандартной единицей измерения объемного веса воды при температуре 23 °С.

3.3 Условные обозначения:

A - площадь образца.

A_r - расчетная масса одного слоя площади армирующего материала/изделия.

p_c - плотность образца композита.

r_m - плотность отвержденной матрицы.

p_r - плотность армирующего материала или нитей.

h - толщина образца.

h_p - толщина отвержденного слоя, мм.

M_c - масса фильтра из сухого огнеупорного или спеченного стекла.

M_{cr} - масса фильтра из сухого огнеупорного или спеченного стекла с остатками армирующего материала.

M_i - начальная масса образца перед вывариванием или воспламенением.

M_f - конечная масса образца после вываривания или воспламенения.

N_p - количество слоев в слоистом материале.

V_m - объемная доля, %, матрицы в образце.

V_r - объемная доля, %, армирующего материала в образце.

V_v - коэффициент пористости, %, в образце.

W_m - вес, %, матрицы в образце.

W_r - вес,%, армирующего материала в образце.

ДБ.2 Раздел 5 Значимость и применение

5.1 Компоненты, входящие в состав композита, должны быть известны для проведения аналитического моделирования свойств (механических, физических, температурных, или электротехнических) композита, на которые влияют свойства армирующего материала или матрицы. Также для проведения оценки качества изготовленных материалов и использованных для этого производственных процессов требуется знать компонентный состав материалов.

5.2 Коэффициент пористости композитного материала может значительно повлиять на некоторые механические свойства материала. Повышенная пористость, как правило, означает пониженную усталостную прочность, повышенную восприимчивость к проникновению влаги и воздействию атмосферных условий и возросших изменений или разбросу прочностных характеристик. Наличие информации о пористости композита является необходимым показателем качества композита.

5.3 Содержание армирующего материала можно использовать для нормализации механических свойств, на которые оказывает влияние содержание армирующего материала в образце для испытаний.

ДБ.3 Раздел 6 Влияющие факторы

6.1 Плотность компонентов — расчет коэффициента пористости производят с учетом допущения, что плотность армирующего материала и плотность матрицы, полученные на основе свойств нескольких или одного материала, который содержится в образце слоистого материала. Существует нормальный разброс значений плотности армирующего материала и матрицы, которая зависит от используемых компонентов. Это предположение, используемое при расчете коэффициента пористости, обычно мало принимается в расчет,

поскольку влияние, которое оно оказывает на пористость составляет менее 0,2 %. Одним из признаков такого разброса значений является возможность получения отрицательного значения коэффициента пористости в объемных композитах с низкой пористостью. Если ошибки, присущие методике, можно будет исправить, то разумнее будет допустить, что в данном случае свою роль играет разброс значений плотности. Полное отсутствие пористости физически невозможно, но возможно при проведении этих расчетов. Полезно учитывать отрицательный коэффициент пористости компонентов при проведении оценки, если значения плотности компонентов не являются корректными или находятся в нормальных рамках значений для используемых материалов. Отрицательное значение пористости таким образом устанавливает верхнюю границу области, возникновения ошибок при использовании данного метода изучения любого материала.

6.2 Размер образца

Способность оценить пористость также зависит от размеров образца и ограничениями измерительного аппарата. Например, с учетом обоснованных ограничений, присущих лабораторным весам (имеющим погрешность 0,2 мг), образец для испытаний массой 0,2 г с коэффициентом пористости, равным 1,0 %, будет иметь погрешность 10 % (заявленный коэффициент пористости в пределах 0,9 - 1,1 %) после расчета коэффициента пористости как результат возможной погрешности весов. Образец 1-g имеет 2% неопределенность при расчете коэффициента пористости (заявленный коэффициент пористости в пределах от 0,98 % до 1,02 %), поскольку возможная ошибка лабораторных весов на тот же самый 1,0 % объема пор.

6.3 Регулярная ошибка при проведении предшествующих измерений

Способность проведения оценки пористости также определяется с учетом точности предшествующих измерений. Результаты измерения плотности компонентов композита и слоистого материала имеют некоторые ограничения. Погрешность при проведении измерений этих свойств не должна превышать 0,0005 г/см^3. Для нормального слоистого материала из углерода/эпоксидной смолы, погрешность при проведении испытаний пористости, ввиду ограничения при проведении измерений плотности составляющих, должна равняться примерно 1 %.

6.4 Изменение массы армирующего материала

Методики, описанные в методе изучения № 1, позволяют снизить вес волокон. Данный процесс можно изучить посредством обработки армирующего материала без матрицы в условиях проведения испытаний, применяемых для исследования композитного материала. После определения подходящей технологии для изучения материала, расхождения в результатах исследования образцов должны отсутствовать, если характер продукта или условия проведения исследования существенно не изменятся.

6.5 Сохраненная остаточная матрица

Матрицу можно сохранить при помощи любых технических приемов, применяемых в рамках Метода испытаний № 1. Этот процесс можно изучить в количественном отношении путем обработки матрицы в условиях проведения испытаний, применяемых для исследования композитного материала. В качественном отношении матрица должна представлять собой отвержденные частицы в образце в финальной фазе испытания. После определения технологии исследования материала, не должны наблюдаться значительные расхождения в результатах исследования образцов при условии, что характер продукта или условия проведения исследования существенно не изменятся.

6.6 Интерфейс микрометра

Толщина слоистого материала является непостоянной, в особенности это относится к образцам с прокладочной тканью или неровной поверхностью. Метод изучения № 2 позволяет проводить измерения отдельных участков слоистого материала. Микрометр показывает толщину материала в точке замера. Результаты проводимых микрометром измерений зависят от: 1) разности в толщине панели, 2) типа и диаметра устройства для измерения толщины, 3) способности удерживать панели в перпендикулярном положении по отношению к измерительному устройству и 4) чувствительности измерительного устройства.

6.6.1 Шаровая форма вставки микрометра позволяет при проведении измерений толщины (в рамках метода изучения №2) получать более точные результаты, касающиеся объема волокон, а также при наличии шероховатой поверхности по сравнению с плоской вставкой, использование которой чаще приводит к ошибкам при измерениях слоистого материала. Для некоторых форм исследуемого материала, например, при неплотном плетении, неудобно использовать вставку шаровой формы, поэтому рекомендуется использовать микрометр с плоской вставкой.

ДБ.4 Раздел 9 Опасные факторы

9.1 Данную методику испытаний следует использовать только лабораторным персоналом, который имеет общую подготовку в вопросах безопасного обращения с химреагентами. Источником полезной информации являются Надлежащие методы и принципы работы в лаборатории: обращение и утилизация химических веществ, издательство Национальной академии, 1995, 449 стр., ISBN 0-309-05229-7.

(Предупреждение! В дополнение к прочим мерам предосторожности рекомендации по безопасному использованию и обращению указаны в паспортах безопасности, выданных на каждое используемое вещество, в т.ч. на едкие вещества, окислители и композитные материалы.)

(Предупреждение! В дополнение к прочим мерам предосторожности, вываривание и сжигание надлежит производить под вытяжным шкафом с необходимым уровнем вентиляции.) Химические процессы и процесс сгорания не должны проводиться под одним вытяжным шкафом.

9.2 При использовании вытяжного колпака процессы окисления выполняют за защитным щитком или рамкой колпака.

9.3 При обращении с кислотами и едкими веществами соблюдайте стандартные процедуры.

9.4 Храните материалы по типам. Кислоты в особенности требуют использования поддонов по типу кислоты.

9.5 Пероксид водорода 30—50% хранят в морозильной камере или в холодном предохранительном кожухе, в оригинальной упаковке с вентиляционным колпачком. Не допускайте контакта с органическим материалом. Разливы необходимо смыть большим количеством воды.

9.6 При случайном попадании любого реагента на кожные покровы (за исключением воды), промывают это место большим количеством воды.

9.7 Не следует пытаться удалять растворов пероксида водорода путем дистилляции. Взрывоопасное разложение происходит к кипящим раствором, содержащим 65 % пероксид водорода.

9.8 Обязательно удаляют всю среду вываривания до помещения образца в печь.

9.9 Использование смешанных реагентов гидролиза, аппаратуры или условий, не описанных в данных методах испытания, может увеличить уровень опасности при разбрызгивании, выделении токсичных газов, избыточного давления или детонации.

9.10 Следует обратить особое внимание на то, что использование смеси азотной кислоты и ацетона не следует использовать в настоящих методах испытания (процедуры A и F), поскольку в результате возможно образование взрывоопасной среды. Рекомендуется тщательное промывание, исключающее соединение реагирующих компонентов. Реагирующие компоненты не должны размещать в один контейнер (для отходов).

9.11 Данные методы испытаний предполагают прочие опасности, не связанные с применением химических веществ, например, высокая температура и вероятность взрыва стекла под действием вакуума или разрушение стекла под действием иных сил. Для того чтобы свести риск к минимуму следуйте надлежащим методам и принципам работы в лаборатории.

ДБ.5 Раздел 11 Калибровка и стандартизация

11.1 Точность всех средств измерений следует подтверждать калибровками, которые должны совпадать с моментом использования таких средств.

ДА.6 Раздел 16 Точность и систематическая погрешность

16.1 Точность

Данные, необходимые для выработки точного заключения, не доступны для данного метода испытания. В настоящий момент Комитетом D30 планируется проведение ряда межлабораторных испытаний в части данного метода испытания для того, чтобы установить точность.

16.2 Систематическая погрешность

Систематическую погрешность невозможно определить по той причине, что для данной методики испытаний отсутствует контрольный материал.

Приложение ДВ
(справочное)

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта ASTM

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта				Структура стандарта ASTM D3171—11			
Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт
1	—	—	—	1	1.1	1.1.1 — 1.1.4	—
—					1.2	—	—
—					1.3	—	—
2	—	—	—	2		—	—
3	—	—	—	3	3.1		—
—						3.1.1—3.1.5	—
—					3.2	3.2.1	3.2.1.1
—						3.2.2	—
—					3.3	—	—
4	4.1	—	—	4	4.1	4.1.1	4.1.1.1 — 4.1.1.7
	4.2	—	—		4.2	—	—
—				5	—	—	—
—				6	6.1 — 6.6	—	—
—				7	7.1	7.1.1 — 7.1.3	—
5	5.1	5.1.1	5.1.1.1 — 5.1.1.15		7.2	7.2.1	—
						7.2.2	—
					7.3	7.3.1	7.3.1.1 — 7.3.1.4
						7.3.2	7.3.2.1 — 7.3.2.6
	5.1	5.1.2	5.1.2.1 — 5.1.2.1	7	7.4	7.4.1 — 7.4.2	—
	5.2.1 — 5.2.10	—	—	8	8.1 — 8.3	—	—
—				9	9.1 — 9.11	—	—
6	6.1	6.1.1	6.1.1.1 — 6.1.1.3	10	10.1	10.1.1 — 10.1.4	—
		6.1.2	6.1.2.1 — 6.1.2.3		10.2	10.2.1 — 10.2.4	—
—				11	11.1	—	—
6	6.2	—	—	12	12.1	—	—
7	7.1	—	—		12.2	—	—
	7.2	7.2.1 — 7.2.4	—	13	13.1	13.1.1	13.1.1.1 — 13.1.1.7
—						13.1.2	13.1.2.1 — 13.1.2.5
—						13.1.3	13.1.3.1 — 13.1.3.5
7	7.3	7.3.1 — 7.3.4	—		13.2	13.2.1 — 13.2.4	—
	7.4	—	—	—			

Окончание таблицы ДВ.1

Структура настоящего стандарта				Структура стандарта ASTM D3171			
Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт
8	8.1	8.1.1 — 8.1.5	—	14	14.1	14.1.1 — 14.1.5	—
	8.2	8.2.1 — 8.2.6	—		14.2	14.2.1 — 14.2.6	—
9	—	—	—	15	15.1	15.1.1 — 15.1.12	—
—				16	16.1 — 16.2	—	—
—				17	17.1	—	—
7	7.2	7.2.1 — 7.2.4	—	Приложение А		А.1 — А.7	—
Приложения ДА — ДВ			—	—	—	—	—

Примечания

1 Раздел 16 примененного стандарта АСТМ исключен из настоящего стандарта, т.к. в нем отсутствуют требования к точности, не указаны нормы по погрешности и ее составляющих данного метода испытаний.

2 Раздел 17 приведен в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5 (пункт 5.6.2).

3 Приложения А.1 — А.7 примененного стандарта АСТМ описаны в разделе 7, так как устанавливают последовательность проведения испытаний.

4 Внесены дополнительные приложения ДА, ДБ и ДВ в соответствии с требованиями, установленными к оформлению национального стандарта, модифицированного по отношению к стандарту ASTM.

Приложение ДГ
(справочное)

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

Таблица ДГ.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 15139—69	NEQ	ASTM D792—13 Стандартный метод определения плотности и удельного веса (относительной плотности) пластиковых масс по объему вытесненной жидкости, ASTM D1505—10 Метод испытаний для определения плотности пластмасс при помощи метода градиентной трубы
ГОСТ 32794—2014	NEQ	ASTM D3878 «Композитные материалы. Термины»
ГОСТ Р 56762—2015	MOD	ASTM D 5229 Метод испытания свойств влагопоглощения и приведение в сбалансированное состояние для композитных материалов с полимерной матрицей

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

УДК 620.182.27:006.354

ОКС 83.120
77.040.01

Ключевые слова: полимерные композиты, металлические композиты, содержание матрицы, содержание армирующего наполнителя, содержание пустот

Редактор *И.А. Косоруков*

Корректор *И.А. Королева*

Компьютерная верстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 18.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,79. Тираж 34 экз. Зак. 4252.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

ИЗМЕНЕНИЯ, УТВЕРЖДЕННЫЕ К НАЦИОНАЛЬНЫМ СТАНДАРТАМ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

83 РЕЗИНОВАЯ, РЕЗИНОТЕХНИЧЕСКАЯ, АСБЕСТОТЕХНИЧЕСКАЯ И ПЛАСТМАССОВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ

ОКС 83.120
77.040.01

Изменение № 1 ГОСТ Р 56682—2015 Композиты полимерные и металлические. Методы определения объема матрицы, армирующего наполнителя и пустот

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18.06.2019 № 319-ст

Дата введения — 2019—08—01

Титульный лист. Наименование стандарта. Заменить слово: «**Метод**» на «**Методы**».

Первая страница. Наименование стандарта на английском языке. Заменить слово: «Method» на «Methods».

Предисловие. Пункт 1 изложить в новой редакции:

«1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов», Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» совместно с Акционерным обществом «НПО Стеклопластик» на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4, который выполнен ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»;

пункт 4. Заменить ссылки: «АСТМ Д3171—11» на «АСТМ Д3171—15»; «ASTM D3171—11» на «ASTM D3171—15».

Раздел 2. Исключить ссылки:

«*(ASTM D792—13 Стандартный метод определения плотности и удельного веса (относительной плотности) пластиковых масс по объему вытесненной жидкости, NEQ, ASTM D1505—10 Метод испытаний для определения плотности пластмасс при помощи метода градиентной трубы, NEQ)*»;

«*(ASTM D883—12 Термины и определения, относящиеся к пластмассам, NEQ, ASTM D3878—07(2013) Термины и определения, относящиеся к композитным материалам, NEQ)*»;

«*(ASTM D5229/D5229M—12 «Метод испытаний для определения поглощения влаги и свойства и состояние равновесия композитных материалов с полимерной матрицей», MOD)*»;

дополнить нормативными ссылками:

«*ГОСТ 6507—90 Микрометры. Технические условия*

ГОСТ Р 57713—2017 Композиты полимерные. Методы определения плотности и относительной плотности по вытесненному объему жидкости».

Подраздел 4.1. Первый абзац после слов «или сжигании» дополнить словами: «, или карбонизации»;

дополнить перечислением:

«- способ Н (см. 7.2.5) применяют для карбонизации любых матриц, армированных любыми армирующими наполнителями, особенно углеродными, которые не подвержены воздействию высокой температуры в атмосфере азота».

Пункт 5.1.1 дополнить подпунктом 5.1.1.16:

«5.1.1.16 Печь с продувкой азотом, обеспечивающая поддержание температуры не менее (560 ± 40) °С».

Подпункты 5.1.2.1, 5.1.2.1 изложить в новой редакции:

«5.1.2.1 Микрометр по *ГОСТ 6507* со сферической измерительной поверхностью микровинта диаметром от 4 до 7 мм или с плоскими измерительными поверхностями с ценой деления 0,001 мм, обеспечивающий измерение с точностью ± 0,0025 мм.

5.1.2.2 Штангенциркуль по *ГОСТ 166*, обеспечивающий измерение с точностью ± 0,025 мм».

Подраздел 7.1. Заменить значение: «(50 ± 10) %» на «не более 65 %».

Пункт 7.2.2. Заменить слова: «методом гидростатического взвешивания по *ГОСТ 15139* (раздел 3) или методом градиентной колонки по *ГОСТ 15139* (раздел 6)» на «по *ГОСТ Р 57713* или *ГОСТ 15139—69* (раздел 6)».

Пункт 7.2.3 дополнить ссылкой: «, 7.2.5».

Подпункт 7.2.3.3. Второй абзац после слов «гидроксида калия в этиленгликоле» дополнить словами: «Могут быть использованы альтернативные объемы раствора при условии, что соотношение компонентов остается эквивалентным».

Подраздел 7.2 дополнить пунктом 7.2.5:

«7.2.5 Способ Н

Взвешивают образец чистой смолы (это смола, которая используется в качестве матрицы армированного композита) с точностью до 0,0001 г.

Прокаливают два фарфоровых или платиновых тигля при температуре от 500 °С до 600 °С в муфельной печи и охлаждают до комнатной температуры, после чего взвешивают с точностью до 0,0001 г.

Образец для испытаний и образец чистой смолы помещают в два тигля и нагревают в печи с продувкой азотом при температуре (560 ± 40) °С в течение не менее 1 ч.

Охлаждают тигли до комнатной температуры в печи с продувкой азотом. Проверяют наличие остатка образца чистой смолы. Если он существует, взвешивают тигель с остатком образца чистой смолы с точностью до 0,0001 г. Если остатка не существует, то масса образца чистой смолы с тиглем после испытания равна массе тигля.

Взвешивают тигель с осадком образца для испытаний с точностью до 0,0001 г».

Пункт 7.3.2. Заменить слова: «методом гидростатического взвешивания по *ГОСТ 15139* (раздел 3) или методом градиентной колонки *ГОСТ 15139* (раздел 6)» на «по *ГОСТ Р 57713* или *ГОСТ 15139—69* (раздел 6)».

Пункт 7.3.3 изложить в новой редакции:

«7.3.3 Измеряют толщину образца для испытаний не менее чем в десяти точках и вычисляют среднеарифметическое значение. Для измерения толщины образцов для испытаний с неровной поверхностью материала внешнего слоя «сэндвич»-конструкций используют микрометр со сферической измерительной поверхностью микровинта диаметром от 4 до 7 мм. Для измерения толщины образцов для испытаний с гладкой поверхностью материала внешнего слоя «сэндвич»-конструкций используют микрометр с плоскими измерительными поверхностями или штангенциркуль.

Примечания

1 Неровная поверхность материала внешнего слоя «сэндвич»-конструкций может быть обусловлена особенностью изготовления, например, из-за контакта с гибкой мембраной при автоклавном формовании.

2 Гладкая поверхность материала внешнего слоя «сэндвич»-конструкций также может быть обусловлена особенностью изготовления, например, из-за контакта с гладкими поверхностями формы, либо может быть получена путем механической обработки».

Пункт 7.3.4 после слов «штангенциркулем» дополнить словами: «или микрометром с плоскими измерительными поверхностями».

Подраздел 7.4. Заменить слова: «метод гидростатического взвешивания по *ГОСТ 15139* (раздел 3) или метод градиентной колонки *ГОСТ 15139* (раздел 6)» на «*ГОСТ Р 57713* или *ГОСТ 15139—69* (раздел 6)».

Раздел 8 дополнить подразделами 8.3 и 8.4:

«8.3 Метод I, способ Н

8.3.1 Содержание армирующего наполнителя в образце для испытаний W_r, выражаемое как процент по массе, вычисляют по формуле

$$W_r = \frac{m_1 - M_m}{m_1} 100, \tag{13}$$

где m_1 — масса образца для испытаний до испытания, г;

M_m — масса матрицы в образце для испытаний, г, вычисляемая по формуле (17).

8.3.2 Содержание армирующего наполнителя в образце для испытаний V_r, выражаемое как процент по объему, вычисляют по формуле

$$V_r = W_r \frac{\rho}{\rho_r}, \tag{14}$$

где ρ — плотность композита, г/см^3;

ρ_r — плотность армирующего наполнителя, г/см^3.

8.3.3 Содержание матрицы в образце для испытаний W_m, выражаемое как процент по массе, вычисляют по формуле

$$W_m = \frac{M_m}{m_1} 100. \tag{15}$$

8.3.4 Содержание матрицы в образце для испытаний V_m, выражаемое как процент по объему, вычисляют по формуле

$$V_m = W_m \frac{\rho}{\rho_m}, \tag{16}$$

где ρ_m — плотность матрицы, г/см^3.

8.3.5 Содержание пустот V_v, %, вычисляют по формуле (6).

8.3.6 Массу матрицы в образце для испытаний M_m, г, вычисляют по формуле

$$M_m = \frac{m_1 - m_2}{1 - CR}, \tag{17}$$

где m_2 — масса образца для испытаний после испытания, г;

CR — коэффициент карбонизации образца чистой смолы, вычисляемый по формуле (19).

Массу образца для испытаний после испытания m_2, г, вычисляют по формуле

$$m_2 = m_4 - m_3, \tag{18}$$

где m_4 — масса образца для испытаний с тиглем после испытания, г;

m_3 — масса тигля, г.

8.3.7 Коэффициент карбонизации образца чистой смолы CR вычисляют по формуле

$$CR = \frac{m_d}{m_i}, \tag{19}$$

где m_d — масса образца чистой смолы после испытания, г;

m_i — масса образца чистой смолы до испытания, г.

Массу образца чистой смолы после испытания m_d, г, вычисляют по формуле

$$m_d = m_{cr} - m_c, \tag{20}$$

где m_{cr} — масса образца чистой смолы с тиглем после испытания, г;

m_c — масса тигля, г.

Если остаток образца чистой смолы после испытания отсутствует, то коэффициент карбонизации образца чистой смолы CR равен нулю.

8.4 Статистические данные

В каждой серии испытаний для каждого рассчитанного показателя вычисляют среднеарифметическое значение $\overline{x}$, стандартное отклонение S_{n-1} и коэффициент вариации CV по формулам

$$\overline{x} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i}{n}; \tag{21}$$

$$S_{n-1} = \sqrt{\frac{\left(\sum_{i=1}^{n} x_i^2 - n\overline{x}^2\right)}{n-1}}; \tag{22}$$

$$CV = 100\frac{S_{n-1}}{\overline{x}}, \tag{23}$$

где x_i — единичное значение показателя;

n — количество образцов».

Раздел 9 после шестого перечисления дополнить перечислением:

«- для способа Н время выдержки в печи с продувкой азотом;».

Приложение ДА. Наименование изложить в новой редакции: «**Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного стандарта АСТМ**»;

подраздел ДА.1. Пункт 1.1. Заменить слова: «семи методик» на «восьми методик»;

пункт 1.1.3 дополнить словами: «Процедура Н предусматривает обугливание матрицы в печи»;

пункт 1.1.4. Заменить слова: «Формулы 9 и 10» на «Формулы (15) и (16)»;

подраздел ДА.2 дополнить пунктом 4.1.1.8:

«4.1.1.8 Методику Н применяют для любых армирующих наполнителей, в частности углерода, которые не подвержены воздействию высокой температуры в атмосфере азота, и любых матричных систем на основе смол. Поправка на влагоудержание матрицы (13.1.3) для этой процедуры не требуется (см. приложение А.8)»;

подраздел ДА.6. Пункт 12.2. Заменить значение: «(50 ± 10) %» на «65 %»;

подраздел ДА.7 дополнить пунктом 13.1.1.8:

«13.1.1.8 Процедура Н — выполняют процедуру Н в соответствии с приложением А8»;

пункт 13.2.2. Заменить слова: «используйте расчеты в п.14.3.1» на «используют расчеты п.14.3.1,»;

пункты 13.2.3 и 13.2.4 изложить в новой редакции:

«13.2.3 Для измерения толщины образца для испытаний, когда хотя бы одна из поверхностей является неровной (например, поверхность внешнего слоя ламината), используют микрометр со сферической измерительной поверхностью номинальным диаметром от 4 до 7 мм [от 0,16 до 0,28 дюймов]. Для измерения толщины образца для испытаний, когда поверхности являются гладкими (например, механически обработанные поверхности), используют микрометр со сферической измерительной поверхностью номинальным диаметром от 4 до 7 мм [от 0,16 до 0,28 дюймов] или микрометр с плоскими измерительными поверхностями. Измеряют толщину не менее чем в 10 местах. Берут среднее значение для определения толщины образца.

13.2.4 Для измерения длины и ширины образца для испытаний используют микрометр или штангенциркуль с плоскими измерительными поверхностями. Точность приборов должна соответствовать снимаемым показаниям и находиться в пределах 1 % размеров образца для испытаний. При стандартных геометрических размерах образца для измерения толщины используют прибор с точностью ± 0,0025 мм [±0,0001 дюйма], а для измерения длины и ширины — прибор с точностью ± 0,025 мм [±0,001 дюйма]. Измеряют ширину и длину образца как минимум в трех местах. Берут средние значения для определения длины и ширины».

Приложение ДБ. Наименование изложить в новой редакции: «**Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ**».

Приложение ДВ. Наименование. Заменить слово: «**Сравнение**» на «**Сопоставление**»;

таблицу ДВ.1 изложить в новой редакции:

«Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта				Структура стандарта ASTM D3171—15			
Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт
1	—	—	—	1	1.1	1.1.1—1.1.4	—
—					1.2	—	—
—					1.3	—	—
2	—	—	—	2	—	—	—
3	—	—	—	3	3.1	—	—
—						3.1.1—3.1.5	—
—					3.2	3.2.1	3.2.1.1
—						3.2.2	—
—					3.3	—	—
4	4.1	—	—	4	4.1	4.1.1	4.1.1.1—4.1.1.8
	4.2	—	—		4.2	—	—

Продолжение таблицы ДВ.1

Структура настоящего стандарта				Структура стандарта ASTM D3171—15			
Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Подраздел	Пункт	Подпункт
—				5	5.1—5.3	—	—
—				6	6.1—6.6	—	—
—				7	7.1	7.1.1, 7.1.2	—
5	5.1	5.1.1	5.1.1.1—5.1.1.16	7	7.2	7.2.1, 7.2.2	—
					7.3	7.3.1	7.3.1.1 — 7.3.1.5
						7.3.2	7.3.2.1 — 7.3.2.6
		5.1.2	—		7.4	7.4.1, 7.4.2	—
	5.2.1—5.2.10	—	—	8	8.1 — 8.3	—	—
—				9	9.1 — 9.11	—	—
6	6.1	6.1.1	6.1.1.1—6.1.1.3	10	10.1	10.1.1—10.1.4	—
		6.1.2	6.1.2.1—6.1.2.3		10.2	10.2.1—10.2.4	—
—				11	11.1	—	—
6	6.2	—	—	12	12.1	—	—
7	7.1	—	—		12.2	—	—
	7.2	7.2.1—7.2.4	—	13	13.1	13.1.1	13.1.1.1—13.1.1.8
—						13.1.2	13.1.2.1—13.1.2.5
—						13.1.3	13.1.3.1—13.1.3.5
7	7.3	7.3.1—7.3.4	—		13.2	13.2.1—13.2.4	—
	7.4	—	—	—			
8	8.1	8.1.1—8.1.5	—	14	14.1	14.1.1—14.1.5	—
	8.2	8.2.1—8.2.6	—		14.3	14.3.1—14.3.6	—
	8.3	8.3.1—8.3.7	—		14.2	14.2.1—14.2.7	—
	8.4	—	—		14.4	—	—
9	—	—	—	15	15.1	15.1.1—15.1.13	—
—				16	16.1, 16.2	—	—
—				17	17.1	—	—
7	7.2	7.2.1—7.2.5	—	Приложение А		А.1—А.8	—
Приложения ДА — ДГ			—	—	—	—	—

Окончание таблицы ДВ.1

Примечания 1 Раздел 16 примененного стандарта АСТМ исключен из настоящего стандарта, т.к. в нем отсутствуют требования к точности, не указаны нормы по погрешности и ее составляющих данного метода испытаний. 2 Раздел 17 приведен в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 5.6.2). 3 Приложения А.1 — А.8 примененного стандарта АСТМ описаны в разделе 7, так как устанавливают последовательность проведения испытаний. 4 Внесены дополнительные приложения ДА, ДБ, ДВ и ДГ в соответствии с требованиями, установленными к оформлению национального стандарта, модифицированного по отношению к стандарту АСТМ.

».

Приложение ДГ. Таблицу ДГ.1 изложить в новой редакции:

«Таблица ДГ.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта ASTM
ГОСТ 15139—69	NEQ	ASTM D1505—18 «Метод испытаний для определения плотности пластмасс при помощи метода градиентной трубы»
ГОСТ 32794—2014	NEQ	ASTM D3878—18 «Композиты полимерные. Термины»
ГОСТ Р 56762—2015	MOD	ASTM D5229/D5229M—12 «Стандартный метод испытания свойств влагопоглощения и равновесного состояния композитных материалов с полимерной матрицей»
ГОСТ Р 57713—2017	MOD	ASTM D792—13 «Стандартные методы испытаний для определения плотности и удельного веса (относительной плотности) пластмасс методом вытеснения»
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты; - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

».

(ИУС № 8 2019 г.)