



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
56659—
2015

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ ПРЕПРЕГИ

Метод определения времени
гелеобразования препрега
из эпоксидной смолы и
углеродного волокна

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик» и Обществом с ограниченной ответственностью «Центр исследований и разработок «Инновации будущего» на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 497

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 октября 2015 г. № 1601-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM D3532/D3532 M–2012 «Стандартная методика испытаний. Время гелеобразования углеродного волокнисто-эпоксидного препрега» (ASTM D3532/3532 M–2012 «Standard test method for gel time of carbon fiber-epoxy prepreg») путем изменения его структуры для приведения в соответствие с правилами, установленными в ГОСТ 1.5 (подраздел 3.1), а также путем изменения содержания отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях напротив соответствующего текста, а также исключения отдельных структурных элементов, ссылок и/или дополнительных элементов.

Оригинальный текст исключенных структурных элементов стандарта ASTM приведен в дополнительном приложении ДА.

Оригинальный текст измененных структурных элементов примененного стандарта ASTM приведен в дополнительном приложении ДБ.

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 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

II

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ
ПРЕПРЕГИМетод определения времени гелеобразования препрега
из эпоксидной смолы и углеродного волокнаPolymer composites. Prepregs.
Method for determination of gel time of carbon fiber-epoxy prepreg

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на препреги из эпоксидной смолы и углеродного волокна и устанавливает метод определения времени гелеобразования.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт: ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

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 Сущность метода

К образцу, помещенному между предметными стеклами и установленному на нагретую пластину, прикладывают нагрузку. При помощи деревянного стилуса подносимого заостренным концом к каплям смолы, выделившимся при воздействии нагрузки на образец, пробуют вытянуть из них нити.

Временем гелеобразования считают время с момента начала нагрева образца до момента, когда перестают образовываться нити смолы.

4 Оборудование

4.1 Нож.

4.2 Пластина нагревательная.

4.3 Прибор для измерения температуры с точностью до 1 °С.

4.4 Секундомер цифровой с пределом измерения 60 мин и дискретностью отсчета 1 с.

4.5 Линейка по ГОСТ 427 с пределом измерения 150 мм и ценой деления 1 мм.

4.6 Стеклянные предметные диаметром от 18 до 22 мм.

4.7 Стилус деревянный.

5 Подготовка к проведению испытаний

5.1 Хранение и кондиционирование

5.1.1 Препрег хранят в условиях, установленных в нормативных документах или технической документации. При отсутствии таких указаний препрег хранят в сухом месте при температуре минус 18 °С.

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

5.2 Подготовка образцов

5.2.1 Для определения времени гелеобразования из препрега, со снятой заводской упаковкой, ножом (см. 4.1) вырезают образцы квадратной формы с длиной стороны образца равной 6 мм.

5.2.2 Для определения геометрических размеров образцов применяют линейку (см. 4.5).

5.2.3 Для определения времени гелеобразования испытывают произвольное количество образцов из одного препрега, но не менее трех.

6 Проведение испытаний

6.1 Испытания проводят при температуре окружающей среды.

6.2 Нагревательную пластину (см. 4.2) нагревают до температуры, установленной в нормативных документах или технологической документации на изделие. Если в них не указана температура проведения испытания, то нагрев производят до температуры $(120 \pm 1) ^\circ\text{C}$ или $(175 \pm 1) ^\circ\text{C}$ в зависимости от температуры отверждения смолы.

Температуру измеряют прибором (см. 4.3).

6.3 На нагревательную пластину помещают предметное стекло (см. 4.6) и прогревают его в течение 20 с.

6.4 Помещают образец в центр предметного стекла, включают секундомер (см. 4.4) и накрывают образец вторым предметным стеклом.

6.5 Создают давление на образец путем нажатия на поверхность предметного стекла тупым концом стилуса, продолжая до тех пор, пока на краю стекла не появится отдельная капля смолы.

6.6 При помощи стилуса (см. 4.7) исследуют склонность смолы к вытягиванию нитей при прикосновении острого конца стилуса к капле смолы.

6.7 Фиксируют момент времени, когда перестают образовываться нити смолы, останавливают секундомер (см. 4.4) и записывают значение времени, как время гелеобразования.

7 Обработка результатов

За результат испытаний принимают среднее арифметическое значение всех определений времени гелеобразования, округленное до целого значения.

8 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, содержащего:

- ссылку на настоящий стандарт;
- описание испытуемого препрега, включая: тип армирующего наполнителя и смолы, наименование изготовителя армирующего наполнителя и смолы, поверхностную обработку армирующего наполнителя;
- температуру проведения испытания;
- количество образцов;
- время гелеобразования;
- дату проведения испытаний;
- подписи должностных лиц, проводивших испытания.

**Приложение ДА
(справочное)****Оригинальный текст исключенных структурных элементов****ДА.1****3 Значимость и применение**

3.1 Данный метод испытаний может использоваться для оценки времени превращения в гель смолы, выданной из ленточного или листового материала препрега.

3.2 Время гелеобразования зависит от температуры испытаний. Температуры, заданные в настоящем методе испытаний, представляют собой два из множества значений температуры, часто используемых при обработке препрегов эпоксидных материалов. При использовании иных температур испытаний данный факт должен быть однозначно оговорен, как указано в 9.1.2.

3.3 Время гелеобразования не рекомендуется использовать в качестве меры кристаллизации (неприемлемая степень структурирования). Для этого следует использовать Метод проверки растекания смолы D3532 или Практические рекомендации по определению динамической вязкости D4473.

ДА.2**5 Мешающие воздействия**

5.1 Данное испытание позволяет получить субъективную оценку времени гелеобразования. Визуальное определение геля может зависеть от конкретного материала, армирования и, в некоторых случаях, от партии смолистых материалов. Если результаты определения времени гелеобразования данным методом не дают достаточно однозначной оценки, заинтересованные стороны должны согласовать дальнейшую процедуру оценки.

ДА.3**10 Точность и систематическое отклонение**

10.1 Точность, определяемая как степень согласованности результатов отдельных измерений, можно оценивать по результатам межлабораторного сравнительного исследования, проведенного на двух образцах препрега в четырех лабораториях, при этом каждая лаборатория выполняет по три измерения на каждом образце. Коэффициент вариации измерений на одном и том же материале со средним временем гелеобразования 6,8 минуты составил 41,7%, на втором материале со средним временем гелеобразования 5,6 минуты — 51,6%. Современные формулировки точности отсутствуют.

10.2 Предложить оценку систематического отклонения не представляется возможным ввиду отсутствия общепринятого эталонного уровня.

Приложение ДБ
(справочное)

Оригинальный текст модифицированных структурных элементов

ДБ.1

1.1 Данный метод испытаний предназначен для определения времени перехода лент и листов из эпоксидного материала на основе углеродного волокна в состояние геля. Метод пригоден для определения времени образования геля в смесях смол с высокой или низкой вязкостью.

1.2 Значения, указанные в единицах СИ или единицах английской системы мер (дюйм/фунт), должны рассматриваться отдельно в качестве стандартных. Значения, заданные в каждой из систем, не являются строго эквивалентными; таким образом, каждая система должна использоваться независимо от другой. Совместное использование значений, выраженных в разных системах, может привести к несоответствиям стандарту.

1.2.1 Значения, выраженные в английской системе единиц, приведены в скобках.

1.3 Данный стандарт не предполагает освещения всех положений безопасности, если таковые имеются, которые сопряжены с его использованием. Организация мероприятий по обеспечению надлежащей безопасности и гигиены труда и определение применимости нормативных ограничений перед использованием данного стандарта является ответственностью пользователя данного стандарта.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.1) и ГОСТ 1.5 (подраздел 3.7).

ДБ.2

2.1 Образец препрега материала, имеющий площадь поперечного сечения примерно 5 мм^2 [0,25 кв. дюйма] помещают между предметными стеклами микроскопа на горячую пластину нагретую до одной из двух контрольных температур: 120 либо 175 °C [250 или 350 °F]. Затем к образцу через предметное стекло с помощью деревянной палочки прилагают усилие так, чтобы по кромке предметного стекла образовались капельки смолы. Время, прошедшее с момента подвода тепла до момента, когда смола прекращает образовывать нити при нажатии палочкой, фиксируется и заносит в отчет как время гелеобразования.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 7.9.5).

ДБ.3

4.2 Нагревательная пластина, способная поддерживать температуру либо 120 °C [250 °F], либо 175 °C [350 °F], а также прибор для измерения температуры поверхности с точностью ± 1 °C [± 2 °F].

4.3 Секундомер или таймер, способные отсчитывать время в интервале до 60 минут с точностью 1 с.

4.4 Предметные стекла микроскопа диаметром 18 — 22 мм [0,7 — 0,9 дюйма].

4.5 Деревянная палочка размером с зубочистку, закрепленная в держателе чертежного карандаша или в тонком стеклянном стрижне. Она должна иметь малую теплоемкость.

Примечания

1 Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 7.9.6).

2 Для определения геометрических размеров образцов добавлено требование к средству измерений (линейка).

ДБ.4

6.1 Из каждой пробы должно быть испытано как минимум три образца.

6.2 Проба должна представлять собой вырезанный квадрат препрега примерно 6 мм [0,25 дюйма].

7 Приведение под определенные условия

7.1 Ленту из углеродистого волокнистого эпоксидного препрега хранят при низкой температуре, -18 °C [0 °F], для продления срока полезного использования материала. Прежде, чем вскрывать герметичные упаковки с материалом, необходимо дать им прогреться до комнатной температуры, чтобы исключить поглощение материалом атмосферной влаги.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 7.9.7).

ДБ.5

8.1 Вырезают пробу из образца.

8.2 Разогревают нагревательную пластину до температуры испытаний А, 120 ± 1 °C [250 ± 2 °F], либо В 175 ± 1 °C [350 ± 2 °F], либо до иной установленной температуры.

8.3 Кладут на нагревательную пластину предметное стекло и ждут 20 с, чтобы оно прогрелось до необходимой температуры.

8.4 Кладут пробу на центр предметного стекла и накрывают ее вторым предметным стеклом.

8.5 Немедленно запускают отсчет времени.

8.6 Нажимают на поверхность предметного стекла, чтобы создать давление на пробу препрега. Палочкой собирают капли смолы по кромке предметного стекла. Продолжают проверять капли смолы и ее стремление к образованию нитей. Отмечают момент, в который нити перестанут образовываться после контакта с палочкой, и фиксируют его как время гелеобразования. Фиксируют в протоколе время гелеобразования.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 7.9.8).

ДБ.6

9.1 В протокол должны быть внесены следующие данные.

9.1.1 Полные идентификационные данные материала, включая тип волокон, наименование изготовителя волокон, поверхностную обработку волокон, тип смолы, наименование изготовителя смолы и наименование поставщика препрега.

9.1.2 Температура проведения испытаний.

9.1.3 Время гелеобразования, округленное до целых секунд.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5 (пункт 7.9.10).

Приложение ДВ (справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного стандарта ASTM

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта	Структура стандарта ASTM D3532/3532M-12
1 Область применения (1)	1 Область применения
2 Нормативные ссылки * (—)	2 Сводная информация по методу испытаний
***	3 Значимость и применение
3 Сущность метода (2)	4 Аппаратура
***	5 Мешающие воздействия
4 Оборудование (4)	6 Отбор проб
5 Подготовка к проведению испытаний * (—)	7 Приведение под определенные условия
5.1 Хранение и кондиционирование (7)	8 Процедура
5.2 Подготовка образцов (6)	9 Протокол
6 Проведение испытаний (8)	
***	10 Точность и систематическое отклонение
***	11 Ключевые слова
7 Обработка результатов * (—)	
8 Протокол испытаний (9)	
Приложение ДА Оригинальный текст исключенных структурных элементов	
Приложение ДБ Оригинальный текст модифицированных структурных элементов	
Приложение ДВ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного международного стандарта	
* Включение в настоящий стандарт данных разделов и подразделов обусловлено необходимостью приведения его в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5. ** Данный раздел исключен, т. к. его положения размещены в других разделах настоящего стандарта. *** Данный раздел исключен, т. к. носит поясняющий характер. *** Данный раздел исключен, т. к. носит справочный характер, в нем отсутствуют требования к точности и не указаны нормы по погрешности и ее составляющих данного метода испытаний. *** Данный раздел приведен в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5 (подпункт 5.6.2). Примечание — После заголовков разделов (подразделов) настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов международного стандарта.	

УДК 678.5.001.4:006.354

ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, препрег, время гелеобразования, эпоксидная смола, углеродное волокно

Редактор *В.М. Костылева*
Корректор *И.А. Королёва*
Компьютерная верстка *А.С. Самарина*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60х84^{1/8}.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 34 экз. Зак. 4293.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru