
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ**



**ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

проект ПНСТ

201

**НАНОМАТЕРИАЛЫ
МАТЕРИАЛ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫЙ НА ОСНОВЕ
ПОЛИЭТИЛЕНА**

Технические требования и методы испытаний

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения

Москва

Стандартинформ

201

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью Экспертная организация «Инженерная безопасность» (ООО ЭО «Инженерная безопасность»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от №

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии не несет ответственности за патентную чистоту настоящего стандарта. Патентообладатель может заявить о своих правах и направить в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии аргументированное предложение о внесении в настоящий стандарт поправки для указания информации о наличии в стандарте объектов патентного права и патентообладателе.

Правила применения настоящего стандарта и проведения его мониторинга установлены в ГОСТ Р 1.16—2011 (разделы 5 и 6).

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии собирает сведения о практическом применении настоящего стандарта. Данные сведения, а также замечания и предложения по содержанию стандарта можно направить не позднее, чем за 4 мес до истечения срока его действия разработчику настоящего стандарта по адресу: 109377, г. Москва, Рязанский проспект, д. 32, корп. 3, офис 202 и в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: Ленинский проспект, д. 9, Москва В-49, ГСП-1, 119991.

В случае отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты» и также будет размещена на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 201

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

НАНОМАТЕРИАЛЫ
МАТЕРИАЛ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫЙ
НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНА

Технические требования и методы испытаний

Nanomaterials. Material nanocomposite based on polyethylenen.

Technical requirements and test methods

Срок действия –

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нанокomпозиционный материал, представляющий собой композицию из полиэтилена высокой плотности с наноструктурированным наполнителем и модифицирующими добавками (далее – нанокomпозит ПЭ), и устанавливает технические требования и методы испытаний.

Нанокomпозит ПЭ применяют для изготовления внешнего антикоррозионного защитного слоя стальных магистральных трубопроводов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 618 Фольга алюминиевая для технических целей. Технические условия

ГОСТ 4650-80 Пластмассы. Методы определения водопоглощения

ГОСТ 6433.2 Материалы электроизоляционные твердые. Методы определения электрического сопротивления при постоянном напряжении

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7730 Пленка целлюлозная. Технические условия

ПНСТ

ГОСТ 11262 Пластмассы. Метод испытания на растяжение

ГОСТ 11645 Пластмассы. Метод определения показателя текучести расплава термопластов

ГОСТ 12019 Пластмассы. Изготовление образцов для испытания из термопластов. Общие требования

ГОСТ 13518 Пластмассы. Метод определения стойкости полиэтилена к растрескиванию под напряжением

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 15088 Пластмассы. Метод определения температуры размягчения термопластов по Вика

ГОСТ 15139 Пластмассы. Методы определения плотности (объемной массы)

ГОСТ 16782 Пластмассы. Метод определения температуры хрупкости при ударе

ГОСТ 17811 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 21553 Пластмассы. Методы определения температуры плавления

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 26311 Полиолефины. Метод определения сажи

ГОСТ 26359 Полиэтилен. Метод определения летучих веществ

ГОСТ 32522 Мешки тканые полипропиленовые. Общие технические условия

ГОСТ ISO/TS 80004-4 Нанотехнологии. Часть 4. Материалы наноструктурированные. Термины и определения

ГОСТ Р 56756 Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 6. Определение времени окислительной индукции (изотермическое ВОИ) и температуры окислительной индукции (динамическая ТОИ)

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

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по опубликованным в текущем году выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты». 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 ISO/TS 80004-4.

4 Технические требования

4.1 Наноккомпозит ПЭ должен соответствовать требованиям настоящего стандарта, нормативных и технических документов на конкретные марки наноккомпозита ПЭ.

4.2 Наноккомпозит ПЭ выпускают в виде гранул черного цвета. Наличие пор и посторонних примесей – не допускается.

4.3 Гранулы наноккомпозита ПЭ должны быть одинаковой геометрической формы и их размер в любом направлении должен быть 2-6 мм. Допускаются гранулы с отклонением геометрической формы размером менее 2 мм и более 6 мм, массовая доля которых должна быть не более

ПНСТ

3 процентов.

4.4 Нормы показателей качества нанокompозита ПЭ должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Показатель текучести расплава, г/10 мин	0,2–0,8	По ГОСТ 11645 и п. 5.4 настоящего стандарта
Разброс показателя текучести расплава в пределах партии, %, не более	± 10	По п.5.5 настоящего стандарта
Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,05	По ГОСТ 26359 и п.5.6 настоящего стандарта
Плотность, г/см ³	0,935–0,965	По ГОСТ 15139 и п. 5.7 настоящего стандарта
Содержание сажи, %, не менее	2	По ГОСТ 26311 и п. 5.8 настоящего стандарта
Предел текучести при растяжении, МПа, не менее	18	По ГОСТ 11262 и п. 5.9 настоящего стандарта
Прочность при разрыве, МПа, не менее	24	По ГОСТ 11262 и п. 5.9 настоящего стандарта
Прочность при растяжении, МПа, не менее	24	По ГОСТ 11262 и п. 5.9 настоящего стандарта
Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	600	По ГОСТ 11262 и п. 5.10 настоящего стандарта
Относительное удлинение при разрыве при температуре минус (45±3)°С, %, не менее	100	По ГОСТ 11262 и п. 5.10 настоящего стандарта
Относительное удлинение при разрыве после выдержки на воздухе в течение 100 суток при температуре 110 и 120°С, %, не менее	400	По ГОСТ 11262 и п. 5.10 настоящего стандарта
Водопоглощение через 24 ч выдержки в воде при температуре (23±5)°С, %, не более	0,06	По ГОСТ 4650 и п. 5.11 настоящего стандарта

Окончание таблицы 1.

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
Водопоглощение через 1000 ч выдержки в воде при температуре 80°C, %, не более	1	По ГОСТ 4650 и п. 5.11 настоящего стандарта
Время окислительной индукции при температуре 200°C и потоке кислорода скоростью 100 мл/мин, мин, не менее	90	По ГОСТ Р 56756 и п. 5.12 настоящего стандарта
Изменение времени окислительной индукции при температуре 200°C и потоке кислорода скоростью 100 мл/мин после 30 суток выдержки в воде при температуре (95±5)°C, %, не более	50	По п. 5.13 настоящего стандарта
Изменение времени окислительной индукции при температуре 200°C и потоке кислорода скоростью 100 мл/мин после 500 ч старения на воздухе при температуре 120)°C, %, не более	50	По п. 5.13 настоящего стандарта
Температура плавления, °C	120–140	По ГОСТ 21553 и п. 5.14 настоящего стандарта
Температура размягчения по Вика, °C, не менее	110	По ГОСТ 15088 и п. 5.15 настоящего стандарта
Температура хрупкости, °C, не более	70	По ГОСТ 16782
Стойкость к растрескиванию под напряжением при температуре (50±3)°C, ч, не менее	5000	По ГОСТ 13518 и п. 5.17 настоящего стандарта
Удельное объемное сопротивление, Ом×см, не менее	1×10 ¹⁴	ГОСТ 6433.2 и п. 5.18 настоящего стандарта

4.5 Дополнительные требования и показатели, не предусмотренные настоящим стандартом, указывают в нормативном документе на конкретную марку нанокompозита ПЭ.

ПНСТ

4.6 Упаковка.

Нанокompозит ПЭ упаковывают в мягкие специализированные контейнеры для сыпучих продуктов, тканые полипропиленовые мешки по ГОСТ 32522 с внутренним полиэтиленовым вкладышем, без полиэтиленового вкладыша, ламинированные мешки или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811. Применяют также мешки, размеры и форма которых определяются возможностями специальной упаковочной установки, соответствующие по механической прочности требованиям вышеуказанных стандартов.

Масса нанокompозита ПЭ в мешке должна быть $(20,0 \pm 0,2)$ или $(25,0 \pm 0,2)$ кг, в контейнере – (500 ± 2) или (1000 ± 3) кг.

По согласованию с потребителем допускается использование других видов упаковки, обеспечивающих количественную и качественную сохранность нанокompозита ПЭ.

4.7 Маркировка.

Транспортная маркировка – в соответствии с требованиями ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков: «Беречь от влаги», «Беречь от солнечных лучей», «Беречь от нагрева».

На каждую единицу упаковки (мешок, мягкий контейнер или паллету с мешками) наклеивают этикетку с указанием следующих сведений:

- наименование продукции и марка;
- наименование и адрес организации-изготовителя;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто, брутто, кг;
- обозначение настоящего стандарта;
- условия хранения, транспортирования;
- обозначение настоящего стандарта.

Информацию на этикетку наносят типографским или иным способом,

обеспечивающим четкое прочтение на протяжении всего срока хранения. Текст маркировки должен быть на русском языке.

5 Методы испытаний

5.1 Отбор и подготовка проб, образцов.

5.1.1 Для проведения испытаний точечные пробы отбирают совком из мешков, щупом из контейнеров.

Допускается отбирать точечные пробы гранул нанокompозита ПЭ с узла развешивания во время загрузки.

Отобранные точечные пробы соединяют в объединенную и перемешивают на чистом поддоне 5 мин. Масса объединенной пробы должна соответствовать требованиям, установленным в технической документации на нанокompозит ПЭ конкретной марки или стандартах на конкретный метод испытания.

5.1.2 Образцы для определения плотности, стойкости к растрескиванию, электрических и механических показателей, температуры хрупкости вырубает из пластин, изготовленных прессованием. Объединенную пробу нанокompозита ПЭ, отобранную в соответствии с 5.1.1, прессуют в открытой пресс-форме типа ограничительной рамки с расстоянием от края рамки до гнезда, а также между гнездами (45 ± 10) мм с необходимым числом гнезд при условиях, предусмотренных ГОСТ 12019.

Для предотвращения прилипания нанокompозита ПЭ при прессовании к поверхности пресс-формы допускается использование прокладок из непластифицированной триацетатной или целлюлозной пленки по ГОСТ 7730 или алюминиевой фольги по ГОСТ 618 толщиной $(0,075 \pm 0,025)$ мм.

Образцы в виде диска после изготовления хранят в защищенном от света месте.

Толщина образцов для определения плотности, механических и электрических показателей должна быть $(1,0 \pm 0,2)$ мм, стойкости к

ПНСТ

растрескиванию – $(3,0 \pm 0,15)$ мм, температуры хрупкости – $(1,6 \pm 0,1)$ мм.

Поверхность образцов должна быть гладкой, без вздутий, сколов, трещин, раковин и других видимых дефектов.

5.1.3 Разброс показателя текучести расплава определяют на каждой точечной пробе, при этом число точечных проб зависит от массы партии и составляет

- 6 при массе партии до 15 т включительно;
- 15 при массе партии до 25 т включительно;
- 25 при массе партии до 50 т включительно;
- 50 при массе партии до 100 т включительно.

Масса точечной пробы для определения разброса показателя текучести расплава должна быть не менее 20 г.

Объединенную и точечные пробы для определения разброса показателя текучести расплава помещают в плотно закрытую чистую сухую тару.

На каждую тару наклеивают или вкладывают в нее этикетку с обозначением продукта, номера и массы партии, даты отбора проб.

5.2 Внешний вид и цвет гранул нанокompозита ПЭ контролируют визуально без применения увеличительных приборов, определяя наличие посторонних примесей. Цвет гранул определяют визуально при дневном отраженном свете сравнением с образцом, утвержденным в установленном порядке.

Наличие пор определяют после разрезания гранул путем визуального осмотра без применения увеличительных средств.

5.3 Определение массовой доли гранул размером менее 2 мм и более 6 мм.

Навеску нанокompозита ПЭ (200 ± 1) г объединенной пробы, взвешенной на весах общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г 3-го класса точности по ГОСТ Р 53228, осматривают, как указано в п.5.2, отбирают гранулы размером менее 2 мм

и/или более 6 мм и взвешивают на весах того же класса точности.

Размер гранул устанавливают при помощи измерительной лупы ЛИ-10^x по ГОСТ 25706 или визуально сопоставлением с гранулами, размер которых установлен по предварительным измерениям.

Массовую долю гранул размером менее 2мм (X_2) и более 6 мм (X'_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2(X'_2) = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m – масса гранул размером менее 2 мм и/или более 6 мм;

m_1 – масса навески объединенной пробы, г.

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,5%.

5.4 Определение показателя текучести расплава.

Показатель текучести расплава определяют по ГОСТ 11645 при температуре $(190,0 \pm 0,5)$ °С и нагрузке 21,2 Н (2,16 кгс) на экструзионном пластометре с капилляром диаметром $(2,095 \pm 0,005)$ мм и высотой $(8,000 \pm 0,025)$ мм после выдержки нанокompозита ПЭ под давлением в течение 4 мин.

5.5 Определение разброса показателя текучести расплава в пределах одной партии.

Показатель текучести расплава каждой точечной пробы, отобранной в соответствии с п.5.1.3, определяют в соответствии с п.5.4.

Среднее арифметическое значение показателя текучести расплава ($I_{\text{ср}}$) в г/10 мин вычисляют по формуле

$$I_{\text{ср}} = \frac{I_1 + I_2 + \dots + I_{n-1} + I_n}{n}, \quad (2)$$

где $I_1, I_2, \dots, I_{n-1}, I_n$ – показатель текучести расплава каждой из

ПНСТ

точечных проб, г/10 мин;

n – число проб.

Разброс показателя текучести расплава (ΔI) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta I = \frac{(I_{\max} - I_{\min}) \cdot 100}{2I_{\text{ср}}}, \quad (3)$$

где I_{\max} – максимальный показатель текучести расплава, г/10 мин;

I_{\min} – минимальный показатель текучести расплава, г/10 мин;

$I_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое значение показателей текучести расплава, г/10 мин.

5.6 Массовую долю летучих веществ определяют по ГОСТ 26359 на пробе массой (20 ± 1) г.

5.7 Плотность определяют по ГОСТ 15139 методом гидростатического взвешивания на образцах, изготовленных из отпрессованных пластин толщиной $1,0 \pm 0,1$ мм в соответствии с 5.1.2. В качестве рабочей жидкости используют воду или этиловый спирт.

5.8 Содержание сажи определяют по ГОСТ 26311 в токе азота с содержанием примесей не более 0,1 % на пробе массой от 1,0 до 2,0 г. В качестве тигля допускается использовать фарфоровые тигли отличные от формы «лодочка». Скорость потока азота – $(1,7 \pm 0,3)$ л/мин. За результат принимают среднее арифметическое значение содержания сажи не менее, чем в 3 пробах.

5.9 Предел текучести при растяжении, прочность при разрыве и прочность при растяжении определяют по ГОСТ 11262 на образцах типа 1, изготовленных в соответствии с 5.1.2. Скорость раздвижения зажимов испытательной машины – 50 мм/мин.

Значение предела текучести при растяжении, прочности при разрыве и прочности при растяжении вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытаний, проведенных на пяти образцах.

5.10 Относительное удлинение при разрыве определяют по

ГОСТ 11262 на образцах типа 1, изготовленных в соответствии с 5.1.2.

Для проведения испытаний при температуре минус 45°C используют криокамеру, обеспечивающую автоматическое поддержание заданной температуры с точностью $\pm 2^\circ\text{C}$. Перед началом испытаний выполняют термоста-тирование образцов в криокамере при заданной температуре в течение 30 мин.

Для определения относительного удлинения при разрыве после выдержки на воздухе в течение 100 суток при температуре 110 и 120°C образцы в течение 1000 ч выдерживают в термощкафу с принудительной циркуляцией воздуха.

Скорость раздвижения зажимов испытательной машины – 50 мм/мин.

Значение относительного удлинения при разрыве вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытаний, проведенных на пяти образцах.

5.11 Водопоглощение определяют по ГОСТ 4650 методом А и С при температуре воды $(23\pm 5)^\circ\text{C}$ и 80°C . Время выдержки 24 и 1000 ч соответственно.

Испытания проводят на трех образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2 в форме диска диаметром (50 ± 1) мм и толщиной $(3,0\pm 0,2)$ мм.

5.12 Время окислительной индукции (изотермическое ВОИ) определяют по ГОСТ Р 56756 на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2, массой от 5 до 10 мг на дифференциальном сканирующем калориметре в изотермическом режиме при температуре 200°C и скорости потока кислорода 100 мл/мин.

5.13 Изменение изотермического ВОИ после выдержки в дистиллированной воде проводят на образце, изготовленном в соответствии с 5.1.2. Образец выдерживают в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 при температуре $(95\pm 5)^\circ\text{C}$ в течение 30 суток. В процессе испытаний необходимо следить за тем, чтобы образец был полностью покрыт водой.

ПНСТ

Изменение изотермического ВОИ при старении на воздухе определяют на образце, изготовленном в соответствии с 5.1.2 и отпрессованном в термошкафу с принудительной циркуляцией воздуха при температуре 120°C в течение 500 ч.

Изменение изотермического ВОИ ($\Delta ВОИ$) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta ВОИ = \frac{(ВОИ_{н} - ВОИ_{ст})}{ВОИ_{н}} \times 100 \quad , \quad (4)$$

где $ВОИ_{н}$ – значение $ВОИ$ до старения, мин;

$ВОИ_{ст}$ – значение $ВОИ$ после старения, мин.

5.14 Температуру плавления определяют по ГОСТ 21553 на пробах в виде гранул или образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2.

Значение температуры плавления вычисляют как среднеарифметическое значение результатов испытаний, проведенных на трех образцах.

5.15 Температуру размягчения по Вика определяют по ГОСТ 15088 при нагрузке 10 Н на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2, толщиной (4,0 ± 0,15) мм. Скорость увеличения температуры – 120 °С/час.

Значение температуры размягчения по Вика вычисляют как среднее арифметическое значение результатов испытаний, проведенных на трех образцах.

5.16 Температуру хрупкости определяют по ГОСТ 16782.

5.17 Стойкость нанокompозита ПЭ к растрескиванию под напряжением определяют по ГОСТ 13518 при температуре 50 °С на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2. Испытания проводят не менее чем на двух сериях образцов, изготовленных вырубкой из разных отпрессованных пластин.

5.18 Удельное объемное сопротивление определяют по ГОСТ 6433.2, на образцах, изготовленных в соответствии с 5.1.2, размером (40×40) мм. Образцы перед испытанием кондиционируют на воздухе при температуре

(23±5) °С, влажность не нормируют.

Для испытания применяют резино-фольговые электроды диаметром 25 мм. Толщину образца измеряют в пяти точках, равномерно распределенных на поверхности образца. Измерение выполняют инструментом с погрешностью не более 0,02 мм. Разброс размеров толщины в разных точках образца не должен превышать 2 %.

Измерения выполняют при температуре (23±5) °С и относительной влажности воздуха в помещении в пределах от 30 до 70 %. Показания снимают на шестидесятой секунде после приложения напряжения.

Значение удельного объемного сопротивления рассчитывают как среднее арифметическое значение результатов испытаний, проведенных на трех образцах.

УДК 678.742.2:006.354

ОКС 83.080.20

ОКП 22 1119

Ключевые слова: материал нанокмпозиционный на основе полиэтилена, технические требования, методы испытаний, нанокмползит

Директор ООО ЭО

«Инженерная безопасность»

Руководитель разработки

Ответственный исполнитель

Л. В. Прокопенко

Д.Г. Кременчуцкий

В.В. Корнев