ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЕДИНАЯ СИСТЕМА ЗАЩИТЫ
ОТ КОРРОЗИИ И СТАРЕНИЯ

МАТЕРИАЛЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

МЕТОДЫ УСКОРЕННЫХ ИСПЫТАНИЙ НА КЛИМАТИЧЕСКОЕ СТАРЕНИЕ

ГОСТ 9.707—81

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 620—197:006.354 Группа Т97

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Единая система защиты от коррозии и старения

МАТЕРИАЛЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Методы ускоренных испытаний на климатическое старение

ГОСТ 9.707—81

Unified system of corrosion and ageing protection. Polymeric materials. Methods of accelerated climatic ageing tests

Срок действия с 01.01.83
до 01.07.95

Настоящий стандарт распространяется на полимерные материалы, детали и узлы из них в ненапряженном состоянии, а также на резиновые детали в напряженном состоянии (сжатие радиальное до 25 %, осевое до 45 %) и устанавливает методы ускоренных испытаний для определения и прогнозирования изменения свойств при термовлажностном климатическом старении в условиях хранения 1, 2, 3, 4, 5 (в упаковке и без нее) и эксплуатации категории 2, 3, 4, 5 по ГОСТ 15150—69.

Определение и прогнозирование изменения свойств проводят по одному или нескольким характерным показателям старения. Показатель устанавливают в стандартах или технических условиях на материал, узел или деталь.

Факторами климатического старения в настоящем стандарте являются: температура (положительная, отрицательная, сезонные и суточные циклические ее изменения) и влажность воздуха.

Статистические характеристики климатических факторов, необходимые для установления режимов испытаний, имитирующих условия хранения под навесом, устанавливают по ГОСТ 16350—80 и ГОСТ 24482—80.

Характеристики температуры и влажности, необходимые для установления режимов испытаний, имитирующих условия хранения в отапливаемых и неотапливаемых хранилищах, устанавлива-

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1982
★
© Издательство стандартов, 1990
Переиздание с Изменениями

ют по данным распределения температуры в них, статистически обработанным за период наблюдения не менее пятнадцати лет. При отсутствии данных о распределении температуры в неотапливаемых хранилищах характеристики температуры в них устанавливают по ГОСТ 16350—80.

Методы настоящего стандарта применяют для исследовательских испытаний. Результаты испытаний по согласованию с заказчиком включают в стандарты или технические условия на материал, деталь или узел и используют для определения и прогнозирования сохраняемости изделий при воздействии указанных факторов.

Термины, применяемые в стандарте, и пояснения к ним приведены в приложении 1.

1. МЕТОД 1

1.1. Сущность метода заключается в проведении ускоренных испытаний материалов, деталей и узлов на стойкость к старению при воздействии температуры и влажности, установления характера кинетической зависимости изменения показателя при старении, построении кривой прогноза и определении значения показателя после заданной продолжительности хранения или продолжительности хранения до достижения заданного значения показателя.

Для узлов прогнозирование изменения свойств проводят по изменению показателя слабого звена.

1.2. Испытания материалов деталей и узлов, хранение которых осуществляется в герметичных условиях

1.2.1. *Отбор образцов*

1.2.1.1. Материалы перед испытаниями подвергают той же технологической обработке (воздействию температуры, давления), что и при изготовлении изделий.

1.2.1.2. Форма и размеры образцов для испытаний, способ и режимы их изготовления должны соответствовать требованиям, установленным в стандартах на метод определения показателя.

1.2.1.3. Испытания материалов проводят на заготовках, размер которых позволяет изготовить после испытаний не менее двух образцов.

Пример изготовления заготовок и группировки их на каждый съем приведен в приложении 2.

1.2.1.4. Образцы для определения показателя до и после испытаний должны быть изготовлены из одной партии материала.

1.2.1.5. Продолжительность и условия хранения образцов от изготовления до испытаний должны быть указаны в стандартах или технических условиях на материал, деталь, узел. При отсутствии таких указаний продолжительность хранения образцов от изготов-

ления до испытаний не должна превышать 28 сут при нормальных значениях климатических факторов по ГОСТ 15150—69.

Образцы материалов, узлов, деталей, предназначенных для хранения в герметичных условиях, до испытаний хранят в герметичных контейнерах при температуре (293±5) К (20±5) °С.

1.2.1.6. Количество образцов (N) для определения исходного значения показателя и на каждый из съемов вычисляют в соответствии с приложением 3.

1.2.2. *Аппаратура*

Испытательная камера и термостат, обеспечивающие поддержание температуры с предельной допускаемой погрешностью ±2 К до 522 К (±2 °С до 249 °С) и ±3 К от 523 К и выше (±3 °С от 250 °С и выше). Испытательная камера должна обеспечивать регулирование и поддержание относительной влажности воздуха с предельной допускаемой погрешностью ±3% и предельно допускаемый перепад температуры в рабочем объеме ±2 К (±2 °С).

Контейнер, снабженный крышкой с прокладкой, обеспечивающей его герметичность, и устройством для размещения образцов.

Испытательная камера, термостат и контейнер должны быть изготовлены из материалов, не оказывающих влияния на результат испытаний, и должны обеспечивать проведение испытаний заданного количества образцов.

Термоэлектрический преобразователь.

Весы с предельной допускаемой погрешностью ±0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.3. *Подготовка к испытаниям*

1.2.3.1. Для проведения испытаний составляют программу, в которой указывают:

объект испытаний (марку материала, детали, узла), завод-изготовитель, способ изготовления;

цель испытаний;

предполагаемые условия хранения;

характерный показатель старения и его предельно допускаемое значение;

режим испытаний и периодичность съемов;

перечень используемых при испытаниях стандартов или технических условий;

метрологическое обеспечение испытаний;

обозначение настоящего стандарта.

1.2.4. *Проведение испытаний*

1.2.4.1. Определяют исходное значение показателя в соответствии со стандартами на метод его определения.

1.2.4.2. Образцы в количестве, необходимом для каждого съема, помещают в герметичные контейнеры. Отношение объема образцов к свободному объему контейнера после его заполнения образцами должно быть не менее 2,0.

1.2.4.3. Свободный объем контейнера заполняют металлическим вкладышем с ячейками по форме и размерам образцов или шариками из стекла диаметром не более 15 мм. Материал вкладыша не должен оказывать влияния на результат испытаний.

1.2.4.4. Контейнеры с образцами помещают в термостаты

Расстояние между стенками термостата и контейнера должно быть не менее 50 мм, между контейнерами — не менее 20 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.4.5. Термическое старение проводят при температурах $T_1 < T_2 < T_3 < ... < T_n$, где $n \geqslant 4$. Интервал между температурами испытаний должен быть не менее 10 К (10 °С).

1.2.4.6. Минимальная температура испытаний T_1 должна быть равна или выше абсолютного максимума температуры хранения материала.

1.2.4.7 Максимальная температура испытаний T_{max} должна быть на 10 К (10 °С) ниже температуры, при которой в материале образца начинаются физические и (или) химические процессы, не имеющие место при температуре хранения (или эксплуатации).

1.2.4.8. Температура испытаний T_n должна быть равна или меньше T_{max}.

1.2.4.9. Максимальную температуру испытаний T_{max} определяют по ГОСТ 9.715—86.

1.2.4.7—1.2.4.9. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2.4.10. Продолжительность испытаний при каждой температуре не должна быть меньше, чем требуется для получения существенных изменений показателя. Существенность изменения показателя устанавливают в соответствии с приложением 4.

1.2.4.11. Испытания узлов проводят по каждому из составляющих его материалов.

1.2.4.12. Предварительно, с помощью термоэлектрического преобразователя, устанавливают продолжительность прогрева, необходимую для достижения по всему объему образца температуры, отличающейся от заданной по п. 1.2.4.5 на ±1 К (±1 °С). Отсчет продолжительности испытаний начинают после указанного прогрева.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.4.13. Испытания проводят непрерывно в течение всей продолжительности старения. В продолжительность старения не входит продолжительность вынужденных перерывов, которая не должна превышать 10 сут. При вынужденных перерывах образцы хранят в соответствии с требованиями п. 1.2.1.5.

1.2.4.14. Если испытания проводят для определения продолжительности хранения до достижения заданного значения показателя, то испытания ограничивают продолжительностью старения до достижения указанного значения показателя.

1.2.4.15. Если испытания при температуре $T \geqslant 353$ К (80 °С) в течение 30 сут или при $T_и = 333$ К (60 °С) в течение 90 сут не привели к существенным изменениям показателя, то проводят дополнительные испытания при температуре $T_и$, продолжительность старения при этом вычисляют по формуле

$$\tau_у = \tau_{хр} \exp\left[\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T_и} - \frac{1}{T_э}\right)\right], \quad (1)$$

где $\tau_у$, $T_и$ — соответственно продолжительность и температура испытаний, ч, К;

$\tau_{хр}$ — заданная продолжительность хранения, ч;

$E = 41{,}868 \cdot 10^3$ Дж/моль (10 ккал/моль);

$T_э$ — эквивалентная температура, установленная для заданного значения E по приложению 5, К;

$R = 8{,}314$ Дж/моль·К (1,987 кал/моль·°С).

Если при этом не будет получено существенное изменение показателя, испытания прекращают; материал считают стойким к воздействию указанных климатических факторов по заданному показателю.

1.2.4.16. В процессе старения при каждой температуре, указанной в п. 1.2.4.5, периодически, не менее 10 раз, проводят съемы образцов для определения показателя.

1.2.4.15; 1.2.4.16. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2.4.17. При каждом из съемов отбирают по 1 контейнеру и охлаждают его до температуры (293±5) К (20±5) °С. Продолжительность хранения образцов в контейнере после охлаждения должна быть не более 10 сут. Затем образцы извлекают из контейнера и проводят определение показателя в соответствии со стандартами на метод его определения.

1.2.4.18. Результаты испытаний записывают в протокол по форме, приведенной в приложении 4.

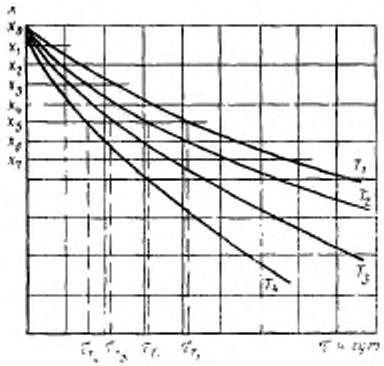
1.2.5. *Обработка результатов*

1.2.5.1. Значение показателя в исходном состоянии и после каждого съема принимают равным среднему арифметическому значению показателя, которое вычисляют в соответствии с требованиями ГОСТ 269—66.

1.2.5.2. Данные, полученные по п. 1.2.5.1, в случае монотонного изменения показателя в процессе старения, обрабатывают методом наименьших квадратов, применяя обратный полином второй степени в соответствии с рекомендуемым приложением 6, и строят график зависимости изменения показателя от продолжительности старения при температурах T_1, T_2, T_3,...,T_n, как показано на черт. 1.

1.2.5.3. На оси ординат графика, представленного на черт. 1, откладывают различные значения показателя X_1, X_2,...,X_n при $m \geqslant 5$, проводят прямые, параллельные оси абсцисс, до пересече-

ния с кривыми графика, как показано на черт. 1 и определяют продолжительность испытаний (τ_i) до достижения заданных значений показателя (X_1, X_2 ,..., X_m) при температурах (T_1, T_2, T_3 ,..., T_n) или вычисляют τ_i в соответствии с приложением 6.



Черт. 1

1.2.5.4. Для каждого значения показателя X_i вычисляют коэффициенты E_i, кДж/моль (ккал/моль), для каждой пары температур T_1 и T_2, T_2 и T_3, T_{n-1} и T_n по формуле

$$E_i = R \frac{T_j \cdot T_{j+1}}{T_{j+1} - T_j} \ln \frac{\tau_{T_j}}{\tau_{T_{j+1}}} ,$$

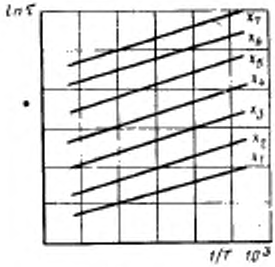
где T_j , T_{j+1} — температуры испытаний, К;

$j = 1, 2$,..., $(n-1)$;

τ_{T_j}, $\tau_{T_{j+1}}$ — соответственно продолжительность испытаний до достижения каждого значения показателя X_i при температурах T_j и T_{j+1}.

Если вычисленные коэффициенты E_i изменяются монотонно, то допускаемое различие между максимальным и минимальным значениями E_i для каждого значения показателя должно быть не более 25,1 кДж/моль (6,0 ккал/моль); при немонотонном изменении E_i — 41,868 кДж/моль (10,0 ккал/моль).

1.2.5.5. Данные о зависимости продолжительности испытаний до достижения каждого значения показателя X_1, X_2, X_3 ,..., X_m при каждой температуре T_1, T_2, T_3 ,..., T_n, полученные по п. 1.2.5.3, обрабатывают методом наименьших квадратов, описывают уравнением прямой и строят график, как показано на черт. 2.



Черт. 2

Вычисляют тангенс угла наклона $\mathrm{tg}\alpha_j$ каждой прямой к оси абсцисс по формуле

$$\mathrm{tg}\alpha_j = \frac{n\sum_{i=1}^{n} \ln\tau_{ji} \cdot \frac{1}{T_i} - \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i} \sum_{i=1}^{n} \ln\tau_{ji}}{n\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2},$$

где n — число температур испытаний.

1.2.5.6. Вычисляют коэффициент E_j для каждого значения показателя X_j по формуле

$$E_j = R \cdot \mathrm{tg}\alpha_j.$$

1.2.5.7. Вычисляют среднее арифметическое значение коэффициента $E_{ср}$ по формуле

$$E_{ср} = \frac{E_1 + E_2 + \ldots + E_m}{m},$$

где m — число значений показателя.

Если вычисленное значение $E_{ср} \geqslant 63$ кДж/моль (15 ккал/моль), то допускаемое отклонение E_j между различными значениями показателя в случае монотонного его изменения не должно превышать $\pm 5{,}3$ кДж/моль ($\pm 1{,}25$ ккал/моль); в случае немонотонного изменения — $\pm 10{,}5$ кДж/моль ($\pm 2{,}5$ ккал/моль).

Если вычисленное значение $E_{ср} \geqslant 63$ кДж/моль (15 ккал/моль), то допускаемые отклонения не должны превышать соответственно $\pm 10{,}5$ кДж/моль ($\pm 2{,}5$ ккал/моль) и ± 21 кДж/моль ($\pm 5{,}0$ ккал/моль).

1.2.5.8. По значению $E_{ср}$, вычисленному по п. 1.2.5.7, и значению $T_э$, установленному в соответствии с обязательным приложе-

нием 5, вычисляют продолжительность испытаний $\tau_{X_i T_э}$ до достижения значений X_1, X_2, X_3, ..., X_m при $T_э$ по формуле

$$\tau_{X_i T_э} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^{n} \tau_{iT_j} \exp \frac{E_{ср}}{R} \left(\frac{1}{T_э} - \frac{1}{T_j} \right),$$

где $i = 1, 2, 3, \ldots, m$; $j = 1, 2, 3, \ldots, n$.

Если не указан конкретный климатический район предполагаемого хранения материала, узла, детали, то $T_э$ устанавливают для климатического района с очень жарким сухим климатом. Если указаны конкретные условия хранения, то $T_э$ устанавливают для заданных условий.

1.2.5.9. Относительное изменение показателя α_i вычисляют по формуле

$$\alpha_i = \frac{X_i}{X_0},$$

где X_0 — исходное значение показателя, определенное по п. 1.2.4.1;

X_i — значение показателя, выбранное по п. 1.2.5.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.5.10. **(Исключен, Изм. № 1).**

1.2.5.11. Для учета погрешности прогноза вычисленные значения $\tau_{X_i T_э}$ делят на коэффициент 1,5.

Строят график зависимости α_i от $\frac{\tau_{X_i T_э}}{1,5}$ (кривую прогноза).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.5.12. По полученной кривой прогноза определяют значение показателя после заданной продолжительности хранения или продолжительность хранения до достижения заданного значения показателя.

1.2.5.13. Если при выбранном значении показателя X_m прогнозируемая продолжительность хранения $\tau_{X_m T_э}$ меньше заданной, то необходимо вновь провести испытания, чтобы получить более значительные изменения показателя.

Испытания повторяют лишь при тех значениях температуры, при которых кривые графика, приведенные на черт. 1, не позволяют определить продолжительность старения до достижения значений показателя X_{m+1}, X_{m+2}.

1.2.5.14. При невыполнении условий пп. 1.2.5.4 и 1.2.5.7 данные по изменению показателя от продолжительности старения при различных температурах обрабатывают аналитическими методами в соответствии с рекомендуемым приложением 7, используя

способ графического дифференцирования, приведенный в приложении 8.

Пример обработки результатов испытаний приведен в приложении 9.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Испытания материалов, узлов и деталей, хранение которых осуществляют в негерметичных условиях

1.3.1. *Отбор образцов*

1.3.1.1. Образцы для испытаний должны соответствовать требованиям п. 1.2.1.

1.3.2. Аппаратура должна соответствовать требованиям п. 1.2.2.

1.3.2.1. Термостат должен обеспечивать полный обмен воздуха не менее трех и не более десяти раз в час. Термостат должен быть снабжен приборами для измерения и регулирования скорости воздухообмена.

1.3.3. *Подготовка к испытаниям*

1.3.3.1. Составляют программу испытаний в соответствии с требованиями, изложенными в п. 1.2.3.1.

1.3.3.2. Перед определением исходного значения показателя и после каждого съема образцы кондиционируют в испытательной камере при температуре (296±2) К (23±2) °С и относительной влажности воздуха (65±5) %.

Допускается проводить кондиционирование, выдерживая образцы в камере, в которой заданную влажность воздуха при заданной температуре устанавливают, применяя растворы солей.

Метод создания влажности воздуха над растворами солей приведен в приложении 10.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.3.3. Кондиционирование образцов проводят до достижения образцами постоянной массовой доли влаги путем периодического взвешивания. Периодичность взвешивания 72 ч. Кондиционирование прекращают, если за последние 72 ч изменение массы образцов не превышает 5 % от полного изменения их массы за всю продолжительность кондиционирования.

Допускается проводить кондиционирование до достижения образцами постоянного значения показателя, путем периодического его определения в соответствии со стандартами на метод определения показателя.

1.3.4. *Проведение испытаний*

1.3.4.1. После кондиционирования образцов по п. 1.3.3.2 определяют исходное значение показателя в соответствии со стандартом на метод его определения.

1.3.4.2 Устанавливают два режима испытаний. В режиме 1 испытания проводят при повышенных температурах $T_1 < T_2 < ... < T_n$, где $n \geqslant 4$ и постоянном значении абсолютной влажности воздуха (13,6±2,6) г/м³.

В режиме 2 испытания проводят при температуре (296±2) К (23±2) °С и следующих значениях абсолютной влажности воздуха $q_1 = (6,3 \pm 1,3)$ г/м³, $q_2 = (10,4 \pm 1,8)$ г/м³, $q_3 = (19,6 \pm 2,5)$ г/м³. Указанным значениям q_1, q_2, q_3 при (296±2) К (23±2) °С соответствуют следующие значения относительной влажности воздуха: $\varphi_1 = (30 \pm 3)$ %; $\varphi_2 = (50 \pm 3)$ %; $\varphi_3 = (96 \pm 3)$ %.

Допускается проводить испытания в режиме 1 при повышенных температурах $T_1 < T_2 < ... < T_n$ и постоянном значении относительной влажности воздуха φ_1, φ_2 или φ_3, если при этом в материале образца не происходят необратимые физические процессы, которые не имеют место при хранении. Наличие необратимых процессов вследствие влагопоглощения материала при заданной температуре устанавливают соответствующими физическими методами (например, по изотермам сорбции).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.4.3. Температуры испытаний T_1, T_2, ..., T_n устанавливают в соответствии с требованиями пп. 1.2.4.5—1.2.4.9.

1.3.4.4. Для испытаний в режиме 1 образцы помещают в термостаты с установленными в них температурой и влажностью в соответствии с требованиями п. 1.3.4.2. Заданное значение абсолютной влажности воздуха при испытаниях создают и поддерживают с помощью кондиционера, обеспечивающего в помещении, где проводят испытания, температуру (296±2) К (23±2) °С и относительную влажность воздуха (65±5) %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Отсчет продолжительности испытаний устанавливают в соответствии с требованиями п. 1.2.4.12. Количество съемов образцов устанавливают в соответствии с требованиями п. 1.2.4.16.

1.3.4.5. Перед испытаниями в режиме 2 определяют массу каждого из образцов взвешиванием с предельной допускаемой погрешностью ±0,01 %. Затем образцы помещают в испытательные камеры с установленными в них температурой и влажностью в соответствии с требованиями п. 1.3.4.2.

Допускается проводить испытания в камерах, в которых заданные значения влажности воздуха при заданной температуре устанавливают в соответствии с требованиями рекомендуемого приложения 10.

Периодически, через каждые 72 ч, образцы вынимают из камеры, взвешивают и определяют массу каждого из образцов с предельной допускаемой погрешностью ±0,01 %.

Продолжительность испытаний при каждом значении q устанавливают аналогично продолжительности кондиционирования образцов до достижения в них постоянной массовой доли влаги, в соответствии с требованиями п. 1.3.3.3.

1.3.4.6. Расстояние между образцами и стенками испытательной камеры или термостата должно быть не менее 50 мм. Расстояние между образцами должно быть не менее 10 мм.

1.3.4.7. После каждого съема с испытаний в режиме 1 и после окончания испытаний в режиме 2 при каждом значении влажности воздуха проводят определение показателя в соответствии со стандартами на метод его определения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.5. *Обработка результатов*

1.3.5.1. Результаты испытаний в режиме 1 обрабатывают и строят кривую прогноза в соответствии с требованиями п. 1.2.5.

1.3.5.2. Для образцов, испытанных в режиме 2, при каждом значении влажности вычисляют коэффициент ρ_i, учитывающий физическое влияние влажности воздуха на изменение показателя, по формуле

$$\rho_i = \frac{X_{q_i}}{X_0},$$

где X_{q_i} — среднее арифметическое значение показателя при каждом из выбранных значений влажности q_i, определенное по п. 1.3.4.7;

X_0 — исходное значение показателя, определенное по п. 1.3.4.1.

Если $\rho = 1$ при всех значениях q_i, то испытания образцов по п. 1.3 проводят без предварительного кондиционирования, установленного в п. 1.3.3.2.

1.3.5.3. Результаты испытаний образцов в режиме 2 обрабатывают в соответствии с требованиями, изложенными ниже.

Зависимость ρ_i от q_i описывают обратным полиномом второй степени в соответствии с рекомендуемым приложением 6, заменяя параметр τ_i на q_i, учитывая, что при $q = (13{,}6 \pm 2{,}6)$ г/м³ $\rho = 1$.

По полученному уравнению вычисляют коэффициент $\rho_{хр}$ для заданных условий хранения при $q_{хр}$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3.5.4. Кривую прогноза, построенную по п. 1.3.5.1, корректируют для учета влияния влажности воздуха в заданных условиях хранения. Корректировку осуществляют путем умножения ординат кривой прогноза на коэффициент $\rho_{хр}$, вычисленный по п. 1.3.5.3.

1.3.5.5. По кривой прогноза, построенной по п. 1.3.5.4, определяют значение показателя после заданной продолжительности хранения в заданных условиях или продолжительность хранения до достижения заданного значения показателя.

2. МЕТОД 2

2.1. Сущность метода заключается в проведении ускоренных испытаний образцов циклами, последовательно имитирующими воздействия положительной температуры и влажности воздуха, отрицательной температуры, перепадов температуры за год, несколько лет или за всю продолжительность хранения, и определении изменения свойств материала образца при указанных воздействиях по одному или нескольким показателям.

2.1.1. Виды и последовательность воздействия указанных климатических факторов в цикле устанавливают в зависимости от заданных условий хранения в стандартах или технических условиях на материал, узел или деталь.

Отдельные виды воздействия в пределах одного цикла могут совмещаться.

Съем образцов производят после окончания каждого цикла.

2.1.2 При наличии нескольких показателей испытания проводят по показателю, ответственному за работоспособность материала в изделии, или по каждому из выбранных показателей отдельно.

2.1.3. Узлы и детали не подвергают испытаниям на отдельные виды воздействия, указанные в п. 2.1, если имеются опытные данные по отсутствию влияния этих видов воздействия при хранении.

2.2. Отбор образцов

2.2.1. Отбор образцов проводят в соответствии с требованиями п. 1.2.1.

2.2.2. Минимальное количество узлов или деталей на один съем, требуемое для обеспечения необходимой статистической достоверности, должно быть указано в стандартах или технических условиях на метод определения их работоспособности в изделии.

2.3. Аппаратура

2.3.1. Аппаратуру для испытаний выбирают в соответствии с требованиями п. 1.2.2.

2.4. Подготовка к испытаниям

2.4.1. Устанавливают наличие химического взаимодействия между материалом образца и влагой. Для этого в образце предварительно определяют количество химически связанной влаги. Затем образцы выдерживают при температуре (323±1) К (50±1) °С и заданной влажности воздуха не менее 20 сут и снова определяют количество химически связанной влаги.

Если количество химически связанной влаги в образцах после выдержки в указанных условиях меняется, считают, что материал образца в процессе старения химически взаимодействует с влагой.

За количество химически связанной влаги в образце принимают среднее арифметическое значение, определенное химическими методами не менее чем на пяти образцах по разности между общим содержанием влаги и физически связанной (свободной) влагой. (Например общее содержание влаги определяют по методу Фишера, а содержание свободной влаги определяют высушиванием над фосфорным ангидридом в условиях, когда парциальное давление водяных паров близко к нулю, а температура и состав окружающей среды не приводят к возникновению химических реакций, при которых поглощается или выделяется вода или удаляются другие летучие соединения).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.2. Составляют программу испытаний в соответствии с требованиями п. 1.2.3.1.

2.5. Проведение испытаний

2.5.1. *Испытания, имитирующие воздействие положительной температуры и влажности воздуха, если исследуемый материал образца химически взаимодействует с влагой воздуха*

2.5.1.1 Определяют исходное значение показателя в соответствии с требованиями п. 1.3.4.1.

2.5.1.2. Испытания проводят при температуре, установленной в соответствии с требованиями пп. 1.2.4.5—1.2.4.9. Температура испытания не должна быть ниже абсолютного максимума температуры хранения.

Влажность воздуха устанавливают в соответствии с требованиями п. 1.3.4.2, (режим 1).

2.5.1.3. Узлы испытывают при температуре, не превышающей максимальной температуры испытаний слабого звена.

2.5.1.4. Если экспериментальные данные описывают уравнениями 1 или 2 приложения 7, то продолжительность ускоренных испытаний $\tau_у$ по методу 2 при воздействии положительной температуры $T_у$, эквивалентную заданной продолжительности хранения и (или) эксплуатации $\tau_{хр}$ для каждого цикла испытаний, вычисляют по формуле (1), в которой $T_д$ заменяют на $T_у$, а E является коэффициентом температурной зависимости изменения показателя данного материала.

Если экспериментальные данные описывают уравнением (1) приложения 7 при $K=K_1+K_2$ и $X_{прод}=X_0 \cdot \frac{K_2}{K_1+K_2}$, то $\tau_у$ вычисляют по формуле

$$\tau_y = \frac{\ln(\overline{X}_0 - X_{пред(T_y)}) - \ln[X_{пред(T_э)} - X_{пред(T_y)} + (\overline{X}_0 - X_{пред(T_э)})\exp(-K_{T_э}\tau_{T_э})]}{K_{T_y}}$$

где $\overline{X}_0$ — исходное значение показателя по п. 1.3.4.1;

$X_{пред(T_y)}$ — предельное значение показателя при температуре ускоренных испытаний T_y;

$X_{пред(T_э)}$ — предельное значение показателя при эквивалентной температуре хранения $T_э$;

K_{T_y} — константа скорости процесса изменения показателя при температуре ускоренных испытаний T_y;

$K_{T_э}$ — константа скорости процесса изменения показателя при эквивалентной температуре $T_э$.

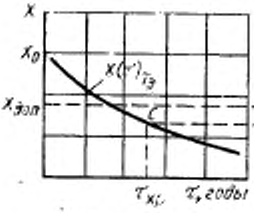
Если экспериментальные данные описывают уравнением (6) приложения 7, то τ_y вычисляют по формуле

$$\tau_y = \tau_{хр}\left\{\exp\left[\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T_y} - \frac{1}{T_э}\right)\right]\right\}^{1/\lambda},$$

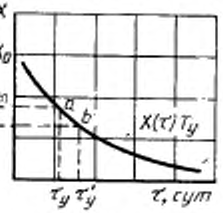
где λ определяют по пп. 6.1.4—6.1.5 приложения 7.

2.5.1.5. Если экспериментальные данные описывают уравнением 3, 4, 8 приложения 7, то по уравнениям 3, 4, 8 приложения 7 вычисляют значения показателя при $T_э$ и продолжительности хранения $\tau_{хр}$ с градацией через каждые 365 сут, а также значения показателя при T_y и продолжительности ускоренных испытаний τ_y с градацией через каждые 10 сут. (Градация продолжительности ускоренных испытаний для расчета τ_y может быть изменена в зависимости от стойкости материала к термическому старению).

По полученным данным строят графики зависимости изменения показателя от $\tau_{хр}$ и τ_y (черт. 4 и 5)



Черт. 4*



Черт. 5

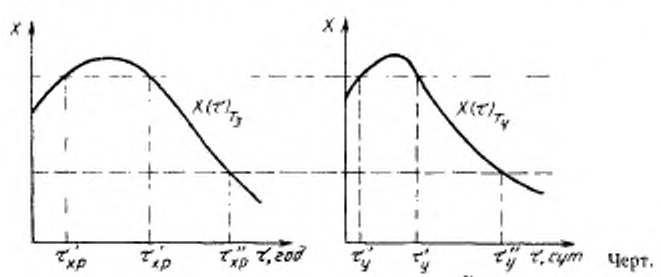
Черт. 3 исключен (изм. № 1).

Если задано предельно допустимое значение показателя $X_{доп}$, то отложив его на оси ординат, как показано на черт. 4 и 5, соединяют эти точки прямой, параллельной оси абсцисс, и продолжают ее до пересечения с кривой $X(\tau)_{\tau_y}$ (точка *а*). Опустив из точки *а* перпендикуляр на ось абсцисс, определяют продолжительность воздействия положительной температуры τ_y при ускоренных испытаниях по методу 2.

Если известна продолжительность хранения $\tau_{хр}$, то для установления эквивалентной продолжительности ускоренных испытаний из абсциссы $\tau_{хр}$ восстанавливают перпендикуляр до пересечения с кривой $X(\tau)_{\tau_э}$ (точка *с*), проводят прямую линию, параллельную оси абсцисс из точки пересечения с кривой $X(\tau)_{\tau_y}$ (точка *b*) и опускают из точки пересечения перпендикуляр на ось абсцисс. Получают продолжительность воздействия положительной температуры τ_y' при ускоренных испытаниях по методу 2.

Если на графиках зависимости изменения показателя от продолжительности хранения и ускоренных испытаний имеются экстремумы, и на каждой из кривых имеются два значения $\tau_{хр}$ и τ_y, соответствующие $X(\tau)_{\tau_э}$, τ_y' определяют до точки экстремума; если на каждой из кривых имеется только одно значение $\tau_{хр}$ и τ_y, соответствующее $X(\tau)_{\tau_э}$, то τ_y'' определяют после точки экстремума (черт. 6). При обработке экспериментальных данных на электронной вычислительной машине (ЭВМ) τ_y вычисляют в соответствии с алгоритмом, изложенным в приложении 14.

2.5.1.6. При отсутствии возможности определения коэффициента E по методу 1 продолжительность испытаний вычисляют по формуле (1), используя в качестве коэффициента E его значение, полученное термогравиметрическим методом по ГОСТ 9.715—86, или E материала-аналога.



Черт. 6

2.5.1.4—2.5.1.6 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.5.1.7. Проводят испытания в соответствии с требованиями пп. 1.2.4.2—1.2.4.15, если хранение осуществляют в герметичных условиях, или в соответствии с требованиями пп. 1.3.4.3—1.3.4.6, если хранение осуществляют в негерметичных условиях.

2.5.1.8. После окончания испытаний, имитирующих хранение в негерметичных условиях, образцы подвергают воздействию влаги при температуре (296±2) К (23±2) °С, помещая их в камеру с заданной абсолютной влажностью воздуха.

Если заданы конкретные условия хранения, то значение абсолютной влажности устанавливают, исходя из указанных условий хранения.

Если не заданы конкретные условия хранения, значение абсолютной влажности воздуха устанавливают $q = (19{,}6 \pm 2{,}5)$ г/м^3.

Продолжительность воздействия влаги устанавливают из условий достижения материалом образца массовой доли влаги, равной массовой доле влаги в образцах при хранении в течение предполагаемой продолжительности.

Массовую долю влаги в образцах определяют соответствующим физическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5.2. *Испытания, имитирующие воздействие положительной температуры и влажности воздуха, если исследуемый материал образца химически не взаимодействует с влагой воздуха*

2.5.2.1. Перед испытаниями образцы выдерживают при температуре (296±2) К (23±2) °С и относительной влажности воздуха, соответствующей предполагаемым условиям хранения. Если не заданы конкретные условия хранения, относительную влажность воздуха принимают равной (96±3) %.

Продолжительность выдержки устанавливают, исходя из условия достижения материалом образца постоянной массовой доли влаги, равной массовой доле влаги в образцах при хранении в течение предполагаемой продолжительности хранения.

2.5.2.2. В испытательной камере создают влажность воздуха и температуру, при которых в материале образца сохраняется постоянная массовая доля влаги. Метод определения влажности воздуха, при которой при заданной температуре по п. 2.5.1.2 сохраняется постоянная массовая доля влаги в материале образца, приведен в приложении 11.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5.2.3. Образцы, подготовленные по п. 2.5.2.1, помещают в испытательные камеры. Продолжительность испытаний устанавливают по пп. 2.5.1.4—2.5.1.6.

2.5.2.4. При установленном режиме испытаний в материале образца не должны происходить необратимые физические изменения, не имеющие места при хранении.

2.5.2.5. Если при заданной температуре испытаний в материале невозможно обеспечить постоянство массовой доли влаги, как указано в п. 2.5.2.1, то после испытаний его увлажняют до значения, определенного в соответствии с требованиями п. 2.5.1.8.

2.5.3. *Испытания, имитирующие воздействие отрицательной температуры*

2.5.3.1. Испытания на воздействие отрицательной температуры, имитирующие один год хранения в любом климатическом районе, проводят при температуре 213 К (минус 60 °С). Продолжительность испытаний 6 ч. Отсчет продолжительности испытаний начинают с момента достижения по всему объему образца температуры, отличающейся от заданной на 1 К (±1 °С).

2.5.3.2. Охлаждение образцов до температуры 213 К (минус 60 °С) осуществляют ступенчато, с выдержкой при температуре 253 К (минус 20 °С); последующий после испытаний нагрев — с выдержкой при температуре 293 К (20 °С).

Выдержку образцов при 293 К (20 °С) и 253 К (минус 20 °С) проводят до достижения по всему объему образца температуры, отличающейся от заданной на 1 К (±1 °С).

2.5.3.3. Испытания на воздействие отрицательной температуры, имитирующие один год хранения в заданных условиях, проводят при абсолютном минимуме температуры заданного климатического района. Продолжительность испытаний 6 ч.

2.5.4. *Испытания, имитирующие воздействие перепадов температуры*

2.5.4.1. Испытания на воздействие перепадов температуры, имитирующие один год хранения в любом климатическом районе, проводят при изменении температуры с переходом от 213 К (минус 60 °С) до 333 К (60 °С); охлаждение образцов до 213 К (минус 60 °С) и последующий нагрев до температуры 333 К (60 °С) проводят ступенчато с выдержкой при температурах 253 К (минус 20 °С) и 293 К (20 °С).

Продолжительность выдержки при указанных температурах устанавливают в соответствии с требованиями п. 2.5.3.2.

2.5.4.2. Испытания на воздействие перепадов температуры в заданных условиях хранения проводят при изменении температуры с переходом от абсолютного минимума до абсолютного максимума для заданного климатического района.

2.5.4.3. Количество переходов от 213 К (минус 60 °С) до 333 К (60 °С) или от абсолютного минимума до абсолютного максимума температуры устанавливают соответственно числу лет предполагаемого хранения. Если испытания проводят годовыми циклами, то испытания по п. 2.5.4 не проводят.

2.5.4.4. Если известно, что в условиях хранения в материале образца содержится несвязанная влага, то проводят испытания на

воздействие перепадов температуры с переходом через 273 К (0 °С).

2.5.4.5. Наличие в материале образца несвязанной влаги устанавливают соответствующими физическими методами

2.5.4.6. Испытания на воздействие перепадов температуры с переходом через 273 К (0 °С) проводят при изменении температуры от (263—258) К (минус 10 — минус 15)°С до (298±5) К (25±5) °С. Относительная влажность воздуха при положительной температуре должна быть не менее 70 %.

2.5.4.7. Один перепад температуры с переходом через 273 К (0 °С) имитируют выдержкой образцов в камере холода при (263—258) К (минус 10 - минус 15) °С и в камере тепла при (298±5) К (25+5) °С.

Выдержку образцов при указанных температурах проводят до достижения по всему объему образца температуры, отличающейся от заданной на ±1 К (±1 °С).

2.5.4.8. Один год предполагаемого хранения образцов под навесом имитируют количеством перепадов температуры, равным количеству переходов через 273 К (0 °С), установленным для заданного климатического района по ГОСТ 16350- -80.

В случае хранения в неотапливаемых хранилищах количество перепадов температуры в зависимости от заданного климатического района и типа хранилища принимают равным количеству переходов температуры через 273 К (0 °С) в соответствии с приложением 12.

2.5.5. После окончания цикла испытаний, имитирующего воздействие климатических факторов, указанных в п. 2.1 за год, несколько лет или за всю предполагаемую продолжительность хранения, образцы извлекают из камер и проводят определение показателя в соответствии со стандартами на метод определения показателя.

Результаты испытаний записывают в протоколы, форма которых приведена в табл. 1 и 2 приложения 4.

Для узлов и деталей устанавливают соответствие испытуемых узлов или деталей требованиям стандартов или технических условий на их работоспособность в составе изделия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.6. Обработка результатов

2.6.1. Если испытания проводили циклами, имитирующими воздействие климатических факторов за каждый год хранения или несколько лет, то результаты испытаний, полученные по п. 2.5.5, обрабатывают в соответствии с рекомендуемым приложением 6 и строят график зависимости X или $\frac{X_t}{X_0}$ от продолжительности старения τ (кривую прогноза), где

X_t — значение показателя, определенное по п. 2.5.5.

X_0 — исходное значение показателя, определенное по п. 2.5.1.1.

По кривой прогноза определяют изменение показателя в течение предполагаемой продолжительности хранения.

2.6.2. Если испытания проводили циклом, имитирующим воздействие климатических факторов за всю предполагаемую продолжительность хранения, результат испытаний выражают значениями X или $\frac{X}{X_0}$,

где X — значение показателя после предполагаемой продолжительности хранения, определенное по п. 2.5.5;

X_0 — исходное значение показателя, определенное по п. 2.5.1.1.

3. МЕТОД 3

3.1. Сущность метода заключается в одновременном проведении ускоренных испытаний исследуемого материала и материала-аналога на стойкость к воздействию климатических факторов и установлении сравнительной оценки стойкости материалов к указанному воздействию по изменению одного или нескольких характерных показателей старения.

3.2. Отбор образцов

3.2.1. Образцы исследуемого материала и материала-аналога должны соответствовать требованиям п. 1.2.1.

3.2.2. Образцы исследуемого материала и материала-аналога должны быть изготовлены по единой технологии.

3.3. Аппаратура

3.3.1. Аппаратура должна соответствовать требованиям, изложенным в п. 1.2.2.

3.4. Подготовка к испытаниям

3.4.1. Составляют программу испытаний в соответствии с требованиями п. 1.2.3.1.

3.4.2. Перед определением показателя до и после испытаний образцы кондиционируют в соответствии с требованиями пп. 1.3.3.2; 1.3.3.3.

3.5. Проведение испытаний

3.5.1. Определяют исходное значение показателя исследуемого материала и материала-аналога в соответствии со стандартами на метод определения показателя.

3.5.2. Устанавливают три режима испытаний — 1, 2 и 3. Испытания во всех режимах начинают одновременно.

Испытания в режиме 1 проводят при температуре T_{max}, установленной для данного материала в соответствии с требованиями пп. 1.2.4.7—1.2.4.9. Для узлов температуру испытаний устанавливают по п. 2.5.1.3.

Испытания в режиме 2 проводят при температуре T_1, которая должна быть меньше T_{max} на 20 К (20 °С).

Испытания в режиме 3, имитирующие воздействие перепадов температуры, проводят при изменении температуры с переходом от 213 К (минус 60 °С) до 333К (60 °С).

3.5.3. Испытания исследуемых материалов по п. 3.5.2 проводят совместно с материалами-аналогами.

3.5.4. Испытания в режимах 1 и 2 проводят при постоянной абсолютной влажности воздуха $q = (11{,}4 \pm 2{,}2)$ г/м³.

3.5.5. Образцы исследуемого материала и материала-аналога помещают в испытательные камеры после установления в них заданного режима испытаний. Испытания проводят непрерывно. Продолжительность вынужденных перерывов и условия хранения образцов при перерывах должны соответствовать требованиям п. 1.2.4.13.

3.5.6. Продолжительность испытаний при T_{max} должна быть 30 сут, при T_1 — 60 сут.

3.5.7. Испытания в режиме 3 проводят в соответствии с требованиями п. 2.5.4 и включают 20 перепадов температуры.

3.5.8. После окончания испытаний по всем режимам определяют значения показателей исследуемого материала и материала-аналога в соответствии со стандартами на метод определения показателя.

3.5.9. Результаты испытаний записывают в протокол по форме, приведенной в приложении 13.

3.6. Обработка результатов

3.6.1. Значения показателя исследуемого материала и материала-аналога в исходном состоянии и после испытаний по всем режимам принимают равным среднему арифметическому значению показателей образцов, испытанных в заданном режиме, которое вычисляют в соответствии с требованиями ГОСТ 269- 66.

3.6.2. Сравнительную оценку стойкости исследуемого материала по результатам испытаний в режимах 1 и 2 в случае снижения значения показателя устанавливают, используя выражение

$$\frac{T_2(T_{max}-T_1)}{T_{max}(T_1-T_2)} \ln\frac{X_1}{Y_1} \leqslant \ln\frac{X_2 Y_1}{X_1 Y_2}, \qquad (2)$$

где $X_1 = \ln\frac{X_0}{X_{T_1}}$; $X_2 = \ln\frac{X_0}{X_{T_{max}}}$; $Y_1 = \ln\frac{Y_0}{Y_{T_1}}$; $Y_2 = \ln\frac{Y_0}{Y_{T_{max}}}$,

$X_{T_{max}}$, $Y_{T_{max}}$ — соответственно значения показателей исследуемого материала и материала-аналога после испытаний в режиме 1;

X_{T_1}, Y_{T_1} — соответственно значения показателей исследуемого материала и материала-аналога после испытаний в режиме 2;

X_0, Y_0 — соответственно исходные значения показателей исследуемого материала и материала-аналога;

T_{max} — температура испытаний в режиме 1, К;
T_1 — температура испытаний в режиме 2, К;
$T_э$ — эквивалентная температура, установленная в соответствии с приложением 5, для E материала-аналога, К.

В случае повышения значения показателя, сравнительную оценку стойкости исследуемого материала устанавливают, используя выражение

$$\frac{T_э(T_{max}-T_1)}{T_{max}(T_1-T_э)} \ln \frac{X_1'}{Y_1'} \geqslant \ln \frac{X_2' \cdot Y_1'}{X_1' \cdot Y_2'}, \quad (3)$$

где $X_1'=\ln \frac{X_{T_1}}{X_0}$; $X_2'=\ln \frac{X_{T_{max}}}{X_0}$; $Y_1'=\ln \frac{Y_{T_1}}{Y_0}$; $Y_2'=\ln \frac{Y_{T_{max}}}{Y_0}$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6.3. При выполнении неравенства (2) или (3) исследуемый материал по результатам испытаний в режимах 1 и 2 не уступает материалу-аналогу по стойкости к указанным воздействиям.

3.6.4. Сравнительную оценку стойкости исследуемого материала по результатам испытаний в режиме 3 устанавливают, используя выражение

$$\frac{X_3}{X_0} \geqslant \frac{Y_3}{Y_0}, \quad (4)$$

где X_0 и X_3 — соответственно значения показателя исследуемого материала до и после испытаний;
Y_0 и Y_3 — соответственно значения показателя материала-аналога до и после испытаний.

3.6.5. При выполнении неравенства (4) считают, что исследуемый материал по результатам испытаний в режиме 3 не уступает материалу-аналогу по стойкости к указанным воздействиям.

3.6.6. При совместном выполнении неравенств по пп. 3.6.2 и 3.6.4 считают, что исследуемый материал не уступает материалу-аналогу по стойкости к воздействию климатических факторов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В СТАНДАРТЕ, И ПОЯСНЕНИЯ К НИМ

Термин	Пояснение
1. Характерный показатель старения	По ГОСТ 9.710—84
2. Узел	Неразъемное соединение, изготовленное из двух материалов, для которых в процессе испытаний не учитывают внутренние напряжения
3. Деталь	По ГОСТ 2.101—68
4. Слабое звено	Элемент узла, характеризующийся минимальным запасом показателя после заданной продолжительности хранения
5. Ненапряженное состояние	Состояние материала, узла, детали при отсутствии внешних нагрузок
6. Съем	Отбор образцов из испытательной камеры или термостата после заданной продолжительности испытаний для определения показателя. Примечание. Количество образцов при каждом съеме должно обеспечивать попадание среднего арифметического значения показателя в доверительный интервал с заданной вероятностью
7. Эквивалентная температура	Условная температура, при которой константа скорости изменения характерного показателя при старении соответствует своему среднему значению при изменяющихся температурах в течение заданной продолжительности хранения
8. Коэффициент E, кДж/моль (ккал/моль)	Коэффициент, характеризующий зависимость скорости изменения показателя от температуры при старении

Продолжение

Термин	Пояснение
9. Массовая доля влаги	По ГОСТ 8.221—76
10. Герметичные условия хранения	Условия, обеспечивающие отсутствие массообмена с внешней средой
11. Материал-аналог	Материал, по которому имеются данные о стойкости к воздействию климатических факторов, аналогичный исследуемому материалу по назначению, составу, химическому строению и свойствам
12. Термовлажностное климатическое старение	Старение полимерного материала при воздействии температуры и паров воды

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ПРИМЕР ИЗГОТОВЛЕНИЯ ЗАГОТОВОК И ГРУППИРОВКИ ОБРАЗЦОВ НА КАЖДЫЙ СЪЕМ

1. Необходимо вычислить количество листов для изготовления заготовок и подобрать образцы для определения исходного значения показателя и на каждый съем.

Известно, что на один съем требуется 60 образцов; из одного листа можно вырезать 8 заготовок; из каждой заготовки можно вырезать 2 образца, количество съемов, с учетом определения исходного значения показателя, равно (7+1).

Количество листов для испытаний Q вычисляют по формуле

$$Q = \frac{60 \cdot (7+1)}{8 \cdot 2} = 30.$$

2. Каждый из 30-ти листов разрезают на 8 равных частей и маркируют, как показано ниже

1.1	2.1	3.1	...	28.1	29.1	30.1
1.2	2.2	3.2		28.2	29.2	30.2
1.3	2.3	3.3		28.3	29.3	30.3
1.4	2.4	3.4		28.4	29.4	30.4
1.5	2.5	3.5		28.5	29.5	30.5
1.6	2.6	3.6		28.6	29.6	30.6
1.7	2.7	3.7		28.7	29.7	30.7
1.8	2.8	3.8		28.8	29.8	30.8

3. После маркировки листы разрезают на заготовки и по таблице подбирают их для определения исходного значения показателя и на каждый из съемов, как показано ниже.

Съем	Номер образца										
I	1.1	2.2	3.3	4.4	5.5	6.6	7.7	8.8	...	29.7	30.8
II	1.2	2.3	3.4	4.5	5.6	6.7	7.8	8.1	...	29.8	30.1
III	1.3	2.4	3.5	4.6	5.7	6.8	7.1	8.2	...	29.1	30.2
IV	1.4	2.5	3.6	4.7	5.8	6.1	7.2	8.3	...	29.2	30.3
V	1.5	2.6	3.7	4.8	5.1	6.2	7.3	8.4	...	29.3	30.4
VI	1.6	2.7	3.8	4.1	5.2	6.3	7.4	8.5	...	29.4	30.5
VII	1.7	2.8	3.1	4.2	5.3	6.1	7.5	8.6	...	29.5	30.6
Исходный съем	1.8	2.1	3.2	4.3	5.4	6.5	7.6	8.7	...	29.6	30.7

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ

Количество образцов N, обеспечивающее определение среднего арифметического значения показателя (исходного значения и на каждый из съемов) с заданной относительной ошибкой и попадание ее в доверительный интервал с заданной вероятностью, вычисляют по формуле

$$N \geqslant t^2 \frac{\overline{v}^2}{\beta^2}, \qquad (1)$$

где t — критерий распределения нормированных отклонений в малой выборке. Значение t определяют по таблице для испытанного количества образцов;

$\overline{v}$ — среднее арифметическое значение коэффициента вариации отдельных значений показателя. Значение $\overline{v}$ вычисляют в соответствии с требованиями ГОСТ 269—66;

β — относительная ошибка измерения среднего арифметического значения показателя.

Значение β не должно превышать 5 %.

Количество образцов	Значения t при доверительной вероятности				
	0,70	0,80	0,90	0,95	0,99
2	1,96	3,08	6,31	12,71	63,66
3	1,34	1,89	2,92	4,30	9,93
4	1,25	1,64	2,35	3,18	5,80
5	1,19	1,53	2,13	2,78	4,60
6	1,16	—	2,02	2,57	4,03
7	1,13	1,44	1,94	2,45	3,70
8	—	—	1,90	2,37	3,50
9	—	—	1,86	2,30	3,36
10	1,10	1,38	1,83	2,26	3,25
12	—	—	1,80	2,20	3,11
14	—	—	1,77	2,18	3,16
15	1,08	1,35	1,76	2,16	3,06
16	—	—	1,75	2,13	2,95
18	—	—	1,74	2,11	2,90
20	—	—	1,73	2,09	2,86
25	—	—	1,71	2,06	2,80
30	1,06	1,31	1,70	2,04	2,76
35	—	—	1,69	2,03	2,73
40	—	—	1,68	2,02	2,70
50	—	—	1,68	2,01	2,68
60	1,05	1,30	1,67	2,00	2,66
120	1,04	1,29	1,66	1,98	2,62
∞	1,04	1,28	1,65	1,96	2,58

Если на один съем имеется меньше образцов, чем требуется по расчету, то устанавливают вероятность ν попадания среднего арифметического значения показателя в доверительный интервал при имеющемся количестве образцов N.

Для этого по формуле (1) вычисляют значение критерия t и по таблице определяют соответствующую ему доверительную вероятность. Коэффициент v в этом случае вычисляют по результатам испытаний не менее трех партий материала.

Количество образцов на 1 съем должно обеспечивать попадание среднего арифметического значения показателя в доверительный интервал с вероятностью не менее 0,7.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Обязательное

СПОСОБ ПРОВЕРКИ СУЩЕСТВЕННОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЯ

1. Определяют значение показателя в исходном состоянии и после каждого съема при испытаниях по настоящему стандарту. Результаты записывают в протокол по форме, приведенной в табл. 1.

Таблица 1

Определение исходного значения показателя		1 съем		2 съем		...	10 съем	
Номер образца	Значение показателя, X_0	Номер образца	Значение показателя, X_1	Номер образца	Значение показателя, X_2	...	Номер образца	Значение показателя, X_{10}

2. В соответствии с требованиями ГОСТ 269—66 вычисляют среднее арифметическое значение показателя, среднее квадратичное отклонение и коэффициент вариации отдельных значений показателя, границы доверительного интервала и относительное отклонение. Результаты записывают в протокол испытаний по форме, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Режим старения	Продолжительность старения τ, сут	Среднее арифметическое значение показателя $\overline{X}$	Среднее квадратическое отклонение S	Коэффициент вариации v	Доверительный интервал $\pm\Delta X$	Относительное отклонение β

1, 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. Существенность изменения показателя определяют после каждого съема путем проверки статистических гипотез о равенстве генеральных дисперсий и средних значений.

Данные для проверки статистических гипотез записывают в протокол испытаний по форме, приведенной в табл. 3.

Таблица 3

1-я выборка			2-я выборка			Гипотеза о равенстве дисперсий		Гипотеза о равенстве средних значений	
$\overline{X}_1$	S_1	n_1	$\overline{X}_2$	S_2	n_2	F	$F_{табл}$	t	$t_{табл}$

3.1. Проверку гипотезы о равенстве генеральных дисперсий проводят по критерию Фишера, который вычисляют по формуле

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}, \qquad (1)$$

где S_1^2 и S_2^2 соответственно большая и меньшая из выборочных дисперсий.

Значение F сравнивают с табличным значением критерия Фишера $F_{табл}$, определенным для заданной вероятности и степеней свободы $f_1 = n_1 - 1$ (для выборки с дисперсией S_1^2) и $f_2 = n_2 - 1$ (для выборки с дисперсией S_2^2), где n_1 и n_2 — количество образцов в каждой выборке.

Значения $F_{табл}$ для доверительных вероятностей 0,75; 0,90; 0,95 и 0,99 приведены в табл. 4

Если $F < F_{табл}$ гипотезу о равенстве генеральных дисперсий принимают; если $F \geqslant F_{табл}$ — отвергают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проверку гипотезы о равенстве средних значений проводят с помощью критерия Стьюдента t.

3.2.1. Если принята гипотеза о равенстве генеральных дисперсий, вычисляют t по формуле

$$t = \frac{|\overline{X}_1 - \overline{X}_2|}{S\sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}, \qquad (2)$$

где S — сводная дисперсия, вычисляемая по формуле

$$S = \sqrt{\frac{S_1^2(n_1 - 1) + S_2^2(n_2 - 1)}{n_1 + n_2 - 2}}. \qquad (3)$$

Полученное значение t сравнивают с $t_{табл}$, определенным при заданной доверительной вероятности и числе степеней свободы $f = n_1 + n_2 - 2$.

Значения критерия Стьюдента для различных доверительных вероятностей и различного числа степеней свободы приведены в табл. 5.

3.2.2. Если гипотеза о равенстве генеральных дисперсий отвергнута, то проверку гипотезы о равенстве средних значений проводят в соответствии с требованиями, изложенными ниже.

Таблица 4

Доверительная вероятность	Число степеней свободы для меньшей дисперсии	Критерий Фишера (F) при числе степеней свободы для большей дисперсии												
		1	2	3	4	5	6	8	12	15	30	40	60	120
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,75	1	5,83	7,50	8,20	8,58	8,82	8,98	9,19	9,41	9,49	9,67	9,71	9,76	9,80
	2	2,57	3,00	3,15	3,23	3,28	3,31	3,35	3,39	3,41	3,44	3,45	3,46	3,47
	3	2,02	2,28	2,36	2,39	2,41	2,42	2,44	2,45	2,46	2,47	2,47	2,47	2,47
	4	1,81	2,00	2,05	2,06	2,07	2,08	2,08	2,08	2,08	2,08	2,08	2,08	2,08
	5	1,69	1,85	1,88	1,89	1,89	1,89	1,89	1,89	1,89	1,88	1,87	1,87	1,87
	6	1,62	1,76	1,78	1,79	1,79	1,78	1,77	1,77	1,76	1,75	1,75	1,74	1,74
	7	1,57	1,70	1,72	1,72	1,71	1,71	1,70	1,68	1,68	1,66	1,66	1,65	1,65
	8	1,54	1,66	1,67	1,66	1,66	1,65	1,64	1,62	1,62	1,60	1,59	1,59	1,58
	9	1,51	1,62	1,63	1,63	1,62	1,61	1,60	1,58	1,57	1,55	1,55	1,54	1,53
	10	1,49	1,60	1,60	1,59	1,59	1,58	1,56	1,54	1,53	1,51	1,51	1,50	1,49
	11	1,47	1,58	1,58	1,57	1,56	1,55	1,53	1,51	1,50	1,48	1,47	1,47	1,46
	12	1,46	1,56	1,56	1,55	1,54	1,53	1,51	1,49	1,48	1,45	1,45	1,44	1,43
	13	1,45	1,54	1,54	1,53	1,52	1,51	1,49	1,47	1,46	1,43	1,42	1,42	1,41
	14	1,44	1,53	1,53	1,52	1,51	1,50	1,48	1,45	1,44	1,41	1,41	1,40	1,39
	15	1,43	1,52	1,52	1,51	1,49	1,48	1,46	1,44	1,43	1,40	1,39	1,38	1,37
	16	1,42	1,51	1,51	1,50	1,48	1,48	1,46	1,44	1,41	1,38	1,37	1,36	1,35
	17	1,42	1,51	1,50	1,49	1,47	1,46	1,44	1,41	1,40	1,37	1,36	1,35	1,34
	18	1,41	1,50	1,49	1,48	1,46	1,45	1,43	1,40	1,39	1,36	1,35	1,34	1,33
	19	1,41	1,49	1,49	1,47	1,46	1,44	1,42	1,40	1,38	1,35	1,34	1,33	1,32
	20	1,40	1,49	1,48	1,46	1,45	1,44	1,42	1,39	1,37	1,34	1,33	1,32	1,31
	22	1,40	1,48	1,47	1,45	1,44	1,42	1,40	1,37	1,36	1,32	1,31	1,30	1,30
	24	1,39	1,47	1,46	1,44	1,43	1,41	1,39	1,36	1,35	1,31	1,30	1,29	1,28
	26	1,38	1,46	1,45	1,44	1,42	1,41	1,39	1,35	1,34	1,30	1,29	1,28	1,26
	28	1,38	1,46	1,45	1,43	1,41	1,40	1,38	1,34	1,33	1,29	1,28	1,27	1,25
	30	1,38	1,45	1,44	1,42	1,41	1,39	1,37	1,34	1,32	1,28	1,27	1,26	1,24
	40	1,36	1,44	1,42	1,40	1,39	1,37	1,35	1,31	1,30	1,25	1,24	1,22	1,21
	60	1,35	1,42	1,41	1,38	1,37	1,35	1,32	1,29	1,27	1,22	1,21	1,19	1,17
	120	1,34	1,40	1,39	1,37	1,35	1,33	1,30	1,26	1,24	1,19	1,18	1,16	1,13
	∞	1,32	1,39	1,37	1,35	1,33	1,31	1,28	1,24	1,22	1,16	1,14	1,12	1,08

Доверительная вероятность	Число степеней свободы для меньшей дисперсии	Критерий Фишера (F) при числе степеней свободы для большей дисперсии												
		1	2	3	4	5	6	8	12	15	30	40	60	120
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,90	1	39,9	49,5	53,6	55,8	57,2	58,2	59,4	60,7	61,2	62,3	62,5	62,8	63,1
	2	8,53	9,00	9,16	9,24	9,29	9,33	9,37	9,41	9,42	9,46	9,47	9,47	9,48
	3	5,54	5,46	5,39	5,34	5,31	5,28	5,25	5,22	5,20	5,17	5,16	5,15	5,13
	4	4,54	4,32	4,19	4,11	4,05	4,01	3,95	3,90	3,87	3,82	3,80	3,79	3,78
	5	4,06	3,78	3,62	3,52	3,45	3,40	3,34	3,27	3,24	3,17	3,16	3,14	3,12
	6	3,78	3,46	3,29	3,18	3,11	3,05	2,98	2,90	2,87	2,80	2,78	2,76	2,74
	7	3,59	3,26	3,07	2,96	2,88	2,83	2,75	2,67	2,63	2,56	2,54	2,51	2,49
	8	3,46	3,11	2,92	2,81	2,73	2,67	2,59	2,50	2,46	2,38	2,36	2,34	2,32
	9	3,36	3,01	2,81	2,69	2,61	2,55	2,47	2,38	2,34	2,25	2,23	2,21	2,18
	10	3,28	2,92	2,73	2,61	2,52	2,46	2,38	2,28	2,24	2,16	2,13	2,11	2,08
	11	3,23	2,86	2,66	2,54	2,45	2,39	2,30	2,21	2,17	2,08	2,05	2,03	2,00
	12	3,18	2,81	2,61	2,48	2,39	2,33	2,24	2,15	2,10	2,01	1,99	1,96	1,93
	13	3,14	2,76	2,56	2,43	2,35	2,28	2,20	2,10	2,05	1,96	1,93	1,90	1,88
	14	3,10	2,73	2,52	2,39	2,31	2,24	2,15	2,05	2,01	1,91	1,89	1,86	1,82
	15	3,07	2,70	2,49	2,36	2,27	2,21	2,12	2,02	1,97	1,87	1,85	1,82	1,79
	16	3,05	2,67	2,46	2,33	2,24	2,18	2,09	1,99	1,94	1,84	1,81	1,79	1,75
	17	3,03	2,64	2,44	2,31	2,22	2,15	2,06	1,96	1,91	1,81	1,78	1,75	1,72
	18	3,01	2,62	2,42	2,29	2,20	2,13	2,04	1,93	1,89	1,78	1,75	1,72	1,69
	19	2,99	2,61	2,40	2,27	2,18	2,11	2,02	1,91	1,86	1,76	1,73	1,70	1,67
	20	2,97	2,59	2,38	2,25	2,16	2,09	2,00	1,89	1,84	1,74	1,71	1,68	1,64
	22	2,95	2,56	2,35	2,22	2,13	2,06	1,97	1,86	1,81	1,70	1,67	1,64	1,60
	24	2,93	2,54	2,33	2,19	2,10	2,04	1,94	1,83	1,78	1,67	1,64	1,61	1,57
	26	2,91	2,52	2,31	2,17	2,08	2,01	1,92	1,81	1,76	1,65	1,61	1,58	1,54
	28	2,89	2,50	2,29	2,16	2,06	2,00	1,90	1,79	1,74	1,63	1,59	1,56	1,52
	30	2,88	2,49	2,28	2,14	2,05	1,98	1,88	1,77	1,72	1,61	1,57	1,54	1,50
	40	2,84	2,44	2,23	2,09	2,00	1,93	1,83	1,71	1,66	1,54	1,51	1,47	1,42
	60	2,79	2,39	2,18	2,04	1,95	1,87	1,77	1,66	1,60	1,48	1,44	1,40	1,35
	120	2,75	2,35	2,13	1,99	1,90	1,82	1,72	1,60	1,55	1,41	1,37	1,32	1,26
	∞	2,71	2,30	2,08	1,94	1,85	1,77	1,67	1,55	1,49	1,34	1,30	1,24	1,17

Продолжение табл. 4

Доверительная вероятность	Число степеней свободы для меньшей дисперсии	Критерий Фишера (F) при числе степеней свободы для большей дисперсии												
		1	2	3	4	5	6	8	12	15	30	40	60	120
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
0,95	1	161,0	200,0	216,0	225,0	230,0	234,0	239,0	244,0	246,0	250,0	251,0	252,0	253,0
	2	16,5	19,0	19,2	19,2	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4	19,5	19,5	19,5	19,5
	3	10,10	9,55	9,28	9,28	9,10	8,94	8,85	8,74	8,70	8,62	8,59	8,57	8,55
	4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,04	5,91	5,86	5,75	5,72	5,69	5,66
	5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,82	4,68	4,62	4,50	4,46	4,43	4,40
	6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,15	4,00	3,94	3,81	3,77	3,74	3,70
	7	5,39	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,73	3,57	3,51	3,38	3,34	3,30	3,27
	8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,44	3,28	3,22	3,08	3,04	3,01	2,97
	9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,23	3,07	3,01	2,86	2,83	2,79	2,75
	10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,07	2,91	2,85	2,70	2,66	2,62	2,58
	11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	2,95	2,79	2,72	2,57	2,53	2,49	2,45
	12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,85	2,69	2,62	2,47	2,43	2,38	2,34
	13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,77	2,60	2,53	2,38	2,34	2,30	2,25
	14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,70	2,53	2,46	2,31	2,27	2,22	2,18
	15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,64	2,48	2,40	2,25	2,20	2,16	2,11
	16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,59	2,42	2,35	2,19	2,15	2,11	2,06
	17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,55	2,38	2,31	2,15	2,10	2,06	2,01
	18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,51	2,34	2,27	2,11	2,06	2,02	1,97
	19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,48	2,31	2,23	2,07	2,03	1,98	1,93
	20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,45	2,28	2,20	2,04	1,99	1,95	1,90
	22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,40	2,23	2,15	1,98	1,94	1,89	1,84
	24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,36	2,18	2,11	1,94	1,89	1,84	1,79
	26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,32	2,15	2,07	1,90	1,85	1,80	1,75
	28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,29	2,12	2,04	1,87	1,82	1,77	1,71
	30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,27	2,09	2,01	1,84	1,79	1,74	1,68
	40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,18	2,00	1,92	1,74	1,69	1,64	1,58
	60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,10	1,92	1,84	1,65	1,59	1,53	1,47
	120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,17	2,02	1,83	1,75	1,55	1,50	1,43	1,35
	∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	1,94	1,75	1,67	1,46	1,39	1,32	1,22

Доверительная вероятность	Число степеней свободы для меньшей дисперсии	Критерий Фишера (F) при числе степеней свободы для большей дисперсии												
		1	2	3	4	5	6	8	12	15	30	40	60	120
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
	2	98,5	99,0	99,2	99,2	99,3	99,3	99,4	99,4	99,4	99,5	99,5	99,5	99,5
	3	34,1	30,8	29,5	28,7	28,2	27,9	27,5	27,1	26,9	26,5	26,4	26,3	26,2
	4	21,2	18,0	16,7	16,0	15,5	15,2	14,8	14,4	14,2	13,8	13,7	13,7	13,6
	5	16,3	13,3	12,1	11,4	11,0	10,7	10,3	9,89	9,72	9,38	9,29	9,20	9,11
	6	13,7	10,9	9,78	9,15	8,75	8,47	8,10	7,72	7,56	7,23	7,14	7,06	6,97
	7	12,2	9,55	8,45	7,85	7,46	7,19	6,84	6,47	6,31	5,99	5,91	5,82	5,74
	8	11,3	8,65	7,59	7,01	6,63	6,37	6,03	5,67	5,52	5,20	5,12	5,03	4,95
	9	10,6	8,02	6,99	6,42	6,06	5,80	5,47	5,11	4,96	4,65	4,57	4,48	4,40
	10	10,0	7,56	6,55	5,99	5,64	5,39	5,06	4,71	4,56	4,25	4,17	4,08	4,00
	11	9,65	7,21	6,22	5,67	5,32	5,07	4,74	4,40	4,25	3,94	3,86	3,81	3,69
	12	9,33	6,93	5,95	5,41	5,06	4,82	4,50	4,16	4,01	3,70	3,62	3,57	3,45
	13	9,07	6,70	5,74	5,21	4,86	4,62	4,30	3,96	3,82	3,51	3,43	3,38	3,25
	14	8,86	6,51	5,56	5,04	4,69	4,46	4,14	3,80	3,66	3,35	3,27	3,22	3,09
0,99	15	8,68	6,36	5,42	4,89	4,56	4,32	4,00	3,67	3,52	3,21	3,13	3,08	2,96
	16	8,53	6,23	5,29	4,77	4,44	4,20	3,89	3,55	3,41	3,10	3,02	2,97	2,84
	17	8,40	6,11	5,18	4,67	4,34	4,10	3,79	3,46	3,31	3,00	2,92	2,87	2,75
	18	8,29	6,01	5,09	4,58	4,25	4,01	3,71	3,37	3,23	2,92	2,84	2,78	2,66
	19	8,18	5,93	5,01	4,50	4,17	3,94	3,63	3,30	3,15	2,84	2,76	2,71	2,58
	20	8,10	5,85	4,94	4,43	4,10	3,87	3,56	3,23	3,09	2,78	2,69	2,64	2,52
	22	7,95	5,72	4,82	4,31	3,99	3,76	3,45	3,12	2,98	2,67	2,58	2,53	2,40
	24	7,82	5,61	4,72	4,22	3,90	3,67	3,36	3,03	2,89	2,58	2,49	2,40	2,31
	26	7,72	5,53	4,64	4,14	3,82	3,59	3,29	2,96	2,81	2,50	2,42	2,33	2,23
	28	7,64	5,45	4,57	4,07	3,75	3,53	3,23	2,90	2,75	2,44	2,35	2,26	2,17
	30	7,56	5,39	4,51	4,02	3,70	3,47	3,17	2,84	2,70	2,39	2,30	2,21	2,11
	40	7,31	5,18	4,31	3,83	3,51	3,29	2,99	2,66	2,52	2,20	2,11	2,02	1,92
	60	7,08	4,98	4,13	3,65	3,34	3,12	2,82	2,50	2,35	2,03	1,94	1,84	1,73
	120	6,85	4,79	3,95	3,48	3,17	2,96	2,66	2,34	2,19	1,86	1,76	1,66	1,53
	∞	6,63	4,61	3,78	3,32	3,02	2,80	2,51	2,18	2,04	1,70	1,59	1,47	1,32

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 5

Число степеней свободы f_i	Критерий Стьюдента t при доверительной вероятности γ						
	0,650	0,750	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995
1	1,000	2,414	6,314	12,706	25,452	63,657	127,320
2	0,817	1,604	2,920	4,303	6,205	9,925	14,089
3	0,765	1,423	2,353	3,183	4,177	5,841	7,453
4	0,741	1,344	2,132	2,776	3,495	4,604	5,598
5	0,727	1,301	2,015	2,571	3,163	4,032	4,773
6	0,718	1,273	1,943	2,447	2,969	3,707	4,317
7	0,711	1,254	1,895	2,365	2,841	3,500	4,029
8	0,706	1,240	1,860	2,306	2,752	3,355	3,833
9	0,703	1,230	1,833	2,262	2,685	3,250	3,690
10	0,700	1,221	1,813	2,228	2,634	3,169	3,581
11	0,697	1,215	1,796	2,201	2,593	3,106	3,497
12	0,695	1,209	1,782	2,179	2,560	3,055	3,428
13	0,694	1,204	1,771	2,160	2,533	3,012	3,373
14	0,692	1,200	1,761	2,145	2,510	2,977	3,326
15	0,691	1,197	1,753	2,132	2,490	2,947	3,286
16	0,690	1,194	1,746	2,120	2,473	2,921	3,252
17	0,689	1,191	1,740	2,110	2,458	2,898	3,223
18	0,688	1,189	1,734	2,101	2,445	2,878	3,197
19	0,688	1,187	1,729	2,093	2,433	2,861	3,174
20	0,687	1,185	1,725	2,086	2,423	2,845	3,153
21	0,686	1,183	1,721	2,080	2,414	2,831	3,135
22	0,686	1,182	1,720	2,074	2,406	2,819	3,119
23	0,685	1,180	1,717	2,069	2,398	2,807	3,104
24	0,685	1,179	1,711	2,064	2,392	2,797	3,091
25	0,684	1,178	1,708	2,060	2,385	2,787	3,078
26	0,684	1,177	1,706	2,056	2,379	2,779	3,067
27	0,683	1,176	1,703	2,052	2,373	2,771	3,057
28	0,683	1,175	1,701	2,048	2,369	2,763	3,047
29	0,683	1,174	1,699	2,045	2,364	2,756	3,038
30	0,683	1,173	1,697	2,042	2,360	2,750	3,030
40	0,681	1,167	1,684	2,021	2,329	2,705	2,971
60	0,679	1,162	1,671	2,000	2,299	2,660	2,915
120	0,677	1,156	1,658	1,980	2,270	2,617	2,860
∞	0,674	1,150	1,645	1,960	2,241	2,575	2,807

Критерий t вычисляют по формуле

$$t = \frac{|\overline{X}_1 - \overline{X}_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}}, \qquad (4)$$

и сравнивают его с приближенным критерием Стьюдента $t_{пр}$, вычисленным по формуле

$$t_{пр} = \frac{\frac{S_1^2}{n_1} t_{(f_1)} + \frac{S_2^2}{n_2} t_{(f_2)}}{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}, \qquad (5)$$

где $t_{(f_1)}$ и $t_{(f_2)}$ устанавливают по табл. 5 для заданной доверительной вероятности γ и числе степеней свободы $f_1=n_1-1$ и $f_2=n_2-1$ соответственно.

3.3. Если $t<t_{табл}$ или $t<t_{пр}$ гипотезу о равенстве средних значений принимают. При этом расхождения между средними значениями считают случайными и не обусловленными старением материала при испытаниях, а изменение показателя считают не существенным.

Если $t>t_{табл}$ или $t>t_{пр}$, гипотезу отвергают; расхождения между средними значениями считают неслучайными и обусловленными старением материала при испытаниях, а изменение показателя — существенным.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭКВИВАЛЕНТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ $T_э$

1. Эквивалентную температуру $T_э$ определяют по номограмме, приведенной на чертеже, или вычисляют по формуле

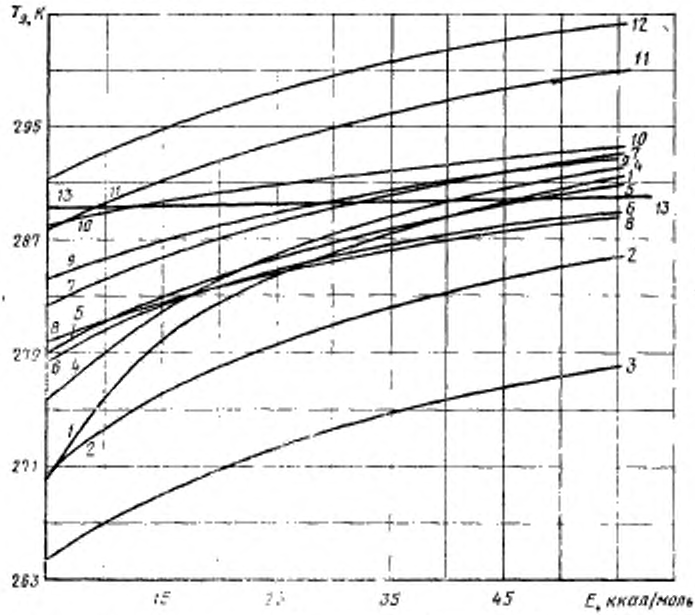
$$T_э = \frac{E}{R}\left\{\ln\left[\frac{1}{\tau_0}\sum_{j=1}^{n}\Delta\tau_j \cdot \exp\left(-\frac{E}{RT_j}\right)\right]\right\}^{-1},$$

где E — коэффициент, кДж/моль (ккал/моль);

R — универсальная газовая постоянная, равная 8,314 Дж/моль·К (1,987 ккал/моль·К);

τ_0 — среднестатистическое количество часов заданной продолжительности хранения;

$\Delta\tau_j$ — продолжительность существования интервала температуры (не более 5 °С) со средней температурой T_j, ч;



1 — очень холодный; *2* — холодный; *3* — арктический западный; *4* — умеренно холодный; *5* — умеренный; *6* — умеренно влажный; *7* — умеренно теплый; *8* — умеренно теплый влажный; *9* — умеренно теплый с мягкой зимой; *10* — теплый влажный; *11* — жаркий сухой; *12* — очень жаркий сухой; *13* — отапливаемое хранилище

n — количество интервалов температуры со средней температурой T_j.

2. На номограмме приведена зависимость $T_э$ от E для климатических районов по ГОСТ 16350—80 и отапливаемого хранилища.

Для других условий хранения эквивалентную температуру вычисляют по данным распределения температуры в заданных условиях, статистически обработанным за период наблюдения не менее 5 лет.

3. Пример вычисления $T_э$

3.1. По результатам испытаний установлено значение $E=104{,}67\cdot10^3$ Дм/моль (25 ккал/моль).

3.2. Для климатического района установлено распределение температуры в течение года от 253,1 К (минус 19,9 °С) до 318 К (45 °С) интервалами в 5 К (5 °С).

Для каждого интервала вычисляют температуру T_j, как среднее арифметическое значение нижнего и верхнего значений температуры каждого интервала. Данные приведены в таблице.

По данным таблицы вычисляют:

$\tau_э$ по формуле

$$\tau_э=\Sigma\Delta\tau_j=3+30+139+491+1069+1203+1068+1014+1195+1339+793+391+32=8767;$$

значение $\Delta\tau_j\cdot\exp\left(-\frac{E}{R\cdot T_j}\right)$ на каждом интервале:

1) $3\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot255{,}5}\right)=1{,}23\cdot10^{-21}$;

2) $30\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot260{,}5}\right)=3{,}17\cdot10^{-20}$;

3) $139\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot265{,}5}\right)=3{,}65\cdot10^{-19}$;

4) $491\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot270{,}5}\right)=3{,}09\cdot10^{-18}$;

5) $1069\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot275{,}5}\right)=1{,}57\cdot10^{-17}$;

6) $1203\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot280{,}5}\right)=3{,}98\cdot10^{-17}$;

7) $1068\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot285{,}5}\right)=7{,}75\cdot10^{-17}$;

8) $1014\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot290{,}5}\right)=1{,}57\cdot10^{-16}$;

9) $1195\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot295{,}5}\right)=3{,}85\cdot10^{-16}$;

10) $1339\ \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987\cdot300{,}5}\right)=8{,}77\cdot10^{-16}$;

Номер интервала n	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Интервал температуры, °С	От —19,9 до —15,0	От —14,9 до —10,0	От —9,9 до —5,0	От —4,9 до 0,0	От 0,1 до 5,0	От 5,1 до 10,0	От 10,1 до 15,0	От 15,1 до 20,0	От 20,1 до 25,0	От 25,1 до 30,0	От 30,1 до 35,0	От 35,1 до 40,0	От 40,1 до 45,0
Средняя температура T_j интервала, К	255,5	260,5	265,5	270,5	275,5	280,5	285,5	290,5	295,5	300,5	305,5	310,5	315,5
Продолжительность существования интервала $\Delta\tau_j$, ч	3	30	139	491	1069	1203	1068	1014	1195	1339	793	391	32

11) $793 \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987 \cdot 305{,}5}\right) = 1{,}03 \cdot 10^{-15}$;

12) $391 \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987 \cdot 310{,}5}\right) = 9{,}86 \cdot 10^{-16}$;

13) $32 \exp\left(-\frac{25000}{1{,}987 \cdot 315{,}5}\right) = 1{,}53 \cdot 10^{-16}$;

сумму значений $\Delta\tau_j \exp\left(-\frac{E}{R \cdot T_j}\right)$

$$\sum_{j=1}^{n} \Delta\tau_j \exp\left(-\frac{E}{R \cdot T_j}\right) = 3{,}72 \cdot 10^{-15}.$$

3.3. Вычисляют эквивалентную температуру ($T_э$) по формуле

$$T_э = -\frac{25000}{1{,}987} \cdot \left\{\ln\left[\frac{1}{8767} \cdot 3{,}72 \cdot 10^{-15}\right]\right\}^{-1} =$$

$$= -\frac{25000}{1{,}987} \cdot (-0{,}0236) = 297{,}4 \ K.$$

Приложение 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 6
Рекомендуемое

ОПИСАНИЕ КИНЕТИЧЕСКОЙ ЗАВИСИМОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЯ ОТ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ СТАРЕНИЯ ОБРАТНЫМ ПОЛИНОМОМ ВТОРОЙ СТЕПЕНИ

Экспериментальные зависимости изменения показателя $X(\tau_{ij})$ от продолжительности ускоренных испытаний τ_{ij} при каждой температуре обрабатывают методом наименьших квадратов с использованием полинома 2-й степени вида

$$X(\tau_{ij})=a_{0i}+\frac{a_{1i}}{\tau_{ij}+1}+\frac{a_{2i}}{(\tau_{ij}+1)^2},$$

где i — порядковый номер температуры испытаний, $i=1, 2, 3, \ldots, n$, n — число температур испытаний;

j — порядковый номер съема образцов, $j=1, 2, 3, \ldots, m_i$, m_i — число съемов при каждой температуре.

Обратный полином второй степени имеет вид

$$X=a_0+\frac{a_1}{\tau_i+1}+\frac{a_2}{(\tau_i+1)^2}.$$

Константы a_0, a_1, a_2 вычисляют по формулам:

$$a_0=\frac{c_1b_2^2b_3^3+b_2^1b_3^2c_2+b_3^1c_2b_2^3-b_3^1b_2^2c_3-c_1b_3^2b_2^3-c_2b_3^1b_2^2}{b_1^1b_2^2b_3^3+b_2^1b_3^2b_1^3+b_3^1b_1^2b_2^3-b_3^1b_2^2b_1^3-b_1^1b_3^2b_2^3-b_2^1b_1^2b_3^3};$$

$$a_1=\frac{c_2b_1^1b_3^3+c_1b_3^2b_1^3+c_3b_1^2b_2^3-c_2b_3^1b_1^3-c_3b_1^1b_2^3-c_1b_2^2b_1^3}{b_1^1b_2^2b_3^3+b_3^1b_2^3b_1^2+b_2^1b_3^2b_1^3-b_3^1b_2^2b_1^3-b_1^1b_3^2b_2^3-b_2^1b_1^2b_3^3};$$

$$a_2=\frac{c_2b_1^1b_2^2+c_3b_2^1b_1^3+c_1b_1^2b_2^3-c_1b_2^2b_1^3-c_2b_1^1b_2^3-c_3b_1^2b_2^1}{b_1^1b_2^2b_3^3+b_2^1b_3^2b_1^3+b_3^1b_1^2b_2^3-b_3^1b_2^2b_1^3-b_1^1b_3^2b_2^3-b_2^1b_1^2b_3^3},$$

где $C_1=\sum_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})$; $C_2=\sum_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\frac{1}{\tau_{ij}+1}$; $C_3=\sum_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\frac{1}{(\tau_{ij}+1)^2}$;

$b_1^1=m_i$; $b_2^1=b_1^2=\sum_{j=1}^{m_i}\frac{1}{(\tau_{ij}+1)}$; $b_3^2=b_2^3=\sum_{j=1}^{m_i}\frac{1}{(\tau_{ij}+1)^3}$;

$b_3^1=b_1^3=b_2^2=\sum_{j=1}^{m_i}\frac{1}{(\tau_{ij}+1)^2}$; $b_3^3=\sum_{j=1}^{m_i}\frac{1}{(\tau_{ij}+1)^4}$.

Приложение 6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 7
Рекомендуемое

АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

1. Если изменение показателя происходит до некоторого предельного значения $X_{пред}$, не зависящего от температуры испытаний, то кинетические кривые зависимости X от τ описывают уравнением первого порядка типа

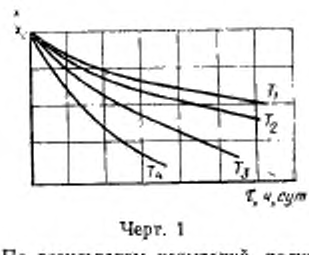
$$\frac{dX}{d\tau} = -K(X - X_{пред}) \text{ или } X(\tau) = X_{пред} + (X_0 - X_{пред})\exp(-K\tau), \quad (1)$$

где X_0, $X_{пред}$ — соответственно исходное и предельное значения показателя,

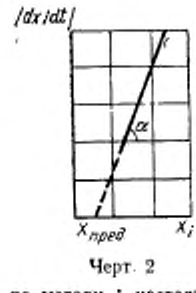
X, $X(\tau)$ — значения показателя в момент времени τ;

K — константа скорости процесса.

Для проверки правомерности применения уравнения (1) и определения значений K и $X_{пред}$ при каждой температуре, результаты испытаний обрабатывают в соответствии с требованиями, изложенными ниже.



Черт. 1



Черт. 2

1.1. По результатам испытаний, полученным по методу I настоящего стандарта при температурах T_1, T_2, T_3, ..., T_n, где $n \geqslant 4$, строят кривые кинетической зависимости X от τ, как показано на черт. 1.

1.2. Способом графического дифференцирования, приведенным в справочном приложении 8, определяют значения производных $\frac{dX}{d\tau}$ во всем диапазоне изменения показателя X_i при каждой из температур.

1.3. Строят график зависимости $\left|\frac{dX}{d\tau}\right|$ от X_i для каждой из температур. Линейность графиков, не проходящих через начало координат, является критерием правомерности описания полученных кинетических кривых уравнением (1)

Примечание. Здесь и далее по тексту графики зависимостей строят методом наименьших квадратов.

1.4. Экстраполируют график зависимости $\left|\frac{dX}{d\tau}\right|$ от X на значение $\frac{dX}{d\tau} = 0$, как показано на черт. 2, и определяют $X_{пред}$ по отрезку, отсекаемому этой

прямой на оси абсцисс; константу K — по тангенсу угла наклона ($\mathrm{tg}\,\alpha$). Если значения $X_{\text{пред}}$, определенные для всех температур, изменяются незакономерно и отличаются друг от друга не более, чем на величину максимальной относительной ошибки среднего арифметического значения показателя, то вычисляют значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ по формуле

$$\overline{X}_{\text{пред}} = \frac{\sum_{i=1}^{n} X_{\text{пред}T_i}}{n},$$

где $X_{\text{пред}T_i}$ — предельное значение показателя при T_i;

n — число температур старения.

Если определение $X_{\text{пред}}$ возможно только при T_{n-1} и T_n, то вычисляют среднее значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ по формуле

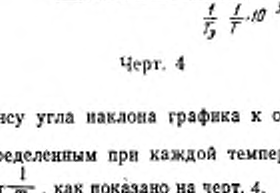
$$\overline{X}_{\text{пред}} = \frac{X_{\text{пред}T_{n-1}} + X_{\text{пред}T_n}}{2}.$$

1.5 Если $X_{\text{пред}}$ определено по результатам испытания при всех температурах, то обработку по пп. 1.1—1.3 не проводят. Вычисляют $\overline{X}_{\text{пред}}$ по п. 1.4.

Строят график зависимости $\ln\frac{X-\overline{X}_{\text{пред}}}{X_0-\overline{X}_{\text{пред}}}$ от τ, как показано на черт. 3.



Черт. 3



Черт. 4

Константу K определяют по тангенсу угла наклона графика к оси абсцисс ($K=\mathrm{tg}\alpha$).

1.6. По значениям констант K, определенным при каждой температуре старения, строят график зависимости $\ln K$ от $\frac{1}{T}$, как показано на черт. 4.

1.7. Определяют тангенс угла наклона графика к оси абсцисс ($\mathrm{tg}\,\alpha$) и вычисляют коэффициент E по формуле

$$E=R\cdot\mathrm{tg}\alpha.$$

1.8 Экстраполируют график зависимости $\ln K$ от $\frac{1}{T}$ на эквивалентную температуру $T_э$, установленную по коэффициенту E, вычисленному по п. 1.6, для заданных условий хранения в соответствии с обязательным приложением 5 и определяют значение константы скорости процесса $K_{T_э}$ при $T_э$, как показано на черт. 4.

1.9. Подставляя полученные значения $K_{T_э}$ и $\overline{X}_{пред}$ в уравнение (1), вычисляют значения X_i для заданных значений τ_i. Строят график зависимости X_i от $\frac{\tau_i}{1,5}$ (кривую прогноза).

1.10. По кривой прогноза определяют значение показателя после заданной продолжительности хранения или по заданному значению показателя определяют продолжительность хранения.

2. Если не выполняются условия п. 1.3, то кинетические кривые зависимости X от τ описывают уравнением γ_1-го порядка типа

$$X(\tau)=X_{пред}+A\left[(\gamma_1-1)K\tau+|X_0-X_{пред}|^{1-\gamma_1}\right]^{\frac{1}{1-\gamma_1}}, \qquad (2)$$

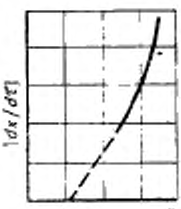
где

$$A=\begin{cases}1, & \text{если } X_0>X_{пред}\\ -1, & \text{если } X_0<X_{пред}\end{cases}$$

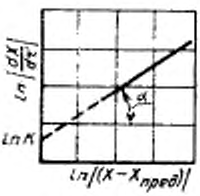
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1. Обработку проводят в соответствии с требованиями пп. 1.1—1.2.

2.2. Строят график зависимости $\left|\frac{dX}{d\tau}\right|$ от X для каждой из температур, экстраполируя последний линейный участок каждого из графиков на значение $\left|\frac{dX}{d\tau}\right|=0$ находят $X_{пред}$, как показано на черт. 5. Определяют значение $\overline{X}_{пред}$ в соответствии с п. 1.4.



Черт. 5



Черт. 6

2.3. Строят график зависимости $\ln\left|\frac{dX}{d\tau}\right|$ от $\ln|(X-\overline{X}_{пред})|$, как показано на черт. 6. Константу K определяют по отрезку, отсекаемому на оси ординат, а значение η — по тангенсу угла наклона графика к оси абсцисс.

Линейность графика и независимость η от температуры являются критериями правомерности применения уравнения (2).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Прогнозирование изменения показателя проводят с применением уравнения (2) в соответствии с требованиями пп. 1.6—1.10.

3. Обработка результатов испытаний для обратимых процессов первого порядка в случае, если предельное значение показателя $X_{пред}$ зависит от температуры, как показано на черт. 7.

3.1. Описывают кинетические кривые зависимости X от τ уравнением (1) при $K=K_1+K_2$ и $X_{пред}=X_0\cdot\frac{K_2}{K_1+K_2}$, где K_1 и K_2 — соответственно константы скоростей прямой и обратной стадий процесса, X_0 — исходное значение показателя.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

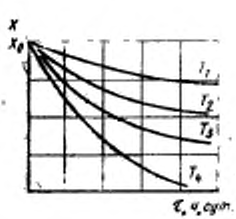
3.2. Значения K и $X_{пред}$ устанавливают в соответствии с пп. 1.1—1.5. По значениям $X_{пред}$ и K вычисляют значения K_1 и K_2 для каждой температуры испытаний по формулам:

$$K_1=K-K_2,$$

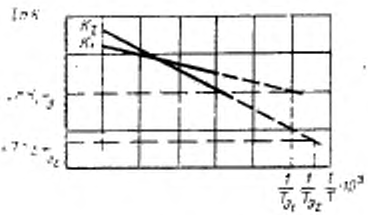
$$K_2=\frac{X_{пред}}{X_0}\cdot K.$$

Признаком обратимых процессов при монотонном изменении показателя являются линейность графиков зависимости $\frac{dX}{d\tau}$ от X и зависимость $X_{пред}$ от температуры.

3.3. По вычисленным для каждой температуры значениям K_1 и K_2 строят графики зависимости $\ln K_1$ от $\frac{1}{T}$ и $\ln K_2$ от $\frac{1}{T}$, как показано на черт. 8.



Черт. 7



Черт. 8

3.4. Определив тангенсы углов наклона графиков к оси абсцисс, вычисляют коэффициенты E_1 и E_2 соответственно для прямой и обратной стадий процесса по формулам:

$$E_1=R\cdot\operatorname{tg}\alpha_1,$$

$$E_2=R\cdot\operatorname{tg}\alpha_2.$$

3.5. По вычисленным значениям E_1 и E_2 и обязательному приложению 5 определяют эквивалентные температуры $T_{э1}$ и $T_{э2}$ для заданных условий хранения.

3.6. Экстраполируют графики зависимости $\ln K_1$ от $\frac{1}{T}$ и $\ln K_2$ от $\frac{1}{T}$ соответственно на $T_{э1}$ и $T_{э2}$, определяют $\ln K_{1T_{э1}}$ и $\ln K_{2T_{э2}}$, как показано на черт. 8, и вычисляют $K_{1T_{э1}}$ и $K_{2T_{э2}}$.

3.7. Определяют $K_{T_э}$ и $X_{пред}$ по формулам:

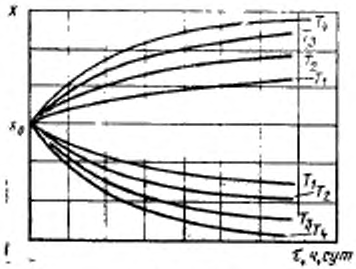
$$K_{T_э} = K_{1T_{э1}} + K_{2T_{э2}},$$

$$X_{предT_э} = X_0 \cdot \frac{K_{2T_{э2}}}{K_{1T_{э1}} + K_{2T_{э2}}}.$$

Используя уравнение (1) в соответствии с требованиями пп 1.9—1.10, строят кривую прогноза и проводят прогнозирование.

4. Обработка результатов испытаний в случае двух неконкурирующих процессов первого порядка.

4.1. По результатам испытаний, полученным по методу 1 настоящего стандарта, в соответствии с требованиями п. 1.1, для каждой температуры испытаний строят кинетические кривые зависимости изменения показателя от продолжительности старения, как показано на черт. 9.



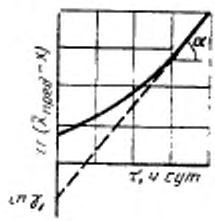
Черт. 9

4.2. Кинетические кривые описывают уравнением первого порядка типа

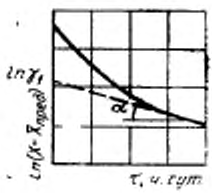
$$X_{(\tau)} = X_{пред} \pm \gamma_1 \exp(-K_1\tau) \pm \gamma_2 \exp(-K_2\tau). \qquad (3)$$

Знаки при коэффициентах γ_1 и γ_2 должны совпадать.

4.3. Значение $X_{пред}$ определяют в соответствии с требованиями п. 2.2. Значение $\overline{X}_{пред}$ определяют в соответствии с требованиями п. 1.4.



Черт. 10



Черт. 11

4.4. Строят графики зависимости $\ln(\overline{X}_{пред}-X)$ от τ, если $X(\tau)<\overline{X}_{пред}$, как показано на черт. 10, или $\ln(X-\overline{X}_{пред})$ от τ, если $X(\tau)>\overline{X}_{пред}$, как показано на черт. 11; экстраполируют конечный линейный участок графика на оси ординат и находят $\ln\gamma_1$, как отрезок, отсекаемый на этой оси. Константу K_1 определяют по тангенсу угла наклона линейного участка к оси абсцисс.

4.5. Для каждой температуры вычисляют вспомогательные функции

$$(Z\tau)-X(\tau)-\overline{X}_{пред}-\gamma_1\exp(-K_1\tau), \quad \text{если } X(\tau)>\overline{X}_{пред},$$

$$Z(\tau)=\overline{X}_{пред}-X(\tau)-\gamma_1\exp(-K_1\tau), \quad \text{если } X(\tau)<\overline{X}_{пред}.$$

4.6. Строят график зависимости $\ln Z$ от τ, как показано на черт. 12, и определяют $\ln\gamma_2$ по отрезку, отсекаемому на оси ординат, а K_2 — по тангенсу угла наклона графика к оси абсцисс.

4.7. В том случае, когда X_0 определено как среднее арифметическое значение по результатам испытаний не менее тридцати образцов, значение γ_2 вычисляют по уравнениям:

$$\gamma_2=X_0-\overline{X}_{пред}-\gamma_1, \text{ если } X(\tau)>\overline{X}_{пред};$$

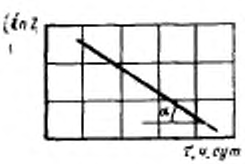
$$\gamma_2=\overline{X}_{пред}-X_0-\gamma_1, \text{ если } X(\tau)<\overline{X}_{пред}.$$

Вычисляют вспомогательные функции

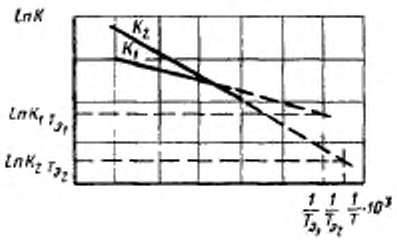
$$Z(\tau)=\frac{1}{\gamma_2}\left[X(\tau)-\overline{X}_{пред}-\gamma_1\exp\cdot(-K_1\tau)\right], \text{ если } X(\tau)>\overline{X}_{пред}$$

или $$Z(\tau)=\frac{1}{\gamma_2}\left[-X(\tau)+\overline{X}_{пред}-\gamma_1\exp(-K_1\tau)\right], \text{ если } X(\tau)<\overline{X}_{пред}.$$

Строят график зависимости $\ln Z(\tau)$ от τ и определяют константу K_2 по тангенсу угла наклона графика к оси абсцисс.



Черт. 12



Черт. 13

4.8. Строят графики зависимостей $\ln K_1$ от $\frac{1}{T}$ и $\ln K_2$ от $\frac{1}{T}$, как показано на черт. 13. Определяют тангенсы углов наклона этих графиков к оси абсцисс и вычисляют коэффициенты E_1 и E_2 по формулам:

$$E_1=R\cdot\operatorname{tg}\alpha_1,$$

$$E_2=R\cdot\operatorname{tg}\alpha_2.$$

4.9. По значениям E_1 и E_2 и обязательному приложению 5 для заданных условий хранения определяют $T_{э1}$ и $T_{э2}$. Экстраполируют графики, приведен-

ные на черт. 13, на температуры $T_{э1}$ и $T_{э2}$ и определяют $K_{1T_{э1}}$ и $K_{2T_{э2}}$ по значениям $\ln K_{1T_{э1}}$ и $\ln K_{2T_{э2}}$.

4.10. Если коэффициенты γ_1 и γ_2 незакономерно изменяются от температуры, то вычисляют средние значения $\overline{\gamma_1}$ и $\overline{\gamma_2}$.

В случае закономерного изменения γ_i от температуры зависимость γ_i от T описывают обратным полиномом второй степени в соответствии с рекомендуемым приложением 6, заменяя параметр X на γ_i, а параметр τ на T и определяют значения γ_1 и γ_2 при эквивалентных температурах $T_{э1}$ и $T_{э2}$.

4.11. Используя полученные значения $\overline{X}_{пред}$, γ_1, γ_2, $K_{1T_{э1}}$, $K_{2T_{э2}}$ и уравнение (3), строят кривую прогноза и проводят прогнозирование в соответствии с требованиями пп. 1.9—1.10.

5. Способ обработки результатов испытаний при получении кинетических кривых, имеющих экстремумы.

5.1. По результатам испытаний, полученным по методу 1 настоящего стандарта, в соответствии с требованиями п. 1.1 строят кинетические кривые.

5.2. Описывают кинетические кривые уравнением первого порядка типа

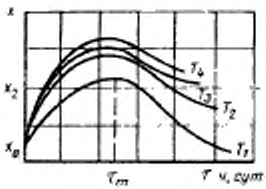
$$X(\tau)=\gamma_1\exp(-K_1\tau)-\gamma_2\exp(-K_2\tau)+\overline{X}_{пред}, \qquad (4)$$

где γ_1 и γ_2 — коэффициенты;

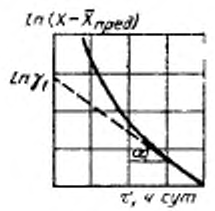
K_1 и K_2 — константы скоростей процессов.

5.3. Значение $\overline{X}_{пред}$ определяют в соответствии с требованиями п. 2.2. Значение $\overline{X}_{пред}$ определяют по п. 1.4.

5.4. При наличии максимума на кинетических кривых, как показано на черт. 14, строят график зависимости $\ln(X-\overline{X}_{пред})$ от τ, как показано на черт. 15, при $\tau>\tau_m$, и по линейному участку графика определяют $\ln\gamma_1$ по отрезку, отсекаемому на оси ординат, а K_1 — по тангенсу угла наклона графика к оси абсцисс.



Черт. 14



Черт. 15

5.4.1. Вычисляют вспомогательную функцию

$$Z(\tau)=\gamma_1\exp(-K_1\tau)+\overline{X}_{пред}-X(\tau)$$

в диапазоне испытаний от $\tau=0$ до τ_m для каждой температуры.

5.4.2. Строят график зависимости $\ln Z(\tau)$ от τ, как показано на черт. 16, и по отрезку, отсекаемому прямой на оси ординат, определяют $\ln\gamma_2$, а по тангенсу угла наклона прямой к оси абсцисс — константу K_2.

5.5. При наличии минимума на кинетических кривых, как показано на черт. 17, строят график зависимости $\ln(\overline{X}_{пред}-X)$ от τ, при $\tau>\tau_m$. Экстраполируют линейный участок графика на ось ординат и определяют $\ln\gamma_2$ по отрезку, отсекаемому на этой оси. Константу K_2 определяют по тангенсу угла наклона линейного участка к оси абсцисс.

5.5.1. Вычисляют вспомогательную функцию

$$Z(\tau)=\gamma_2\exp(-K_2\tau)-\overline{X}_{\text{пред}}+X(\tau)$$

в диапазоне испытаний от $\tau=0$ до τ_m.

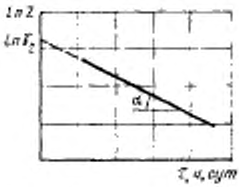
5.5.2. Строят график зависимости $\ln Z(\tau)$ от τ.

По отрезку, отсекаемому прямой на оси ординат, определяют $\ln\gamma_1$; по тангенсу угла наклона прямой к оси абсцисс — K_1.

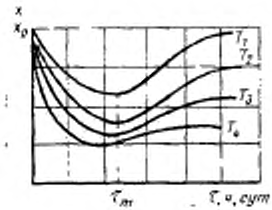
5.6. Если X_0 определено как среднее арифметическое значение по результатам испытаний не менее тридцати образцов, то при наличии максимума на кривых значения γ_1 и K_1 определяют в соответствии с требованиями п. 5.4; значение γ_2 вычисляют при $\tau=0$ по уравнению

$$\gamma_2=\overline{X}_{\text{пред}}-X(\tau)+\gamma_1, \qquad (5)$$

значение K_2 — по тангенсу угла наклона графика зависимости $\ln Z(\tau)$ от τ к оси абсцисс, где $Z(\tau)=\frac{1}{\gamma_2}[\gamma_1\exp(-K_1\tau)+\overline{X}_{\text{пред}}-X(\tau)]$.



Черт. 16



Черт. 17

При наличии минимума на кривых значения γ_2 и K_2 определяют в соответствии с требованиями п. 5.5.

Значение γ_1 определяют по уравнению (5) при $\tau=0$. Значение K_1 — определяют по тангенсу угла наклона графика зависимости $\ln Z(\tau)$ от τ к оси абсцисс, где $Z(\tau)=\frac{1}{\gamma_1}[\gamma_2\exp(-K_2\tau)+X(\tau)-\overline{X}_{\text{пред}}]$.

5.7. Определяют $K_{1T_{э1}}$, $K_{2T_{э2}}$, γ_1 и γ_2 при $T_{э1}$ и $T_{э2}$ в соответствии с требованиями пп. 4.8—4.10 и используя уравнение (4), строят кривую прогноза и проводят прогнозирование в соответствии с требованиями пп. 1.9—1.10.

6. Обработка результатов испытаний, если зависимости X от τ представляют собой S-образные кинетические кривые.

S-образные кинетические кривые описывают уравнением Колмогорова—Ерофеева или уравнением автокаталитических процессов.

6.1. Обработка результатов испытаний с применением уравнения Колмогорова—Ерофеева вида

$$X(\tau)=X_{\text{пред}}-(X_0-X_{\text{пред}})\exp(-K\tau^{\lambda}). \qquad (6)$$

6.1.1. По результатам испытаний, полученным по методу 1 настоящего стандарта, строят кинетические кривые, как показано на черт. 18.

6.1.2. Значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ определяют в соответствии с требованиями пп. 1.1—1.5.

6.1.3. Строят график зависимости $\ln\ln\frac{X_0-\overline{X}_{\text{пред}}}{X-\overline{X}_{\text{пред}}}$ от $\ln\tau$.

При правомерности описания кинетических кривых уравнением (6) экспериментальные точки в указанных координатах должны укладываться на прямую, как показано на черт. 19.

6.1.4. Значения $\ln K$ для каждой из температур испытаний определяют по отрезку, отсекаемому графиком на оси ординат, как показано на черт. 19, а коэффициент λ — по тангенсу угла наклона прямой к оси абсцисс.

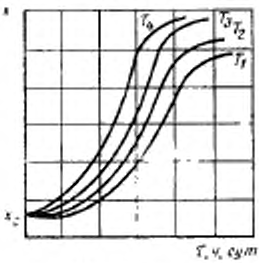
6.1.5. Если значения коэффициента λ_i незакономерно изменяются при различных T_i, то вычисляют $\lambda_{ср}$ по формуле

$$\lambda_{ср}=\frac{\lambda_{T_1}+\lambda_{T_2}+\ldots+\lambda_{T_n}}{n},$$

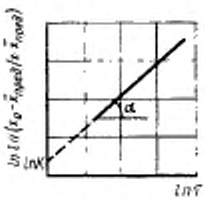
где n — число температур испытаний.

Для определения значения K_{T_3} проводят обработку в соответствии с требованиями пп. 1.6—1.8.

6.1.6. Используя значения $\overline{X}_{пред}$, K_{T_3} и $\lambda_{ср}$, описывают кривую прогноза уравнением (6) и проводят прогнозирование в соответствии с требованиями пп. 1.9—1.10.



Черт. 18



Черт. 19

6.1.7. Установление закономерной зависимости λ от T является критерием неправомерности применения уравнения (6).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2—6.2.7. **(Исключены, Изм. № 1).**

7. Обработка результатов испытаний экспоненциальным полиномом.

7.1. В случае, если ни одно из приведенных в разд. 1—6 уравнений не пригодно для описания результатов испытаний, то их обработку проводят с помощью экспоненциального полинома вида

$$X(\tau)=X_{пред}+\sum_{i=1}^{n}\gamma_i\exp(-K_i\tau). \qquad (8)$$

7.2. Значение $X_{пред}$ для каждой температуры определяют в соответствии с п. 2.2.

7.3. Значение $\overline{X}_{пред}$ находят в соответствии с п. 1.4.

7.4 Для каждой температуры испытаний вычисляют вспомогательные функции

$$Z_n(\tau)=X(\tau)-\overline{X}_{пред}-\sum_{i=1}^{n}\gamma_i\exp(-K_i\tau)$$

в соответствии с требованиями, изложенными ниже.

7.4.1. Вычисляют вспомогательную функцию $Z_1(\tau)=X(\tau)-\overline{X}_{пред}$ для каждой температуры. Строят график зависимости $\ln|Z_1(\tau)|$ от τ. Экстраполируя линейный участок графика на ось ординат, определяют $\ln|\gamma_1|$, как отрезок, отсекаемый на этой оси; константу K_1 определяют по тангенсу угла наклона линейного участка графика к оси абсцисс.

7.4.2. Вычисляют вспомогательную функцию

$$Z_2(\tau)=X(\tau)-\overline{X}_{пред}-\gamma_1\exp(-K_1\tau)$$

и строят график зависимости $\ln|Z_2(\tau)|$ от τ.

Константу K_2 и $\ln|\gamma_2|$ определяют как указано в п. 7.4.1.

7.4.3. Вычисления функции $Z_n(\tau)$ повторяют до получения линейной зависимости $\ln|Z_n(\tau)|$ от τ при всех значениях τ. Знак γ_i выбирают из условия соответствия знаку функции $Z_n(\tau)$.

7.5. Строят графики зависимостей $\ln K_i$ от $\frac{1}{T_j}$. Определив тангенсы углов наклонов графиков к оси абсцисс, вычисляют коэффициенты E_i по формуле:

$$E_i=R\cdot tg\varphi_i.$$

7.6. По значению E_i для заданных условий хранения определяют температуры $T_{э_i}$ в соответствии с требованиями обязательного приложения 5.

7.7. Экстраполируют графики, полученные по п. 7.5, на температуры $T_{э_i}$ и определяют $K_{iT_{э_i}}$ для каждой стадии процесса.

7.8. Значения γ_i уточняют в соответствии с требованиями п. 4.10.

7.9. Используя значения $\overline{X}_{пред}$; $K_{iT_э}$, $\gamma_{iT_э}$, описывают кривую прогноза уравнением (8) и проводят прогнозирование в соответствии с пп. 1.9—1.10.

8. Алгоритм обработки на ЭВМ результатов испытаний по методу 1

При выборе кинетического уравнения для аппроксимации результатов ускоренных испытаний по методу 1 необходимо исходить из знаний о физико-химической природе исследуемого полимерного материала и вида локальных кривых, построенных по результатам испытаний.

8.1. Экспериментальные данные изменения показателя от продолжительности старения при каждой температуре испытаний описывают обратным полиномом второй степени в соответствии с приложением 6. При этом общий средний исходный показатель для всех температур $\overline{X}_0$ вычисляют по формуле

$$\overline{X}_0=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}(a_{0i}+a_{1i}+a_{2i})}{n}, \qquad (1)$$

где a_{0i}, a_{1i}, a_{2i} — коэффициенты обратных полиномов 2-й степени для i-й температуры испытаний.

8.2. Зависимость изменения рассчитанных по п. 8.1 значений показателя $\overline{X}(\tau_{ij})_{расч}$ от продолжительности испытаний при каждой температуре описывают кинетическим уравнением 1-го порядка вида

$$\overline{X}(\tau_{ij})_{расч}=\overline{X}_{пред}+(\overline{X}_0-\overline{X}_{пред})\exp(-K_i\tau_{ij}), \qquad (2)$$

где $\overline{X}_0$, $\overline{X}_{пред}$ — соответственно исходное и предельное средние значения показателя;

$K_i=K_0\exp\left(\frac{E}{RT_i}\right)$ — константа скорости процесса;

K_0 — предэкспонента;

i — порядковый номер температуры испытаний, $i=1, 2, 3, ..., n$;

n — число температур испытаний;

j — порядковый номер съема, $j=1, 2, 3, ..., m_i$, где m_i — число съемов при каждой температуре испытаний.

8.2.1 Уравнение (2) для $\overline{X}_{\text{пред}}=0$ приводится к виду

$$\overline{X}(\tau_{ij})=\overline{X}_0\exp(-K_i\tau_{ij}). \tag{3}$$

8.2.2. Если $X_{\text{пред}}$ не достигается в процессе испытаний при всех температурах, вычисляют производные обратного полинома второй степени, использованного по п. 8.1 для каждой температуры, по формуле

$$\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}=-\frac{a_{1i}}{(\tau_{ij}+1)^2}-\frac{2a_{2i}}{(\tau_{ij}+1)^3}, \tag{4}$$

где a_{1i} и a_{2i} — коэффициенты уравнений, полученные по п. 8.1.

8.2.3. Зависимость $\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|$ от $\overline{X}(\tau_{ij})$ описывают линейным уравнением вида

$$\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|=g_{2i}+h_{2i}\cdot\overline{X}(\tau_{ij}). \tag{5}$$

8.2.4. Коэффициенты уравнения (5) вычисляют методом наименьших квадратов

$$g_{2i}=\frac{\sum\limits_{j=1}^{m_i}\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})^2-\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})^2-\left[\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\right]^2}; \tag{6}$$

$$h_{2i}=\frac{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\sum\limits_{j=1}^{m_i}\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})^2-\left[\sum\limits_{j=1}^{m_i}X(\tau_{ij})\right]^2}. \tag{7}$$

8.2.5. Параметры уравнения (2) $X_{\text{пред}_i}$ и K_i для каждой из температур определяют из соотношений:

$$X_{\text{пред}_i}=-\frac{g_{2i}}{h_{2i}}; \tag{8}$$

$$K_i=|h_{2i}|. \tag{9}$$

8.2.6. Вычисляют среднее значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ для всех температур по формуле

$$\overline{X}_{\text{пред}}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}X_{\text{пред}_i}}{n}, \tag{10}$$

где $X_{\text{пред}_i}$ — предельный показатель при каждой из температур испытаний T_i;

n — число температур испытаний.

Если вычисленное значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ меньше 5 % исходного $\overline{X}_0$ значения показателя, $\overline{X}_{\text{пред}}$ принимают (считают) равным нулю.

8.2.7. Зависимость $\ln K_i$ от $\frac{1}{T_i}$ для каждой температуры описывают линейным уравнением вида

$$\ln K_i = g_3 + h_3 \cdot \frac{1}{T_i}. \qquad (11)$$

8.2.8. Коэффициенты уравнения (11) вычисляют методом наименьших квадратов:

$$g_3 = \frac{\sum\limits_{i=1}^{n} \ln K_i \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \ln K_i}{n \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum\limits_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2}; \qquad (12)$$

$$h_3 = \frac{n \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \ln K_i - \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \sum\limits_{i=1}^{n} \ln K_i}{n \sum\limits_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum\limits_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2}. \qquad (13)$$

8.2.9. Коэффициент температурной зависимости процесса E и предэкспоненту K_0 уравнения 2 вычисляют по соотношениям:

$$E = R \cdot h_3; \qquad (14)$$

$$K_0 = \exp g_3. \qquad (15)$$

8.2.10. Рассчитывают показатель $\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}$ по уравнению (2), используя полученные параметры $\overline{X}_{\text{пред}}$ и $K_i = K_0 \exp\left(-\frac{E}{RT_i}\right)$.

8.2.11. Среднюю квадратичную ошибку аппроксимации (D_3) экспериментальных данных уравнением (2) при всех температурах вычисляют по формуле

$$D_3 = \sqrt{\frac{\sum\limits_{i=1}^{n} \sum\limits_{j=1}^{m_i} (\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}} - \overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}})^2}{L-3}}, \qquad (16)$$

где $L = \sum\limits_{i=1}^{n} m_i$ — общее число съемов при всех температурах.

8.3. Зависимость изменения показателя $\overline{X}(\tau_{ij})$ от продолжительности испытаний при каждой из температур, обработанная обратным полиномом 2-й степени по п. 8.1, описывают кинетическим уравнением (2) при $K_i = K_{1i} + K_{2i}$, $X_{\text{пред}_i} = \frac{\overline{X}_0 K_{2i}}{K_i}$, где K_{1i} и K_{2i} — константы скоростей прямой и обратной стадий процесса соответственно. При этом уравнение (2) принимает вид

$$\overline{X}(\tau) = X_{\text{пред}_i} + (\overline{X}_0 - X_{\text{пред}_i}) \exp[-(K_{1i} + K_{2i})\tau_{ij}]. \qquad (17)$$

8.3.1. Значения K_i и $X_{\text{пред}_i}$ для каждой из температур устанавливают в соответствии с пп. 8.2.2—8.2.5.

8.3.2. Вычисляют K_{1i} и K_{2i} для каждой из температур по соотношениям:

$$K_{2i} = \frac{X_{\text{пред}_i} \cdot K_i}{\overline{X}_0}; \qquad (18)$$

$$K_{1i}=K_i-K_{2i}. \tag{19}$$

8.3.3. Зависимость $\ln K_{1i}$ и $\ln K_{2i}$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейным уравнением вида

$$\ln K_{1i}=g_4+h_4\cdot\frac{1}{T_i}. \tag{20}$$

$$\ln K_{2i}=g_5+h_5\cdot\frac{1}{T_i}. \tag{21}$$

8.3.4. Коэффициенты h_4, h_5, g_4 и g_5 уравнений (20 и 21) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_4=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{22}$$

$$h_4=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{23}$$

$$g_5=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{2i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{24}$$

$$h_5=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{2i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}. \tag{25}$$

8.3.5. Коэффициенты температурной зависимости прямой и обратной стадий процесса E_1 и E_2, а также предэкспоненты K_{01} и K_{02} определяют из соотношений:

$$E_1=Rh_4; \tag{26}$$

$$E_2=R\cdot h_5; \tag{27}$$

$$K_{01}=\exp g_4; \tag{28}$$

$$K_{02}=\exp g_5. \tag{29}$$

8.3.6. Значения $X_{\text{прел}_{ij}}$, $K_{1i}=K_{01}\exp\left(-\frac{E_1}{RT_i}\right)$ и $K_{2i}=K_{02}\exp\left(-\frac{E_2}{RT_i}\right)$, определенные для каждой температуры по п. 8.3.1, подставляют в уравнение (17) и вычисляют $\overline{X(\tau_{ij})}_{\text{расч}}$ для каждого съема при каждой температуре.

8.3.7. Среднюю квадратичную ошибку аппроксимации результатов испытаний уравнением (17) при всех температурах вычисляют по формуле

$$D_2=\sqrt{\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\left(\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}}-\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}\right)^2}{L-5}}. \tag{30}$$

8.4. Зависимость изменения показателя $\overline{X}(\tau_{ij})$ от продолжительности испытаний при каждой из температур, обработанная по п. 8.1, описывают уравнением η — порядка вида

$$\overline{X}(\tau_{ij})=\overline{X}_{\text{пред}}\pm[(\overline{\tau}_i-1)K_i\tau_{ij}+|\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{пред}}|^{1-\eta_i}]^{\frac{1}{1-\eta_i}}. \quad (31)$$

Если $\overline{X}_{\text{пред}}<\overline{X}_0$, то в формуле (31) перед скобкой ставят знак «—», если $\overline{X}_{\text{пред}}>\overline{X}_0$, то перед скобкой ставят знак «+».

8.4.1. Вычисляют предельное значение показателя $X_{\text{пред}_i}$ для каждой температуры с использованием уравнения обратного полинома 2-й степени в соответствии с приложением 6 из соотношения

$$X_{\text{пред}_i}=a_{0i}, \quad (32)$$

где a_{0i} — коэффициенты обратного полинома 2-й степени для каждой из температур по п. 8.1.

8.4.2. Вычисляют среднее значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ по формуле

$$\overline{X}_{\text{пред}}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}X_{\text{пред}_i}}{n}. \quad (33)$$

8.4.3. Зависимость $\ln\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|$ от $\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|$ для каждой из температур описывают линейным уравнением вида:

$$\ln\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|=g_{0i}+h_{0i}\cdot\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|. \quad (34)$$

8.4.4. Коэффициенты уравнения (34) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{0i}=\frac{\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}(\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|)^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|\right)^2} \quad (35)$$

$$h_{0i}=\frac{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|\ln\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln\left|\frac{dX(\tau_{ij})}{d\tau}\right|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}(\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|)^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|\right)^2} \quad (36)$$

8.4.5. Параметры уравнения (31) K_i и η_i при каждой из температур определяют из соотношений:

$$K_i = |g_{6i}|; \tag{37}$$

$$\gamma_i = h_{6i}. \tag{38}$$

8.4.6. Среднее значение параметра η определяют по формуле

$$\overline{\gamma} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \gamma_i}{n}. \tag{39}$$

8.4.7. Зависимость $\ln K_i$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейным уравнением вида:

$$\ln K_i = g_7 + h_7 \cdot \frac{1}{T_i}. \tag{40}$$

8.4.8. Коэффициенты уравнения (40) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_7 = \frac{\sum_{i=1}^{n} \ln K_i \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \ln K_i}{n \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{41}$$

$$h_7 = \frac{n \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \ln K_i - \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \sum_{i=1}^{n} \ln K_i}{n \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2}. \tag{42}$$

8.4.9. Коэффициент E процесса и предэкспоненту K_0 определяют из соотношений:

$$E = R \cdot h_7; \tag{43}$$

$$K_0 = \exp g_7. \tag{44}$$

8.4.10. Вычисляют показатель $\overline{X}(\tau_{ij})$ по уравнению 31, используя полученные параметры $\overline{X}_0$, $\overline{X}_{пред}$, $\overline{\eta}$ и $K_i = K_0 \exp\left(-\frac{E}{RT_i}\right)$.

8.4.11. Среднюю квадратичную ошибку аппроксимации результатов испытаний уравнением (31) при всех температурах вычисляют по формуле

$$D_8 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \sum_{j=1}^{m_i} (\overline{X}(\tau_{ij})_{эксп} - \overline{X}(\tau_{ij})_{расч})^2}{L-4}}. \tag{45}$$

8.5. Зависимости изменения показателей $\overline{X}(\tau_{ij})_{расч}$ от продолжительности испытаний при каждой из температур, обработанные по п. 8.1, описывают кинетическим уравнением вида:

$$\overline{X}(\tau_{ij}) = \overline{X}_{пред} \pm \overline{\gamma}_1 \exp(-K_{1i}\tau_{ij}) \pm \gamma_2 \exp(-K_{2i}\tau_{ij}). \tag{46}$$

Знаки при коэффициентах $\overline{\gamma}_1$ и $\overline{\gamma}_2$ должны совпадать. Если $\overline{X}_{пред} < \overline{X}_0$, ставят знак «+», $\overline{X}_{пред} > \overline{X}_0$ — знак «—».

8.5.1. Предельные значения показателей для каждой из температур $X_{\text{пред}\,i}$ определяют в соответствии с п. 8.4.1, а среднее значение $\overline{X}_{\text{пред}\,i}$ — в соответствии с п. 8.4.2.

8.5.2. Вычисляют производную $\frac{d(\ln|\overline{X}_{\text{пред}\,i}-\overline{X}(\tau_{ij})|)}{d\tau}$ для продолжительности испытаний τ_{mi}, соответствующей последнему съему при каждой из температур по формуле

$$\frac{d(\ln|\overline{X}_{\text{пред}}-\overline{X}(\tau_{ij})|)}{d\tau}=-\frac{a_{1i}(\tau_{m_i}+1)+2a_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)[(\overline{X}_{\text{пред}}-a_{0i})(\tau_{m_i}+1)^2-a_{1i}(\tau_{m_i}+1)-a_{2i}]}, \quad (47)$$

где a_{0i}, a_{1i}, a_{2i} — коэффициенты обратных полиномов 2-й степени по п. 8.1.

8.5.3. Вычисляют коэффициенты K_{1i} и γ_{1i} уравнения (47) для каждой из температур испытаний по формулам:

$$K_{1i}=\frac{a_{1i}(\tau_{m_i}+1)+2a_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)[(\overline{X}_{\text{пред}}-a_{0i})(\tau_{m_i}+1)^2-a_{1i}(\tau_{m_i}+1)-a_{2i}]}; \quad (48)$$

$$\gamma_{1i}=\exp(-K_{1i}\tau_{m_i})\left|\overline{X}_{\text{пред}}-a_{0i}-\frac{a_{1i}}{\tau_{m_i}+1}-\frac{a_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)^2}\right|, \quad (49)$$

где a_{0i}, a_{1i}, a_{2i} — по п. 8.5.2.

8.5.4. Для каждой температуры испытаний вычисляют вспомогательную функцию $Z(\tau_{ij})$ по формуле

$$Z(\tau_{ij})=|\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}|-\gamma_{1i}\exp(-K_{1i}\tau_{ij}). \quad (50)$$

8.5.5. Зависимость $\ln|Z(\tau_{ij})|$ от продолжительности испытаний τ_{ij} при каждой температуре описывают линейным уравнением вида:

$$\ln|Z(\tau_{ij})|=g_{0i}+h_{0i}\cdot\tau_{ij}. \quad (51)$$

8.5.6. Коэффициенты уравнения (51) рассчитывают методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{0i}=\frac{\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\cdot\ln|Z(\tau_{ij})|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}; \quad (52)$$

$$h_{0i}=\frac{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}. \quad (53)$$

8.5.7. Параметры K_{2i} и γ_{2i} уравнения (46) определяют из соотношений:

$$\gamma_{2i}=\exp g_{0i}; \quad (54)$$

$$K_{2i}=|h_{0i}|. \quad (55)$$

8.5.8. Средние значения $\overline{\gamma_1}$ и $\overline{\gamma_2}$ вычисляют по формулам:

$$\overline{\gamma_1}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\gamma_{1i}}{n}; \tag{56}$$

$$\overline{\gamma_2}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\gamma_{2i}}{n}. \tag{57}$$

8.5.9. Зависимости $\ln K_{1i}$ и $\ln K_{2i}$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейными уравнениями вида:

$$\ln K_{1i}=g_1+h_1\cdot\frac{1}{T_i}. \tag{58}$$

$$\ln K_{2i}=g_{10}+h_{10}\cdot\frac{1}{T_i}. \tag{59}$$

8.5.10. Коэффициенты уравнений (58) и (59) g_1; g_{10}; h_1; h_{10} рассчитывают методом наименьших квадратов по формулам.

$$g_1=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{60}$$

$$h_1=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{61}$$

$$g_{10}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{2i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \tag{62}$$

$$h_{10}=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{2i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}. \tag{63}$$

8.5.11. Коэффициенты E_1 и E_2, а также предэкспоненты K_{01} и K_{02} находят из соотношений:

$$E_1=R\ h_1; \tag{64}$$

$$E_2=R\cdot h_{10}; \tag{65}$$

$$K_{01}=\exp g_1; \tag{66}$$

$$K_{02}=\exp g_{10}. \tag{67}$$

8.5.12. Вычисляют $\overline{X}(\tau_{ij})_{расч}$ по формуле (46), используя значения параметров:

$$K_{1i}=K_{01}\exp\left(-\frac{E_1}{RT_i}\right);\quad K_{2i}=K_{02}\exp\left(\frac{-E_2}{RT_i}\right);\quad \overline{\gamma}_1;\ \overline{\gamma}_2;\ \overline{X}_{пред}.$$

8.5.13. Среднюю квадратичную ошибку аппроксимации результатов испытаний уравнением (46) при всех температурах вычисляют по формуле

$$D_4=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{m_i}(X(\tau_{ij})_{эксп}-\overline{X}(\tau_{ij})_{расч})^2}{L-6}}. \qquad (68)$$

8.6. Экспериментальные данные по изменению показателя ($\overline{X}(\tau_{ij})$) от продолжительности испытаний (τ_{ij}) при каждой из температур группируют в две совокупности: 1 — от исходного показателя до его значения при съеме $m_i/2$; 2 — от значения в съеме $(m_i/2+1)$ до значения в последнем съеме m_i.

Каждую из этих совокупностей описывают обратным полиномом 2-й степени в соответствии с приложением 6.

Продолжительность испытаний, при которой обе совокупности имеют одинаковое значение показателя, вычисляют по формуле

$$\tau_{экстр_i}=\frac{(\delta_{1i}-a_{1i})+\sqrt{(\delta_{1i}-a_{1i})^2-4(a_{0i}-\delta_{0i})(a_{2i}-\delta_{2i})}}{2(a_{0i}-\delta_{0i})}-1, \qquad (69)$$

где a_{0i}, a_{1i}, a_{2i} — коэффициенты обратных полиномов, описывающих первую совокупность при каждой из температур;

δ_{0i}, δ_{1i}, δ_{2i} — коэффициенты обратных полиномов 2-й степени, описывающих вторую совокупность при каждой из температур;

$\overline{X}_0$ — определяют по формуле 1, используя коэффициенты a_{0i}, a_{1i}, a_{2i}.

8.6.1. Зависимости изменения показателя от продолжительности испытаний при каждой из температур, обработанные по п. 8.6, только при $\tau_{экстр}>0$, описывают кинетическим уравнением вида:

$$\overline{X}(\tau_{ij})=\overline{\gamma}_1\exp(-K_{1i}\tau_{ij})-\overline{\gamma}_2\exp(-K_{2i}\tau_{ij})+\overline{X}_{пред}. \qquad (70)$$

8.6.2. Предельное значение показателя $X_{пред_i}$ при каждой температуре с использованием обратного полинома 2-й степени для совокупности 2 в соответствии с приложением 6 вычисляют по формуле

$$X_{пред_i}=\delta_{0i}. \qquad (71)$$

8.6.3. Среднее значение $\overline{X}_{пред}$ определяют в соответствии с п. 8.2.6.

8.6.4. Значение показателя в точке экстремума $\overline{X}(\tau_{экстр})$ вычисляют по формуле

$$\overline{X}(\tau_{экстр})=\frac{\sum_{i=1}^{n}X(\tau_{экстр_i})}{n}, \qquad (72)$$

где $X(\tau_{экстр_i})=a_{0i}+\frac{a_{1i}}{\tau_{экстр_i}+1}+\frac{a_{2i}}{(\tau_{экстр_i}+1)^2}$.

8.6.5. Производную $\frac{d(\ln|\overline{X}_{\text{пред}}-X(\tau_{m_i})|)}{d\tau}$ для совокупности 2 при продолжительности испытаний τ_{m_i}, соответствующей последнему съему при каждой из температур, вычисляют по формуле

$$\frac{d(\ln|\overline{X}_{\text{пред}}-X(\tau_{m_i})|)}{d\tau}=\frac{\delta_{1i}(\tau_{m_i}+1)+2\delta_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)[(\overline{X}_{\text{пред}}-\delta_{0i})(\tau_{m_i}+1)^2-\delta_{1i}(\tau_{m_i}+1)-\delta_{2i}]}. \quad (73)$$

8.6.6. Параметры γ_{1i} и K_{1i} при $\overline{X}_0<\overline{X}(\tau_{\text{экстр}})$ для каждой из температур вычисляют по формулам:

$$K_{1i}=\left|\frac{\delta_{1i}(\tau_{m_i}+1)+2\delta_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)[(\overline{X}_{\text{пред}}-\delta_{0i})(\tau_{m_i}+1)^2-\delta_{1i}(\tau_{m_i}+1)-\delta_{2i}]}\right|; \quad (74)$$

$$\gamma_{1i}=\exp(-K_{1i}\tau_{m_i})\left|\overline{X}_{\text{пред}}-\delta_{0i}-\frac{\delta_{1i}}{\tau_{m_i}+1}-\frac{\delta_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)^2}\right|. \quad (75)$$

8.6.7. Для каждой температуры испытаний в совокупности 1, вспомогательную функцию $Z(\tau_{ij})$ в интервале от $\tau=0$ до $\tau=\tau_{\text{экстр}}$ (точка экстремума) вычисляют по формуле

$$Z(\tau_{ij})=\gamma_{1i}\exp(K_{1i}\tau_{ij})+\overline{X}_{\text{пред}}-\overline{X}(\tau_{ij}). \quad (76)$$

8.6.8. Зависимость $\ln Z(\tau_{ij})$ от продолжительности испытаний τ_{ij} при каждой температуре для совокупности 1 описывают линейным уравнением вида:

$$\ln|Z(\tau_{ij})|=g_{11i}+h_{11i}\tau_{ij}. \quad (77)$$

Коэффициенты уравнения (77) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{11i}=\frac{\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}; \quad (78)$$

$$h_{11i}=\frac{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}. \quad (79)$$

8.6.9. Параметры K_{2i} и γ_{2i} уравнения 70 для каждой температуры определяют из соотношений:

$$K_{2i}=|h_{11i}|; \quad (80)$$

$$\gamma_{2i}=\exp g_{11i}. \quad (81)$$

8.6.10. Параметры γ_{2i} и K_{2i} при $\overline{X}_0>\overline{X}(\tau_{\text{экстр}})$ для каждой из температур для совокупности 2 вычисляют по формулам:

$$K_{2i}=\left|\frac{\delta_{1i}(\tau_{m_i}+1)+2\delta_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)[(\overline{X}_{\text{пред}}-\delta_{0i})(\tau_{m_i}+1)^2-\delta_{1i}(\tau_{m_i}+1)-\delta_{2i}]}\right|; \quad (82)$$

$$\gamma_{2i}=\exp(-K_{2i}\tau_{m_i})\left|\overline{X}_{\text{пред}}-\delta_{0_i}-\frac{\delta_{1i}}{\tau_{m_i}+1}-\frac{\delta_{2i}}{(\tau_{m_i}+1)^2}\right|. \quad (83)$$

8.6.11. Для каждой из температур испытаний в совокупности I вычисляют вспомогательную функцию $Z(\tau_{ij})_I$ в интервале от $\tau=0$ до $\tau=\tau_{\text{экстр}}$ по формуле

$$Z(\tau_{ij})_I=\gamma_{2i}\exp(-K_{2i}\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}+\overline{X}(\tau_{ij}). \quad (84)$$

8.6.12. Зависимость $\ln|Z(\tau_{ij})_I|$ от продолжительности испытаний при каждой температуре описывают линейным уравнением вида:

$$\ln|Z(\tau_{ij})_I|=g_{12i}+h_{12i}\tau_{ij}. \quad (85)$$

Коэффициенты уравнения (85) (g_{12i} и h_{12i}) рассчитывают методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{12i}=\frac{\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})_I|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})_I|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}; \quad (86)$$

$$h_{12i}=\frac{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})_I|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})_I|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}. \quad (87)$$

8.6.13. Значения параметров K_{1i} и γ_1 уравнения (70) для каждой температуры определяют из соотношений:

$$\gamma_{1i}=\exp g_{12i}, \quad (88)$$

$$K_{1i}=|h_{12i}|. \quad (89)$$

8.6.14. Зависимости $\ln K_{1i}$ и $\ln K_{2i}$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейными уравнениями вида:

$$\ln K_{1i}=g_{13}+h_{13}\cdot\frac{1}{T_i}; \quad (90)$$

$$\ln K_{2i}=g_{14}+h_{14}\cdot\frac{1}{T_i}. \quad (91)$$

При этом, если $\overline{X}_0<\overline{X}(\tau_{\text{экстр}})$, то значения K_{1i} и K_{2i} устанавливают по пп. 8.6.6 и 8.6.9, а если $\overline{X}_0>\overline{X}(\tau_{\text{экстр}})$, то значения K_{1i} и K_{2i} устанавливают по пп. 8.6.10 и 8.6.13.

Коэффициенты уравнений (90 и 91) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{13}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \quad (92)$$

$$h_{13}=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \quad (93)$$

$$g_{13}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{2i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \quad (94)$$

$$h_{14}=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{2i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}. \quad (95)$$

8.6.15. Коэффициенты температурной зависимости E_1 и E_2, а также предэкспоненты K_{01} и K_{02} вычисляют из соотношений:

$$E_1=R\cdot h_{13}; \quad (96)$$

$$E_2=R\cdot h_{14}; \quad (97)$$

$$K_{01}=\exp g_{13}; \quad (98)$$

$$K_{02}=\exp g_{14}. \quad (99)$$

8.6.16. Средние значения $\overline{\gamma}_1$ и $\overline{\gamma}_2$ вычисляют по формулам:

$$\overline{\gamma}_1=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\gamma_{1i}}{n}; \quad (100)$$

$$\overline{\gamma}_2=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\gamma_{2i}}{n}. \quad (101)$$

При этом, если $\overline{X}_0<\overline{X}(\tau_{\text{экстр}})$, то значения γ_{1i} и γ_{2i} устанавливают из пп. 8.6.6 и 8.6.9; а если $\overline{X}_0>\overline{X}(\tau_{\text{экстр}})$ — то по пп. 8.6.10 и 8.6.13.

8.6.17. Рассчитывают значения показателя $\overline{X}(\tau_{ij})$ по уравнению (70), используя полученные параметры:

$\overline{\gamma}_1$; $\overline{\gamma}_2$; $\overline{X}_{\text{пред}}$; $K_{1i}=K_{01}\exp\left(-\frac{E_1}{RT_i}\right)$; $K_{2i}=K_{02}\exp\left(-\frac{E_2}{RT_i}\right)$.

8.6.18. Среднюю квадратическую ошибку аппроксимации экспериментальных данных уравнением (70) при всех температурах ускоренных испытаний вычисляют по формуле

$$D_3=\sqrt{\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\sum\limits_{j=1}^{m_i}(\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}}-\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}})^2}{L-6}}. \quad (102)$$

8.7. Экспериментальные данные по изменению показателя $\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}$ от продолжительности испытаний при каждой из температур, начиная со значения $\overline{X}(\tau_{ij})$, соответствующего съему $(m_i/2+1)$, до значения показателя, соответствующего съему m_i, обрабатывают по п. 8.1.

8.7.1. Предельные значения показателя $X_{\text{прел}_i}$ для каждой температуры по уравнению обратного полинома 2-й степени в соответствии с приложением 6 для экспериментальных точек, начиная с $(m_i/2+1)$ до m_i, вычисляют по формуле

$$X_{\text{прел}_i} = \delta_{0i}. \qquad (103)$$

Среднее значение $\overline{X}_{\text{прел}}$, вычисляют по п. 8.2.6.

8.7.2. Зависимости $\overline{X}(\tau_{ij})$ от τ_{ij} полученные экспериментально, описывают кинетическим уравнением вида:

$$\overline{X}(\tau_{ij}) = \overline{X}_{\text{пред}} + (\overline{X}_0 - \overline{X}_{\text{прел}})\exp(-K_i\tau_{ij}^{\overline{\lambda}}). \qquad (104)$$

8.7.3. Зависимость $\ln\ln\left|\dfrac{\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{прел}}}{\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}}-\overline{X}_{\text{прел}}}\right|$ от продолжительности испытаний (τ_{ij}) при каждой температуре и при всех съемах описывают линейным уравнением вида:

$$\ln\ln\left|\frac{\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{прел}}}{\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}}-\overline{X}_{\text{прел}}}\right| = g_{15i} + h_{15i}\tau_{ij}. \qquad (105)$$

Коэффициенты уравнения (105) вычисляют методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{15i} = \frac{\sum_{j=1}^{m_i}\ln\ln\left|\frac{\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{прел}}}{\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{прел}}}\right| \sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2 - \sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln\ln\left|\frac{\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{прел}}}{\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{прел}}}\right|}{m_i\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2 - \left(\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}; \qquad (106)$$

$$h_{15i} = \frac{m_i\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln\ln\left|\frac{\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{прел}}}{\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{прел}}}\right| - \sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum_{j=1}^{m_i}\ln\ln\left|\frac{\overline{X}_0-\overline{X}_{\text{прел}}}{\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{прел}}}\right|}{m_i\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2 - \left(\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}. \qquad (107)$$

8.7.4. Значения параметров K_i и λ_i уравнения (104) определяют из соотношений:

$$K_i = \exp g_{15i}; \qquad (108)$$

$$\lambda_i = h_{15i}. \qquad (109)$$

8.7.5. Среднее значение $\overline{\lambda}$ вычисляют по формуле

$$\overline{\lambda} = \frac{\sum_{i=1}^{n}\lambda_i}{n}. \qquad (110)$$

8.7.6. Зависимость $\ln K_i$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейным уравнением вида:

$$\ln K_i = g_{18} + h_{18} \cdot \frac{1}{T_i}. \qquad (111)$$

Коэффициенты уравнения (111) рассчитывают методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{18} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \ln K_i \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \ln K_i}{n \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2}; \qquad (112)$$

$$h_{18} = \frac{n \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \ln K_i - \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right) \sum_{i=1}^{n} \ln K_i}{n \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{1}{T_i}\right)^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} \frac{1}{T_i}\right)^2}. \qquad (113)$$

8.7.7. Коэффициент температурной зависимости процесса E и предэкспоненту K_0 находят из соотношений:

$$E = R\, h_{18}; \qquad (114)$$

$$K_0 = \exp g_{18}. \qquad (115)$$

8.7.8. Рассчитывают показатель $\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}$ по уравнению (104), используя полученные параметры $\overline{\lambda}$, $\overline{X}_{\text{пред}}$

$$K_i = K_0 \exp\left(-\frac{E}{RT_i}\right).$$

8.7.9. Среднюю квадратичную ошибку аппроксимации экспериментальных данных уравнением (104) для всех температур вычисляют по формуле:

$$D_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \sum_{j=1}^{m_i} (\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}} - \overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}})^2}{L-4}}. \qquad (116)$$

8.8. Зависимость изменения показателя $\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}$ от продолжительности испытаний при каждой из температур обрабатывают в соответствии с п. 8.7.

8.8.1. Значение $\overline{X}_{\text{пред}}$ определяют в соответствии с п. 8.7.1.

8.8.2. Зависимость $\overline{X}(\tau_{ij})$ от τ_{ij}, полученную в эксперименте, описывают кинетическим уравнением вида:

$$\overline{X}(\tau_{ij}) = \overline{X}_{\text{пред}} + \sum_{f=1}^{\lambda} \overline{\gamma}_f \exp(-K_f \tau_{ij}), \qquad (117)$$

где $f = 1, 2, \ldots, u$ — количество экспонент.

8.8.3. Для каждой температуры при всех съемах вычисляют вспомогательную функцию вида:

$$Z(\tau_{ij})_{1i} = \overline{X}(\tau_{ij}) - \overline{X}_{\text{пред}}. \qquad (118)$$

Зависимость $\ln|Z(\tau_{ij})_{1i}|$ от продолжительности испытаний при каждой температуре описывают линейным уравнением вида:

$$\ln|Z(\tau_{ij})_{1i}|=g_{17i}+h_{17i}\tau_{ij} \quad (119)$$

и вычисляют коэффициенты уравнения (119) методом наименьших квадратов по формулам:

$$g_{17i}=\frac{\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})_{1i}|\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})_{1i}|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}; \quad (120)$$

$$h_{17i}=\frac{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})_{1i}|-\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum\limits_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})_{1i}|}{m_i\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum\limits_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}. \quad (121)$$

8.8.4. Вычисляют значения параметров K_{1i} и γ_{1i} уравнения (117) с одной экспонентой для каждой температуры по соотношениям:

$$K_{1i}=|h_{17i}|; \quad (122)$$

$$\gamma_{1i}=\exp g_{17i}. \quad (123)$$

Значение $\overline{\gamma}_1$ вычисляют по формуле

$$\overline{\gamma}_1=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\gamma_{1i}}{n}. \quad (124)$$

8.8.5. Зависимость $\ln K_{1i}$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейным уравнением вида:

$$\ln K_{1i}=g_{18}+h_{18}\frac{1}{T_i} \quad (125)$$

и вычисляют коэффициенты g_{18} и h_{18} уравнения (125) методом наименьших квадратов:

$$g_{18}=\frac{\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \quad (126)$$

$$h_{18}=\frac{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{1i}-\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum\limits_{i=1}^{n}\ln K_{1i}}{n\sum\limits_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum\limits_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}. \quad (127)$$

8.8.6. Коэффициент E_1 и предэкспоненту K_{01} находят из соотношений:

$$E_1=Rh_{18}; \quad (128)$$

$$K_{01}=\exp g_{18}. \quad (129)$$

8.8.7. Вычисляют значение $\overline{X(\tau_{ij})}_{\text{расч}}$ по формуле (117), используя значения параметров:

$$K_{1i}=K_{01}\exp\left(-\frac{E_1}{RT_i}\right);\ \overline{\gamma}_1;\ \overline{X}_{\text{пред}}.$$

8.8.8. Вычисляют среднюю квадратическую ошибку аппроксимации экспериментальных данных для всех температур уравнением (117), содержащим одну экспоненту по формуле

$$DD_1=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{m_i}(\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}}-\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}})^2}{L-3}}, \qquad (133)$$

где $\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}$ — значения показателя, вычисленные по уравнению (117) при одной экспоненте с параметрами $\overline{\gamma}_1$; $\overline{X}_{\text{пред}}$; K_{1i}.

8.8.9. Вычисляют вспомогательную функцию $Z(\tau_{ij})_{2i}$ для каждой температуры, когда уравнение (117) содержит 2 экспоненты:

$$Z(\tau_{ij})_{2i}=\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}-\overline{\gamma}_1\exp(-K_{1i}\tau_{ij}). \qquad (131)$$

8.8.10. Зависимость $\ln|Z(\tau_{ij})_{2i}|$ от τ_{ij} описывают линейным уравнением вида:

$$\ln|Z(\tau_{ij})_{2i}|=g_{10i}+h_{10i}\tau_{ij} \qquad (132)$$

и вычисляют коэффициенты уравнения (132) методом наименьших квадратов:

$$g_{10i}=\frac{\sum_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})_{2i}|\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})_{2i}|}{m_i\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}; \qquad (133)$$

$$h_{10i}=\frac{m_i\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\ln|Z(\tau_{ij})_{2i}|-\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\sum_{j=1}^{m_i}\ln|Z(\tau_{ij})_{2i}|}{m_i\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}^2-\left(\sum_{j=1}^{m_i}\tau_{ij}\right)^2}. \qquad (134)$$

8.8.11. Вычисляют параметры K_{2i} и γ_{2i} второй экспоненты уравнения (117) по соотношениям:

$$K_{2i}=|h_{10i}|; \qquad (135)$$

$$\gamma_{2i}=\exp g_{10i}. \qquad (136)$$

Значение $\overline{\gamma}_2$ вычисляют по формуле

$$\overline{\gamma}_2=\frac{\sum_{i=1}^{n}\gamma_{2i}}{n}. \qquad (137)$$

8.8.12. Зависимость $\ln K_{2i}$ от $\frac{1}{T_i}$ описывают линейным уравнением вида:

$$\ln K_{2i}=g_{20}+h_{20}\frac{1}{T_i} \qquad (138)$$

и вычисляют коэффициенты уравнения (138) методом наименьших квадратов:

$$g_{20}=\frac{\sum_{i=1}^{n}\ln K_{2i}\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}}{n\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}; \quad (139)$$

$$h_{20}=\frac{n\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\ln K_{2i}-\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)\sum_{i=1}^{n}\ln K_{2i}}{n\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{1}{T_i}\right)^2-\left(\sum_{i=1}^{n}\frac{1}{T_i}\right)^2}. \quad (140)$$

8.8.13. Коэффициент E_2 и предэкспоненту K_{02} находят из соотношений:

$$E_2=R\cdot h_{20}; \quad (141)$$

$$K_{02}=\exp g_{20}. \quad (142)$$

Вычисляют $\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}}$ по формуле (117) используя параметры

$$\overline{\gamma}_1,\ \overline{\gamma}_2,\overline{X}_{\text{пред}},K_{1i}=K_{01}\exp\left(-\frac{E_1}{RT_i}\right),\ K_{2i}=K_{02}\exp\left(-\frac{E}{RT_i}\right).$$

8.8.14. Среднюю квадратическую ошибку аппроксимации экспериментальных данных при всех температурах уравнением (117), содержащим две экспоненты, вычисляют по формуле

$$DD_2=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\sum_{j=1}^{m_i}(\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{эксп}}-\overline{X}(\tau_{ij})_{\text{расч}})^2}{L-5}}. \quad (143)$$

8.8.15. Увеличивают количество экспонент в уравнении (117) и вычисляют вспомогательные функции $Z(\tau_{ij})_{ui}$ при каждой температуре по формуле

$$Z(\tau_{ij})_{ui}=\overline{X}(\tau_{ij})-\overline{X}_{\text{пред}}-\sum_{f=1}^{u-1}\gamma_f\exp(-K_{fi}\tau_{ij}). \quad (144)$$

Вычисление $Z(\tau_{ij})_{ui}$ с последующим вычислением K_{fi} и γ_{fi} продолжают до тех пор, пока

$$\frac{DD_u}{DD_{u-1}}<0{,}1, \quad (145)$$

где DD_u и DD_{u-1} — средние квадратические ошибки аппроксимации экспериментальных данных уравнением (117) при количестве экспонент u и $u-1$ соответственно.

8.9. Если выбранное кинетическое уравнение удовлетворительно описывает экспериментальные данные, то для вычисленных коэффициентов температурной зависимости (E) определяют значение эквивалентной температуры ($T_э$) в соответствии с приложением 5.

8.10. Вычисляют значения констант скоростей процессов при $T_э$, определенных по п. 8.9, по формуле

$$K_{T_э}=K_0\exp\left(-\frac{E}{RT_э}\right). \quad (146)$$

Если в выбранном уравнении несколько констант скоростей процессов, $K_{T_э}$ вычисляют для каждого из выявленных процессов.

Если прогнозирование изменения показателя проводят уравнением (17), предварительно вычисляют $X_{\text{пред}T_э}$ по формуле

$$X_{\text{пред}T_э}=X_0 \cdot \frac{K_{2T_э}}{K_{1T_э}+K_{2T_э}} . \quad (147)$$

8.11. Подставляют значения $K_{T_э}$ и других параметров в выбранное кинетическое уравнение и вычисляют значения показателя $\overline{X}(\tau)_{T_э}$ для значений $\tau_{хр}$ с шагом 365 суток.

8.12. Относительное изменение показателя $\alpha_{\tau_{хр}T_э}$ для каждого срока хранения $\tau_{хр}$ вычисляют по формуле

$$\alpha_{\tau_{хр}T_э}=\frac{\overline{X}(\tau)_{T_э}}{\overline{X}_0} . \quad (148)$$

Значение $\frac{\alpha_{\tau_{хр}T_э}}{1,5}$ записывают в таблицу, по которой прогнозируют изменение показателя за любой срок хранения при эквивалентной температуре, или по заданному сроку хранения в этих условиях прогнозируют изменение показателя в пределах изменений, полученных экспериментально.

8.13. Держателем программы обработки результатов ускоренных испытаний полимерных материалов по методу I на ЭВМ типа ЕС является НПО «ИСАРИ».

Разд. 8. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 8
Справочное

СПОСОБ ГРАФИЧЕСКОГО ДИФФЕРЕНЦИРОВАНИЯ

Геометрически дифференциал изображается приращением X ординаты точки на касательной к графику функции $X = f(\tau)$, как показано на черт. 1.



Черт. 1

Графическое дифференцирование проводят на криволинейном участке, полученной при испытаниях кинетической зависимости X от τ, где наблюдается заметное изменение скорости процесса.

Пример применения способа графического дифференцирования.

Кривая, приведенная на черт. 2, является графиком зависимости X от τ. Необходимо способом графического дифференцирования определить производные этой функции в точках a, b, c, d, e.



Черт. 2

1. Для удобства дифференцирования a, b, c, d, e выбирают на кривой так, чтобы проекции отрезков X_0a, ab, bc, cd, de, были равны.

2. В точках a, b, c, d, e с абсциссами τ_1, τ_2, τ_3, τ_4, τ_5 проводят касательные к кривой. Рассматривают треугольники: $aa'a''$, $bb'b''$, $cc'c''$, $dd'd''$, $ee'e''$. Производные в точках a, b, c, d, e будут соответственно равны отношениям сторон треугольников $\frac{a'a''}{a'a}$, $\frac{b'b''}{b'b}$, $\frac{c'c''}{c'c}$, $\frac{d'd''}{d'd}$, $\frac{e'e''}{e'e}$.

Отрезки $a'a''$, $b'bb''$, $c'c''$, $e'e''$, $d'dd''$ измеряют в единицах измерения, принятых для оси ординат; отрезки $a'a$, $b'b$, $c'c$, $d'd$, $e'e$ — в единицах измерения, принятых для оси абсцисс.

ПРИЛОЖЕНИЕ 9
Справочное

ПРИМЕР ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ В СЛУЧАЕ ДВУХ НЕКОНКУРИРУЮЩИХ ПРОЦЕССОВ ПЕРВОГО ПОРЯДКА

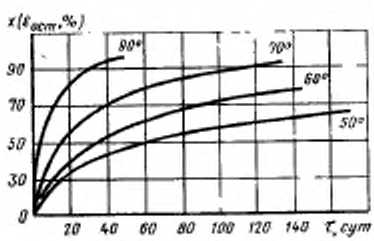
1. Необходимо описать кривую прогноза изменения показателя от продолжительности хранения под навесом в условиях очень жаркого сухого климата по результатам испытаний, полученных по методу 1 настоящего стандарта.

Условия и результаты испытаний указаны в табл. 1.

Таблица 1

Температура испытаний t, °С	Продолжительность испытаний τ, сут	Значение показателя X (остаточная деформация $\varepsilon_{ост}$, %)	Температура испытаний t, °С	Продолжительность испытаний τ, сут	Значение показателя X (остаточная деформация $\varepsilon_{ост}$, %)
50	0	0	70	0	0
	15	20		10	38
	30	35		20	50
	60	41		45	67
	90	46		90	81
	120	56		120	90
	150	57		—	—
	180	61		—	—
60	0	0	90	0	0
	30	31		5	50
	60	53		10	66
	100	64		20	78
	140	73		30	86
	—	—		40	90

2. Для каждой из температур строят графики зависимости изменения показателя X от продолжительности испытаний τ, как показано на черт. 1. Поскольку кривые на черт. 1 указывают на возрастание показателя от продолжи-

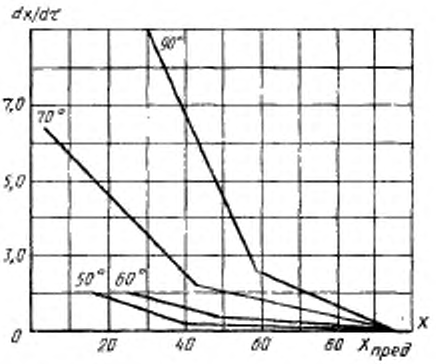


Черт. 1

тельности испытаний, то проверяют правомерность описания этих кинетических кривых уравнением первого порядка для двух неконкурирующих процессов вида

$$X(\tau)=X_{\text{пред}}-\gamma_1\exp(-K_1\tau)-\gamma_2\exp(-K_2\tau). \quad (1)$$

3. Способом графического дифференцирования, приведенным в справочном приложении 8, определяют $\frac{dX}{d\tau}$ для каждой из приведенных на черт. 1 кривых.



Черт. 2

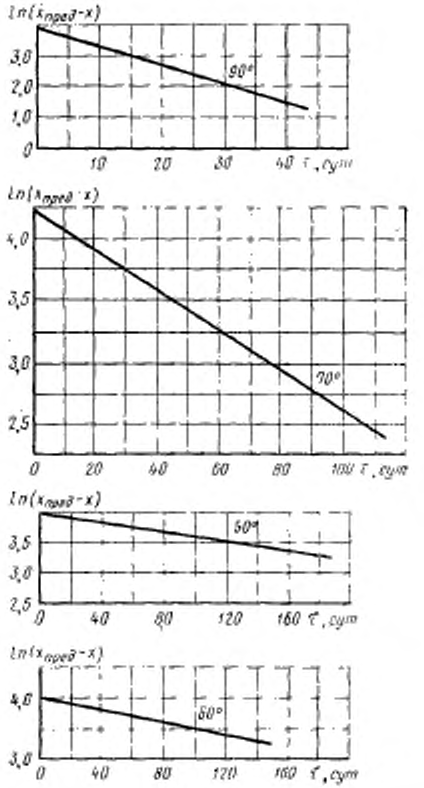
Данные графического дифференцирования приведены в табл. 2.

Таблица 2

$\frac{dX}{d\tau}$	X	$\frac{dX}{d\tau}$	X	$\frac{dX}{d\tau}$	X	$\frac{dX}{d\tau}$	X
при температурах испытаний, °С							
50		63		70		90	
0,75	23	0,75	35	5,50	5	8,00	32
0,60	29	0,60	41	4,50	15	8,00	40
0,50	34	0,50	47	3,50	24	4,00	46
0,33	38	0,33	52	2,40	30	2,70	56
0,25	42	0,30	57	2,00	36	2,00	62
0,20	46	0,25	63	1,50	40	1,40	66
0,20	50	0,20	68	1,50	43	1,40	70
0,13	54	0,12	72	1,00	46	1,00	75
0,09	57	—	—	1,00	51	1,00	79
0,09	59	—	—	0,80	54	1,70	82
—	—	—	—	0,60	61	0,50	85
—	—	—	—	0,30	87	0,50	87

4. Строят график зависимости $\frac{dX}{d\tau}$ от X для каждой температуры, как показано на черт. 2. Экстраполируют линейные участки графика на значение $\frac{dX}{d\tau} = 0$ и определяют $X_{\text{пред}}$. Для всех температур $X_{\text{пред}} = 97{,}5\ \%$.

5. Строят графики зависимости $\ln (X_{\text{пред}} - X)$ от τ для каждой температуры, как показано на черт. 3.



Черт. 3

Данные для построения графиков приведены в табл. 3.

По графикам, представленным на черт. 3, определяют $\ln\gamma_1$ по отрезку, отсекаемому на оси ординат, и константу K_1 по тангенсу угла наклона прямой. Для всех температур $\gamma_1 = 67{,}5$. Значения K_1, $\ln K_1$ приведены в табл. 4.

Таблица 3

t, °С	τ, сут.	$X_{пред} - X$	$\ln(X_{пред} - X)$
50	180	97,50 — 60 = 37,50	3,62
	150	97,50 — 57 = 40,50	3,70
	120	97,50 — 56 = 41,50	3,72
	100	97,50 — 50 = 47,50	3,86
	80	97,50 — 46 = 51,50	3,94
	60	97,50 — 41 = 56,50	4,03
60	140	97,50 — 73 = 24,50	3,26
	100	97,50 — 64 = 33,50	3,50
	80	97,50 — 60 = 37,50	3,60
	60	97,50 — 52 = 45,50	3,80
	40	97,50 — 45 = 52,50	3,96
70	120	97,50 — 90 = 7,50	2,01
	110	97,50 — 85 = 12,50	2,51
	100	97,50 — 84 = 13,50	2,60
	90	97,50 — 81 = 16,50	2,80
	80	97,50 — 78 = 19,50	2,97
	70	97,50 — 75 = 22,50	3,11
	60	97,50 — 72 = 25,50	3,24
	50	97,50 — 67 = 30,50	3,42
	40	97,50 — 62 = 35,50	3,56
90	40	97,50 — 93 = 4,50	1,50
	30	97,50 — 87 = 10,50	2,35
	20	97,50 — 77 = 20,50	3,00
	10	97,50 — 65 = 32,50	3,48

Таблица 4

t, °С	K_1	$\ln K_1$
50	0,004	— 5,500
60	0,007	—4,950
70	0,015	—4,200
90	0,059	—2,830

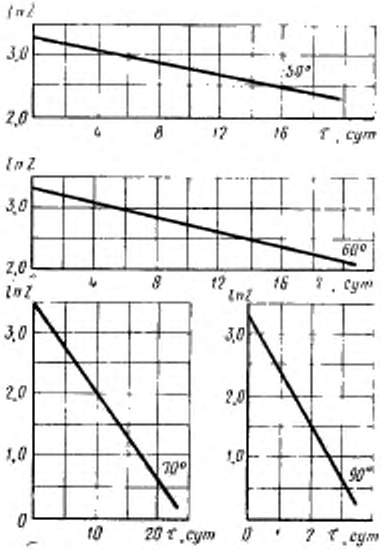
6. Определяют γ_2 по уравнению 1, при τ—0 уравнение принимает вид $X_0 = X_{пред} - \gamma_1 - \gamma_2$. Поскольку $X_0 = 0$,

$\gamma_2 = X_{пред} - \gamma_1 = 97{,}5 - 67{,}5 = 30{,}0$.

7. Для определения константы K_2 вычисляют функцию

$$Z(\tau) = \frac{1}{\gamma_2} \left[\gamma_1 \exp(-K_1\tau) + X_{пред} - X(\tau)\right]$$

и строят график зависимости $\ln Z$ от τ для каждой температуры, как показано на черт. 4.



Черт. 4

Данные для построения графиков зависимости $\ln Z$ от τ приведены в табл. 5.

Таблица 5

t, °С	τ, сут	Z (τ)	$\ln Z$ (τ)
50	2	27,20	3,30
	6	20,00	3,00
	10	17,40	2,85
	15	12,90	2,55
	20	9,60	2,25
60	2	25,70	3,25
	6	20,00	3,00
	10	15,90	2,75
	14	12,30	2,50
	18	9,50	2,25

Продолжение табл. 5

t, °С	τ, сут	Z (=)	$\ln Z$ (=)
70	5,00	15,85	2,75
	10,00	7,40	2,00
	15,00	3,50	1,25
	20,00	1,82	0,60
90	0,50	19,10	2,95
	1,00	11,60	2,45
	2,00	4,50	1,50
	3,00	1,82	0,60

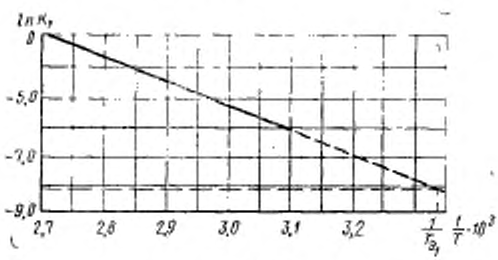
По тангенсу угла наклона графиков, приведенных на черт. 4, определяют константы K_2. Значения констант K_2 приведены в табл. 6.

Таблица 6

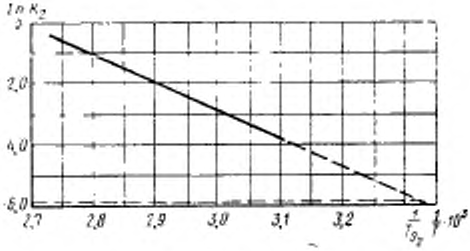
t, °С	K_2	$\ln K_2$
50	0,046	—3,080
60	0,063	—2,760
70	0,140	—1,960
90	0,920	—0,080

8. Используя значения констант K_1 и K_2 для всех температур, строят графики зависимости $\ln K_1$ от $\frac{1}{T}$, $\ln K_2$ от $\frac{1}{T}$, как показано на черт. 5 и 6.

9. По тангенсу угла наклона графиков, приведенных на черт. 5 и 6, вычисляют значения коэффициентов E_1 и E_2.



Черт. 5



Черт. 6

$E_1 = R \cdot \mathrm{tg}\alpha_1$,
$E_2 = R \cdot \mathrm{tg}\alpha_2$.
$E_1 = 68{,}2$ кДж/моль (16,3 ккал/моль),
$E_2 = 73{,}7$ кДж/моль (17,6 ккал/моль).

10. Определяют значения эквивалентной температуры $T_э$ по вычисленным значениям E_1 и E_2 и обязательному приложению 5. Коэффициенты E_1 и E_2 близки по значениям, поэтому $T_э$ определяют при $E = 71{,}2$ кДж/моль (17 ккал/моль). $T_э = 295{,}5$ °С.

11. Экстраполируя графики, приведенные на черт. 5 и 6 на $T_э = 295{,}5$ °С, определяют K_1 и K_2.

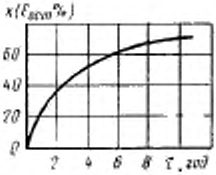
$\ln K_1 = -8{,}1000$;
$\ln K_2 = -5{,}8500$;
$K_1 = 0{,}0030$;
$K_2 = 0{,}0029$.

12. Используя (1), вычисляют значения показателя X_t при найденных $X_{прел}$, γ_1, γ_2, K_1, K_2 и продолжительности хранения 1—9 лет (табл. 7).

По данным табл. 7 строят кривую прогноза, как показано на черт. 7.

Таблица 7

Значение показателя $X_{t(кост}$, %	Продолжительность хранения τ_t, год	Продолжительность хранения с учетом коэффициента запаса $\frac{\tau_t}{1{,}6}$, год
0	0	0,0
20	1	0,7
45	2	1,3
50	3	2,0
52	4	2,7
65	5	3,3
68	8	5,4
70	9	6,0



Черт. 7

ПРИЛОЖЕНИЕ 10
Рекомендуемое

МЕТОД СОЗДАНИЯ ПОСТОЯННОГО ЗНАЧЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ВОЗДУХА НАД РАСТВОРАМИ СОЛЕЙ

1. Метод создания постоянного значения влажности воздуха в испытательной камере основан на выдержке образцов над растворами солей.

Растворы солей приведены в таблице.

Наименование вещества	Концентрация водного раствора	Абсолютная влажность воздуха, г/м³	Относительная влажность воздуха, %
Кальций хлористый 6-водный $CaCl_2 \cdot 6H_2O$ квалификации х. ч	Насыщенный раствор	5,3 ± 1,0	30 ± 2
Натрий двухромовокислый $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$ квалификации ч.д.а. по ГОСТ 4237—76 и натрий сернокислый $NaHSO_4 \cdot H_2O$ квалификации ч.д.а по ГОСТ 6063—77	Насыщенный раствор, соотношение солей в растворе 1 : 1	8,6 ± 1,6	50 ± 2
Натрий азотистокислый $NaNO_2$ квалификации ч. по ГОСТ 4197—74	Насыщенный раствор	11,3 ± 1,7	65 ± 2
Медь (II) сернокислая 5 водная $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ квалификации ч.д.а. по ГОСТ 4165—78	Насыщенный раствор	16,8 ± 2,4	98 ± 1

2. Раствор для создания заданной влажности, приготовленный при температуре (293 ± 2) К (20 ± 2) °С в соответствии с таблицей, наливают на дно камеры.

Для равномерного распределения влажности воздуха в камере высота ее не должна превышать длины меньшей стороны прямоугольной поверхности зеркала испарения.

Общая площадь поверхности кондиционируемых образцов не должна превышать общей площади поверхности раствора; для пленочных материалов общая площадь поверхности образцов не должна превышать площади зеркала раствора более чем в 3 раза.

ПРИЛОЖЕНИЕ 11
Обязательное

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАДАННОГО ЗНАЧЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ ВОЗДУХА, ПРИ КОТОРОМ МАССОВАЯ ДОЛЯ ВЛАГИ В ОБРАЗЦАХ СОХРАНЯЕТСЯ ПОСТОЯННОЙ

Сущность метода состоит в определении значения влажности воздуха в рабочем объеме испытательной камеры при заданной температуре испытаний, обеспечивающего постоянное значение массовой доли влаги в образце.

1. Отбор образцов

Образцы должны соответствовать требованиям п. 1.2.2 настоящего стандарта.

Количество образцов для испытаний не должно быть менее 25.

2. Аппаратура

Испытательная камера и весы в соответствии с требованиями п. 1.2.2 настоящего стандарта.

3. Проведение испытаний

3.1. Образцы кондиционируют в испытательных камерах при температуре (293 ± 2) К (20 ± 2)°С и относительной влажности воздуха, соответствующей предполагаемым условиям хранения.

Кондиционирование проводят до достижения в образцах постоянной массовой доли влаги путем периодического взвешивания с предельной допускаемой погрешностью ± 0,01 %. Периодичность кондиционирования 72 ч. Кондиционирование прекращают, если за последние 72 ч изменение массы образцов не превышает 5 % от полного изменения их массы за всю продолжительность кондиционирования.

Определяют массу каждого образца, достигшего постоянного значения массовой доли влаги.

3.2. В пяти испытательных камерах устанавливают одно и то же значение температуры испытаний, выбранное по п. 2.5.1.2 настоящего стандарта, и разные значения относительной влажности воздуха, которые выбирают из ряда: 20, 30, 40, 50, 60 %.

3.3. В каждую из испытательных камер, подготовленных по п. 3.2, помещают по 5 образцов после их кондиционирования по п. 3.1. Периодически, через каждые 72 ч выдержки, образцы извлекают из испытательных камер, охлаждают до температуры (293 ± 2) К (20 ± 2) °С в течение 30 мин и взвешивают с предельной допускаемой погрешностью ± 0,01 %. Выдержку прекращают, если за последние 72 ч изменение массы образцов не превышает 5 % от полного изменения массы за всю продолжительность выдержки.

4. Обработка результатов

4.1. Вычисляют исходное суммарное значение массы образцов, помещенных в каждую испытательную камеру, после кондиционирования по п. 3.1.

4.2. Вычисляют суммарное значение массы образцов после выдержки в каждой камере по п. 3.3 при каждом значении влажности воздуха, установленном по п. 3.2.

4.3. За значение относительной влажности воздуха при заданной температуре испытаний, при котором массовая доля влаги в образце сохраняется постоянной, принимают влажность воздуха в той камере, значение массы образцов в которой, определенное по п. 4.2, отличается от исходного значения, определенного по п. 4.1, не более чем на 0,02 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ 12
Справочное

КОЛИЧЕСТВО ПЕРЕХОДОВ ТЕМПЕРАТУРЫ ЧЕРЕЗ 273 К (0 °С) ДЛЯ НЕОТАПЛИВАЕМЫХ ХРАНИЛИЩ В ТЕЧЕНИЕ ОДНОГО ГОДА ХРАНЕНИЯ

Климатический район	Тип хранилища	Количество переходов через 273 К (0 °С)	
		Среднее значение	Стандартное отклонение
Холодный	А	9	2
	Б	8	2
Умеренный	А	8	3
	Б	6	2
Жаркий, сухой	А	5	2

Примечание. А — неотапливаемое хранилище кирпичного или блочного типа без потолочного перекрытия;

Б — неотапливаемое хранилище кирпичного или блочного типа с потолочным перекрытием.

ПРИЛОЖЕНИЕ 13
Справочное

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Номер образца	Значение показателя исследуемого материала				Значение показателя материала — аналога			
	Исходное	После испытаний в режиме			Исходное	После испытаний в режиме		
		1	2	3		1	2	3
	X_0	X_{T_m}	X_{T_1}	X_3	Y_0	Y_{T_m}	Y_{T_1}	Y_3

ПРИЛОЖЕНИЕ 14
Рекомендуемое

АЛГОРИТМ ОПРЕДЕЛЕНИЯ НА ЭВМ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ВОЗДЕЙСТВИЯ ПОЛОЖИТЕЛЬНОЙ ТЕМПЕРАТУРЫ τ_y ПРИ УСКОРЕННЫХ ИСПЫТАНИЯХ ПО МЕТОДУ 2

Алгоритм предназначен для вычисления продолжительности ускоренных испытаний τ_y (при воздействии положительной температуры испытаний T_y), эквивалентной продолжительности хранения и (или) эксплуатации τ_{xp} при эквивалентной температуре $T_э$.

1. Алгоритм предназначен для вычисления τ_y по п. 2.5.1.5 настоящего стандарта, если кинетические уравнения (46, 70) или разд. 8 приложения 7 удовлетворительно описывают экспериментальные данные.

2. Если экспериментальные данные описывают уравнением (70) разд. 8 приложения 7, то τ_y определяют в соответствии с требованиями, изложенными ниже.

2.1. Вычисляют значение $X_{\tau_{xp}} = \overline{X}_{ij}$ по формуле (70) разд. 8 приложения 7 при эквивалентной температуре хранения $T_э$ и заданной продолжительности хранения τ_{xp}.

2.2. Вычисляют $\frac{dX}{d\tau_{xp}}$ по формуле

$$\frac{dX}{d\tau_{xp}} = \overline{\gamma}_1 K_{1э} e^{(-K_{1э}\tau_{xp})} + \overline{\gamma}_2 K_{2э} e^{(-K_{2э}\tau_{xp})}, \qquad (1)$$

где параметры $K_{1э}$, $K_{2э}$, $\overline{\gamma}_1$, $\overline{\gamma}_2$ соответствуют параметрам уравнения 70 при эквивалентной температуре

2.3. Определяют знак функции $F(\tau_y)$ при $\tau_y = 0$ по формуле

$$F(\tau_y) = \overline{\gamma}_1 \left(e^{-K_{1э}\tau_{xp}} - e^{-K_{1y}\tau_y} \right) + \overline{\gamma}_2 \left(e^{-K_{2э}\tau_{xp}} - e^{-K_{2y}\tau_y} \right) \qquad (2)$$

Параметры $K_{1э}$, K_{1y}, $K_{2э}$, K_{2y}, $\overline{\gamma}_1$ и $\overline{\gamma}_2$ соответствуют параметрам уравнения (70) разд. 8 приложения 7, вычисленными при $T_э$ и T_y.

2.4. Значение τ_y, при котором значение $F(\tau_y)$ равно нулю, определяют в соответствии с требованиями, изложенными ниже.

2.4.1. Вычисляют значение функции $F(\tau_y)$ по формуле (2), увеличивая значение τ_y на 15 сут.

2.4.2. Если знак функции $F(\tau_y)$ остается тем же, что и знак этой функции, вычисленной по п. 2.3, то продолжают вычисление функции $F(\tau_y)$, увеличивая продолжительность τ_y на шаг 15 сут до тех пор, пока знак функции $F(\tau_y)$ изменится на противоположный.

2.4.3. Вычисляют значение функции $F(\tau_y)$ при уменьшении τ_y на половину предыдущего шага. Если знак функции $F(\tau_y)$ остается тем же, вычисляют значение функции $F(\tau_y)$ при уменьшении τ_y на половину предыдущего шага. Вычисления продолжают до тех пор, пока либо изменится знак функции, либо значение шага уменьшения τ_y будет меньше 0,5 сут.

2.4.4. Если знак функции $F(\tau_y)$, вычисленный по п. 2.4.3, изменится на противоположный, вычисляют функцию $F(\tau_y)$ при увеличении τ_y на половину пре-

дыдущего шага. Вычисления функции продолжают до тех пор, пока либо изменится знак функции, либо значение шага увеличения τ_y будет меньше 0,5 сут.

2.4.5. Если знак функции $F(\tau_y)$, вычисленный по п. 2.4.4, изменится на противоположный, то вычисления функции $F(\tau_y)$ продолжают по пп. 2.4.3 и 2.4.4 до тех пор, пока значение изменения τ_y между последующим и предыдущим вычислением будет меньше 0,5 сут.

Полученное значение τ_y принимают за продолжительность ускоренных испытаний при T_y, эквивалентную τ_{xp} при $T_э$, при этом τ_y должна быть не более $\tau_{y(max)}$ = 1200 сут.

3. Если экспериментальные данные описывают уравнением (46) разд. 8 приложения 7, τ_y вычисляют по пп. 2.3—2.4.5, заменяя $F(\tau_y)$ на

$$F_1(\tau_y)=\pm\overline{\gamma}_1\left(e^{-K_{1э}\tau_{xp}}-e^{-K_{1y}\tau_y}\right)\pm\overline{\gamma}_2\left(e^{-K_{2э}\tau_{xp}}-e^{-K_{2y}\tau_y}\right), \qquad (3)$$

где параметры K_{1y}, K_{2y}, $K_{1э}$, $K_{2э}$, $\overline{\gamma}_1$, $\overline{\gamma}_2$ соответствуют параметрам уравнения (46) приложения 7, вычисленным для T_y и $T_э$.

4. Если экспериментальные данные описывают уравнением (117) разд. 8 приложения 7, τ_y вычисляют по пп. 2.3—2.4.5, заменяя $F_2(\tau_y)$ на

$$F(\tau_y)=\sum_{j=1}^{n}\left[\overline{\gamma}_j\exp(-K_{jэ}\tau_{xp})-\overline{\gamma}_j\exp(-K_{jy}\tau_y)\right]. \qquad (4)$$

где параметры $K_{j_э}$, K_{j_y}, $\overline{\gamma}_j$ соответствуют параметрам уравнения (117) разд. 8 приложения 7, вычисленным при $T_э$ и T_y.

5. Держателем Программы определения продолжительности ускоренных испытаний по методу 2 на ЭВМ типа ЕС является НПО «ИСАРИ».

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственным комитетом СССР по стандартам

РАЗРАБОТЧИКИ

Х. Н. Фидлер, канд. техн. наук; **В. Д. Гойхман** д-р техн. наук; **Д. В. Замбахидзе**, канд. техн. наук; **О. А. Хачатурова**; **А. Г. Попов**, канд. техн. наук; **Т. П. Смехунова**, канд. техн. наук; **А. М. Грищенко**, канд. техн. наук; **И. Я. Гунин**; **Л. П. Котова**; **О. Н. Якунина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.12.81 № 5664

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ПРОВЕРЕН В** 1989 г.

5. Требования стандарта в части определения количества образцов и статической обработки результатов испытаний соответствуют СТ СЭВ 983—73

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 2.101—68	Приложение 1
ГОСТ 8.221—76	Приложение 1
ГОСТ 9.710—84	Приложение 1
ГОСТ 9.715—86	1.2.4.9; 1.2.5; 1.6
ГОСТ 269—66	1.2.5.1; Приложение 3
ГОСТ 4237—76	Приложение 4
ГОСТ 6053—77	Приложение 10
ГОСТ 15150—69	Вводная часть; 1.2.1.5
ГОСТ 16350—80	Вводная часть; Приложение 5
ГОСТ 24482—80	Вводная часть

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (март 1990 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1989 г. (ИУС 12—89)

8. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 22.08.89 № 2609

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *А. И. Зюбан*

Сдано в наб. 01.11.89 Подп. в печ. 29.05.90 5,0 усл. печ. л. 5,13 усл. кр.-отт. 4,70 уч.-изд. л.
Тираж 10000 Цена 25 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2054

gost.e-ecolog.ru