ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55135— 2012 (ИСО 11357-2: 1999)

ПЛАСТМАССЫ
Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Часть 2

Определение температуры стеклования

ISO 11357-2 : 1999
Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 2: Determination of glass transition temperature (MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Институт пластических масс имени Г.С. Петрова» (ОАО «Институт пластмасс») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 ноября 2012 г. № 924-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11357-2:1999 «Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (DSC). Часть 2. Определение температуры стеклования»(ISO 11357-2:1999 «Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 2: Determination of glass transition temperature»).

При этом дополнительные слова, фразы, показатели, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ
Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)
Часть 2
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ СТЕКЛОВАНИЯ

Plastics. Differential scanning calorimetry (DSC).
Part 2. Determination of glass transition temperature

Дата введения — 2014–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения характеристических температур стеклования аморфных и полукристаллических полимеров.

Предупреждение — Применение настоящего стандарта может быть связано с использованием опасных материалов, операций и оборудования. В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. При применении стандарта следует соблюдать *инструкции по технике безопасности, утвержденные в установленном порядке.*

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 55134–2012 (ИСО 11357-1:1999) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы *(ИСО 11357-1:1999, MOD)*

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 *Термины и* определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **стеклование:** Обратимые изменения в аморфном полимере или на аморфных участках частично кристаллического полимера из вязкого или высокоэластического состояния в твердое и относительно хрупкое состояние, или наоборот в вязкое или высокоэластическое из твердого и хрупкого состояния.

3.2 **температура стеклования T_g:** Температура, соответствующая середине диапазона температур, в котором происходит стеклование.

Издание официальное

Примечание – Установленная температура стеклования (T_g) может варьироваться в зависимости от конкретных свойств, метода и условий, выбранных для измерения этой температуры.

3.3 **Характеристические температуры стеклования:**

3.3.1 **Экстраполированная температура начала стеклования T_{eig}:** Температура, соответствующая точке на кривой ДСК, в которой экстраполированная исходная базовая линия низкотемпературной стороны кривой пересекается с касательной к кривой в точке перегиба *(рисунок 1)*.

3.3.2 **Экстраполированная температура конца стеклования T_{efg}:** Температура, соответствующая точке на кривой ДСК, в которой экстраполированная исходная базовая линия высокотемпературной стороны кривой пересекается с касательной к кривой в точке перегиба *(рисунок 1)*.

3.3.3 **Температура в средней точке T_{mg}:** Температура, соответствующая точке на кривой ДСК, в которой кривая пересекается линией, равноудаленной от двух экстраполированных базовых линий *(рисунок 1)*.

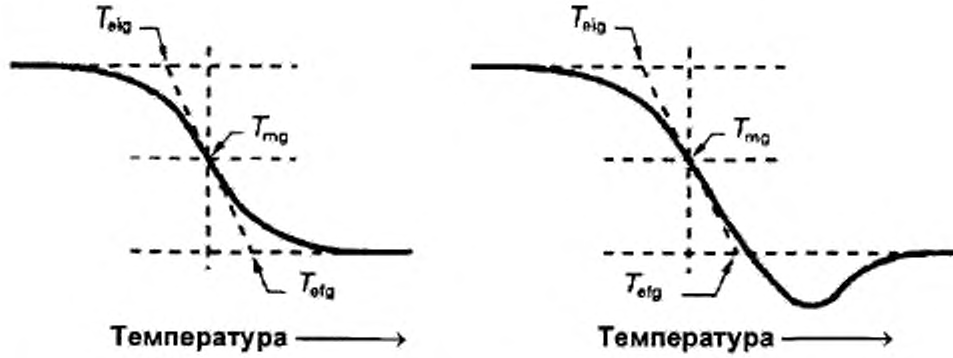

Рисунок 1 – Пример определения температуры стеклования по кривой ДСК

4 Сущность метода

Сущность метода изложена в ГОСТ Р 55134, раздел 4.

Измеряют изменение теплового потока, как функцию температуры, а характеристические температуры стеклования определяют по полученной кривой.

5 Аппаратура и материалы

Аппаратура и материалы – по ГОСТ Р 55134, раздел 5.

6 Образцы для испытания

Образцы для испытания – по ГОСТ Р 55134, раздел 6.

7 Условия проведения испытания и кондиционирования образцов для испытания

Условия проведения испытания и кондиционирования образцов для испытания – по ГОСТ Р 55134, раздел 7.

8 Калибровка

Калибровка – по ГОСТ Р 55134, раздел 8.

9 Проведение испытания

9.1 Установка параметров прибора

Установка параметров прибора – по ГОСТ Р 55134, подраздел 9.1.

Используют такую же скорость газа для продувки, что и при калибровке прибора. Любое изменение скорости потока газа или типа газа требует повторной калибровки. Обычно применяют азот *по ГОСТ 9293 повышенной чистоты , допускается применение технического азота по ГОСТ 9293 с применением осушителя, рекомендованного изготовителем прибора*. Скорость потока – (50 ± 5) мл/мин

По согласованию между заинтересованными сторонами можно применять другие инертные газы и другие скорости потока.

Чувствительность регулируют таким образом, чтобы разность высот вертикалей, проходящих через переходную зону (ступень) на кривой, составляла не менее 10 % полной шкалы регистрирующего устройства (современные приборы не требуют подобной регулировки).

9.2 Загрузка испытуемых образцов в тигли

Загрузку испытуемых образцов в тигель проводят по ГОСТ Р 55134, подраздел 9.2.

Испытуемый образец взвешивают с точностью до 0,1 мг. Если нет иных указаний в нормативном или техническом документе на материал, используют навеску массой от 5 до 20 мг. Для полукристаллических полимеров используют навеску массой *от 10 до 20 мг*.

Дно тиглей должно быть плоским. Для получения достоверных данных необходимо обеспечить хороший контакт между образцом и дном тигля, а также тиглем и держателем тигля.

Испытуемый материал или тигель следует брать пинцетом или руками в перчатках.

9.3 Установка тиглей

Установка тиглей – по ГОСТ Р 55134, подраздел 9.3.

9.4 Температурная программа

9.4.1 Перед началом цикла нагрева проводят предварительную продувку измерительной ячейки азотом в течение 5 мин.

9.4.2 Осуществляют и регистрируют предварительный цикл нагрева со скоростью 20 °С/мин, нагревая измерительную ячейку до температуры, достаточно высокой, чтобы аннулировать «тепловую предысторию» испытуемого материала.

На результат измерения значительное влияние оказывает «тепловая предыстория» и структура испытуемого образца, поэтому важно, чтобы был проведен цикл предварительного нагрева, а измерения были проведены в процессе сканирования второго цикла нагрева (ГОСТ Р 55134, приложение В). В случаях с химически активным материалом или, если желательно оценить свойства специально кондиционированного испытуемого образца, данные могут быть получены в процессе первого цикла нагрева, что следует зафиксировать в протоколе испытания.

9.4.3 Температуру поддерживают в течение 5 мин.

9.4.4 Охлаждают материал до температуры приблизительно на 50 °С ниже предполагаемой температуры стеклования.

9.4.5 Температуру поддерживают в течение 5 мин.

9.4.6 Проводят и регистрируют второй цикл нагрева со скоростью 20 °С/мин, нагревая испытуемый образец до температуры приблизительно на 30 °С выше экстраполированной температуры (T_{efa}) конца стеклования.

Примечание – Другие скорости нагревания или охлаждения можно применять по согласованию между заинтересованными сторонами. В частности, более высокие скорости сканирования обеспечивают большую чувствительность регистрации превращения, с другой стороны, более низкие скорости сканирования обеспечивают лучшее разрешение. Соответствующий выбор скорости важен для наблюдения малозаметных превращений.

9.4.7 Доводят температуру измерительной ячейки до температуры окружающей среды, извлекают тигель с образцом и проверяют, не произошла ли его деформация или выливание испытуемого материала.

9.4.8 Снова взвешивают тигель с образцом с точностью не менее ± 0,1 мг.

9.4.9 Если происходит потеря массы, предполагают, что имело место химическое изменение. Открывают тигель и осматривают испытуемый образец. Если образец разложился, то результаты испытания не учитывают и проводят повторное испытание при более низкой максимальной температуре *(9.4.6)*.

Тигли с признаками повреждений нельзя использовать повторно для других измерений.

Если в процессе измерения происходит расплавление испытуемого образца, повлекшее загрязнение держателя тигля, необходимо в соответствии с инструкциями изготовителя прибора очистить держатель тигля и проверить калибровку хотя бы при одной температуре и одном стандартном образце энтальпии.

9.4.10 Обрабатывают полученные данные в соответствии с инструкциями изготовителя прибора.

9.4.11 Вопрос о необходимости проведения повторного испытания решает оператор.

10 Обработка результатов

10.1 Температуры перехода определяют, как показано на рисунке 1. В случае, если две базовые линии не являются параллельными, T_{mg} находится в точке пересечения медианы между двумя экстраполированными линиями и кривой.

Медиану проводят из точки пересечения базовых линий между собой к противолежащему отрезку, соединяющему точки пересечения базовых линий с верхнетемпературной и нижнетемпературной частями кривой ДСК.

Точку перегиба можно также определить как характеристическую температуру стеклования (T_g). Ее получают или путем определения максимума производной сигнала ДСК, или путем измерения самого крутого наклона в переходной зоне.

Для кривых, показывающих выход за установленные пределы в конце перехода (см. правую кривую на рисунке 1), определение температуры выполняют аналогичным образом.

10.2 За результат испытания рекомендуется принимать среднеарифметическое значение двух параллельных определений T_{mg}, округленное до целого числа.

11 Прецизионность

Прецизионность данного метода испытания неизвестна ввиду отсутствия данных межлабораторных испытаний. Как только будут получены межлабораторные данные, в стандарт будет внесено соответствующее изменение.

12 Протокол испытания

Протокол испытания – по ГОСТ Р 55134, раздел 10.

В качестве результатов испытания [перечисление m)] включают характеристические температуры стеклования T_{eig}, T_{efg}, T_{mg} (°С), округленные до целого числа.

Температура стеклования T_g соответствует T_{mg}, но в большинстве случаев более значима T_{eig}, которая часто связана с T_g. При установлении значений стеклования важно, чтобы в протокол были внесены значения T_{eig}, T_{efg}, T_{mg}.

УДК 678.5:536.421.1:006.354 ОКС 83.080

Ключевые слова: пластмассы, дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), стеклование, температура стеклования, характеристические температуры стеклования, условия проведения испытаний, условия кондиционирования, калибровка прибора, цикл нагрева

Подписано в печать 01.07.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 76 экз. Зак. 2531.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru