МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32618.2— 2014 (ISO 11359-2:1999)

ПЛАСТМАССЫ

Термомеханический анализ (ТМА)

Часть 2

Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования

(ISO 11359-2:1999, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» (Союзкомпозит) и Открытым акционерным обществом «Институт пластических масс имени Г.С.Петрова» (ОАО «Институт пластмасс») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 февраля 2014 г. № 64-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004– 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2014 г. № 462-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32618.2–2014 (ISO 11359-2:1999) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 марта 2015 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 11359-2:1999 Plastics – Thermomechanical analysis (TMA) – Part 2: Determination of coefficient of linear thermal expansion and glass transition temperature (Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования) путем исключения элемента «Библиография», т.к. в тексте стандарта отсутствуют библиографические ссылки, внесены также уточнения, обусловленные необходимостью учета требований межгосударственной стандартизации.

Дополнительные слова, фразы, показатели и/или их значения, включенные в текст стандарта, выделены курсивом.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном фонде технических регламентов и стандартов.

Ссылки на международные стандарты, которые не приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Информация о замене ссылок с разъяснением причин их внесения приведена в приложении Б.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в приложении В.

Степень соответствия – модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПЛАСТМАССЫ

Термомеханический анализ (ТМА)

Ч а с т ь 2

Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования

Plastics. Thermomechanical analysis (TMA). Part 2.
Determination of coefficient of linear thermal expansion and glass transition temperature

Дата введения — 2015—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пластмассы и устанавливает методы определения коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования с использованием термомеханического анализа. (ТМА).

Примечание – Коэффициент линейного теплового расширения может быть измерен также с использованием различного оборудования термодилатометрии. Настоящий стандарт предусматривает использование оборудования для термомеханического анализа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12423–2013 Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб)

ГОСТ 32618.1–2014 (ISO 11359-1:1999) Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 1. Общие принципы

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *ГОСТ 32618.1*, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **тепловое расширение:** Увеличение размеров образца в зависимости от температуры, измеряемое термодилатометрией.

3.2 **коэффициент линейного теплового расширения:** Относительное приращение длины образца, вызванное повышением его температуры на один градус.

Примечание – Могут быть определены дифференциальный коэффициент линейного теплового расширения и средний коэффициент линейного теплового расширения.

Издание официальное

3.2.1 **дифференциальный коэффициент линейного теплового расширения α**: Коэффициент линейного теплового расширения для любого из трех размеров образца при температуре *T* и при постоянном давлении *P*, K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$), определяемый по формуле:

$$\alpha = \frac{(dL)_p}{(dT)_p} \cdot \frac{1}{L_0} = \frac{(dL/dt)_p}{(dT/dt)_p} \cdot \frac{1}{L_0}, \quad (1)$$

где *dL* – изменение размера испытуемого образца за время *dt* при постоянном давлении *P*;

dT – изменение температуры за время *dt* при постоянном давлении *P*;

L_0 – размер испытуемого образца при температуре 23 °С по оси измерения, мм.

Примечание – *L* – размер испытуемого образца при температуре *T* по оси измерения, мм.

3.2.2 **средний коэффициент линейного теплового расширения** $\overline{\alpha}$**:** Коэффициент расширения для любого из трех размеров, определенный при постоянном давлении, *характеризующий относительное приращение длины образца, вызванное повышением его температуры от нижней до верхней границы интервала температур, отнесенное к величине этого интервала.*

Средний коэффициент линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$, K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$), определяют по формуле:

$$\overline{\alpha} = \frac{\Delta L}{\Delta T} \cdot \frac{1}{L_0}, \quad (2)$$

где ΔL – изменение длины испытуемого образца в границах интервала температур, мм;

ΔT – приращение температуры от T_1 к T_2, равное $T_2 - T_1$, К ($^{\circ}C$);

L_0 – длина испытуемого образца по оси измерения при температуре 23 °С, мм.

Определение проводят в интервале температур ΔT от T_1 к T_2. Усредненную температуру определяют по формуле:

$$T(\textit{усредненная}) = \frac{T_1 + T_2}{2}, \quad (3)$$

где T_1, T_2 – нижняя и верхняя границы интервала температур, К ($^{\circ}C$).

Примечание – Заменяя в формулах (1) и (2) значение длины образца на его объем получают дифференциальный и средний коэффициенты объемного теплового расширения соответственно.

3.3 **стеклование:** Обратимые изменения частично кристаллического полимера в аморфный полимер или аморфные области из (или в) вязкого или резиноподобного состояния в (или из) твердое и относительно хрупкое состояние.

3.4 **температура стеклования T_g:** Температура, соответствующая приблизительно средней точке температурного диапазона, в котором происходит стеклование.

Температуру стеклования, полученную методом ТМА, определяют как точку пересечения касательных к кривой зависимости длины образца от температуры до и после стеклования *(см. 8.1.3).*

4 Сущность метода

Изменение размера испытуемого образца с помощью оборудования ТМА определяют как функцию температуры, получая при этом ТМА кривую, из которой определяют коэффициент линейного теплового расширения *и температуру стеклования.*

5 Аппаратура

ТМА прибор в соответствии с *ГОСТ 32618.1.*, а также обеспечивающий:

- работу в режиме сжатия и/или растяжения;
- поддержание контролируемой атмосферы в соответствии с *ГОСТ 12423.*

Примечания:

1 Измерения на образцах, изготовленных из пленки или волокна, проводят в режиме растяжения. *Для определения коэффициента линейного теплового расширения рекомендуется применять минимальную растягивающую нагрузку, определяемую датчиком прибора.*

2 Рекомендуется использовать атмосферу сухого воздуха, инертного газа или азота.

6 Образцы для испытаний

6.1 Подготовка образцов

Образцы для испытаний готовят в соответствии с *ГОСТ 32618.1* (раздел 7).

Образец для испытаний должен иметь длину от 5 до 10 мм, ширину – приблизительно 5 мм. Допускается использование образцов других размеров *в соответствии с инструкцией изготовителя аппаратуры*, что следует указать в протоколе испытаний. Торцы испытуемого образца должны быть параллельны между собой. Перед испытанием рекомендуется, отметить ориентацию образца по отношению к направлению обработки (поперечную, продольную или другую).

Если в *нормативном документе или технической документации* на пластмассу нет других указаний, испытывают не менее трех образцов.

6.2 Кондиционирование

Способ кондиционирования указывают в *нормативном документе или технической документации* на пластмассу.

Примечания:

1 Для устранения остаточных напряжений, возникших в процессе изготовления образцов, рекомендуется перед испытанием провести термообработку образцов: каждый образец предварительно нагреть в интервале температур, начиная от минимальной температуры (приблизительно на 50 °С ниже температуры стеклования) до максимальной температуры (приблизительно на 50 °С выше температуры стеклования), выдержать образец при максимальной температуре в течение 5 мин, затем охладить образец до минимальной температуры со скоростью, при которой будет проводиться испытание.

2 Следует иметь ввиду, что нагревание образца до температуры выше температуры стеклования более чем на 50 °С может привести к изменению ориентации молекул и/или структуры образца, что может изменить значение коэффициента линейного теплового расширения в некоторых направлениях.

7 Порядок проведения испытания

7.1 Калибровка приборов

Проводят калибровку приборов, как указано в *ГОСТ 32618.1*. После очистки поверхностей образца, измерительного зонда и держателя образца, помещают образец в держатель образца с измерительным зондом как можно ближе друг к другу.

7.2 Измерение

Устанавливают ненагруженный измерительный зонд на верхнюю поверхность образца. Прикладывают нагрузку к измерительному зонду.

Рекомендуется нагрузка, которая создает давление на образец (4,0 ± 0,1) кПа. При условии, что влияние нагрузки на измеряемый показатель невелико, можно использовать другие нагрузки.

При испытании образцов, изготовленных из пленки, волокна или мягкого материала, проводят определение в режиме растяжения с захватом обеих сторон образца.

Устанавливают постоянный поток газа, расход газа – от 50 до 100 мл/мин. Рекомендуется использовать сухой воздух.

Допускается использовать инертный газ или азот, что указывают в протоколе испытаний.

Нагревают образец со скоростью не более 5 °С/мин.

Записывают кривую ТМА для испытуемого образца (зависимость изменения длины испытуемого образца от температуры).

Примечание – Рекомендуется испытать образцы с различной ориентацией по отношению к направлению термообработки.

При тех же условиях записывают кривую ТМА для эталонного образца с известным средним

коэффициентом линейного теплового расширения и длиной, равной длине испытуемого образца.

Примечание – Использование оборудования, которое обеспечивает измерение разности длин испытуемого и эталонного образцов, не является обязательным.

8 Обработка результатов

8.1 Метод вычисления

8.1.1 *Дифференциальный* коэффициент линейного теплового расширения α, K^{-1} ($^{o}C^{-1}$) при температуре T вычисляют, используя ТМА кривую (рисунок 1), по формуле:

$$\alpha = \frac{dL}{dT} \cdot \frac{1}{L_0}, \quad (4)$$

где L – длина испытуемого образца при температуре T, мкм ;

T – температура испытания, K (^{o}C).

L_0 – длина испытуемого образца при температуре 23 °С, мкм;

Вычисление α проводят с точностью до $1 \cdot 10^{-7}$ K^{-1} ($^{o}C^{-1}$) отдельно для каждого испытуемого образца.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение α для отдельных образцов, округленное до $1 \cdot 10^{-6}$ K^{-1} ($^{o}C^{-1}$).

В случае проявления стеклования испытуемого образца вычисляют коэффициент линейного теплового расширения до и после стеклования.

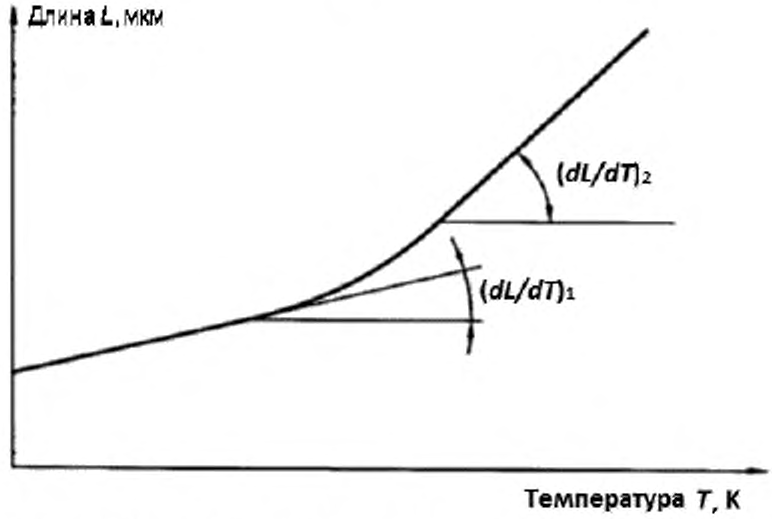

Рисунок 1 – Определение коэффициента линейного теплового расширения

8.1.2 Определение среднего коэффициента линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$

8.1.2.1 Метод А. Определение без эталонного образца

Средний коэффициент линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$, K^{-1}($^{o}C^{-1}$) в установленном интервале температур T_1 и T_2 вычисляют, используя ТМА кривую (рисунок 2), по формуле:

$$\overline{\alpha} = \frac{\Delta L}{\Delta T} \cdot \frac{1}{L_0}, \quad (5)$$

где ΔL – изменение длины испытуемого образца в границах интервала температур, мкм;

$\Delta T = T_2 - T_1$ – приращение температуры от T_1 к T_2 , К (^{o}C);

L_0 – длина испытуемого образца при температуре 23 °С, мкм.

Выбирают два значения температуры и вычисляют ΔT.

Определяют соответствующее изменение длины испытуемого образца ΔL, используя ТМА кривую.

Вычисляют значение $\overline{\alpha}$ для каждого испытуемого образца с точностью до $1 \cdot 10^{-7}$ K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$).

Вычисляют среднеарифметическое значение $\overline{\alpha}$ для отдельных образцов, округлив его до $1 \cdot 10^{-6}$ K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$).

В случае проявления стеклования испытуемого образца вычисляют средний коэффициент линейного теплового расширения до и после стеклования.

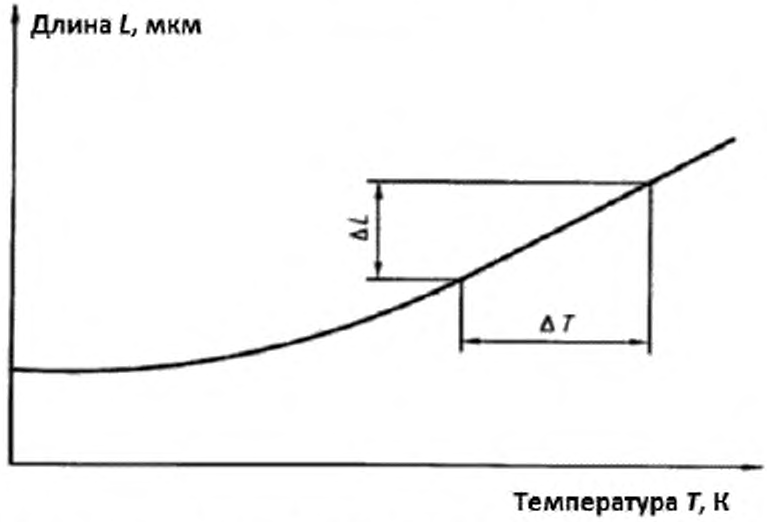

Рисунок 2 – Определение среднего коэффициента линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$

8.1.2.2 Метод Б. Определение с эталонным образцом

Средний коэффициент линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$, K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$) в установленном интервале температур T_1 и T_2 вычисляют по формуле:

$$\overline{\alpha} = \frac{\Delta L_{Spm} - \Delta L_{Ref}}{L_0 (T_2 - T_1)} + \overline{\alpha}_{Ref}, \quad (6)$$

где ΔL_{Spm} – изменение длины испытуемого образца в границах интервала температур, мкм;

ΔL_{Ref} – изменение длины эталонного образца в границах интервала температур, мкм;

L_0 – длина испытуемого образца при температуре (23 ± 1) °С, мкм;

T_2 – верхняя граница интервала температур, К ($^{\circ}C$);

T_1 – нижняя граница интервала температур, К ($^{\circ}C$);

$\overline{\alpha}_{Ref}$ – вычисленное значение среднего коэффициента линейного теплового расширения эталонного образца в интервале температур, K^{-1}($^{\circ}C^{-1}$).

Вычисляют значение $\overline{\alpha}$ для каждого испытуемого образца с точностью до $1 \cdot 10^{-7}$ K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$).

Вычисляют среднеарифметическое значение $\overline{\alpha}$ для отдельных образцов, округлив его до $1 \cdot 10^{-6}$ K^{-1} ($^{\circ}C^{-1}$).

В случае проявления стеклования испытуемого образца вычисляют средний коэффициент линейного теплового расширения до и после стеклования.

Примечания:

1 В качестве эталонного образца рекомендуется использовать кварц или алюминий.

2 Если используют приборы, обеспечивающие измерение разности длин испытуемого и эталонного образцов, то ΔL_{Spm} – это разность длин испытуемого и эталонного образцов, а ΔL_{Ref} равно нулю. L_0 должна быть одинаковой для испытуемого и эталонного образцов.

8.1.3 Температура стеклования

Температуру стеклования определяют как точку пересечения касательных к ТМА кривой до и после стеклования (рисунок 3).

Примечание – Экстраполированная начальная температура стеклования T_{eig} и экстраполированная конечная температура стеклования T_{efg} могут быть определены из дифференциальной ТМА (ДТМА) кривой как точки пересечения касательной к точке изгиба с экстраполированной базовой линией перед стеклованием и с экстраполированной базовой линией после стеклования соответственно. Размер области стеклования определяют как $T_{efg} - T_{eig}$.

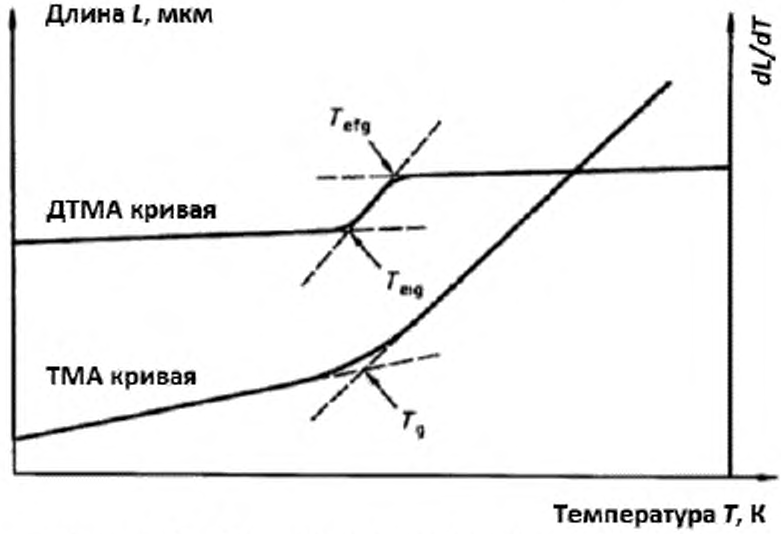

Рисунок 3 – Определение температуры стеклования

8.1.4 Усредненная температура

Вычисляют усредненную температуру (см. 3.2.2) с точностью до ± 0,1 К (°С) для каждого образца, затем вычисляют среднее значение и округляют до целого числа.

8.2 Прецизионность

Круговые испытания с использованием метода А были проведены в США, их результаты показали прецизионность от ± 2,6 % до ± 12,0 %.

Круговые испытания с использованием метода Б были проведены в Японии, их результаты показали что коэффициент вариации составляет от 0,99 % до 14,37 % (приложение А).

9 Протокол испытаний

В протоколе испытаний указывают:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) все необходимые детали для полной идентификации испытуемого материала или изделия (номер партии и т. д);

в) тип испытуемого образца, его размеры, способ изготовления и его ориентацию по отношению к листу или изделию, из которого он вырезан;

г) сведения о кондиционировании образца, если оно проводилось;

д) тип используемого ТМА оборудования;

е) форму и размеры измерительного зонда;

ж) материалы, используемые для калибровки и полученные значения;

и) условия проведения испытаний (скорость нагрева, используемый газ, скорость потока газа, *температуру и время термообработки*, интервал температур, в котором измерялся средний коэффициент линейного теплового расширения; усредненную температуру);

к) данные об используемом эталонном образце;

л) результаты испытаний (значение коэффициента линейного теплового расширения α для каждого образца, среднеарифметическое значение $\overline{\alpha}$ и стандартное отклонение, значение среднего коэффициента линейного теплового расширения α для каждого образца, среднеарифметическое значение $\overline{\alpha}$ и стандартное отклонение, температуру стеклования и полученные ТМА кривые);

м) описание других действий, не указанных в настоящем стандарте и/или соглашении между заинтересованными сторонами;

н) дату(ы) проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность и повторяемость данных по определению среднего коэффициента линейного теплового расширения с использованием ТМА

Прецизионность данных по определению среднего коэффициента линейного теплового расширения методом А с помощью круговых испытаний представлена в таблице А.1.

В круговых испытаниях приняли участие восемь лабораторий США, использовавшие шесть разных моделей оборудования, образцы длиной 8 мм, диапазон температур 100 °С.

Таблица А.1 – Прецизионность данных при использовании метода А (США)

Средний коэффициент линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$, K^{-1} ($°C^{-1}$)	Прецизионность, %	Максимальное отклонение, %
$\overline{\alpha} \geq 20 \cdot 10^{-6}$	± 2,6	3,7
$20 \cdot 10^{-6} > \overline{\alpha} \geq 5 \cdot 10^{-6}$	± 5,1	7,8
$5 \cdot 10^{-6} > \overline{\alpha} \geq 1 \cdot 10^{-6}$	± 12	61

Повторяемость данных по определению коэффициента линейного теплового расширения для разных материалов методом Б, полученных при круговых испытаниях, представлены в таблице А.2. В круговых испытаниях принимали участие пять лабораторий Японии.

Таблица А.2 – Повторяемость данных для разных материалов с использованием метода Б (Япония)

Материал *(интервал температур)*	Средний коэффициент линейного теплового расширения $\overline{\alpha}$, K^{-1}	Стандартное отклонение S_R, K^{-1}	Коэффициент вариации $S_R/\overline{\alpha}$ %
Полиэтилен (от 30 °С до 60 °С)	147,4 10^{-6}	6,11 10^{-6}	4,14
Полиэтиленоксид (от 30 °С до 120 °С)	106,5 10^{-6}	3,63 10^{-6}	3,41
Полимид (от 30 °С до 200 °С)	17,5 · 10^{-6}	2,51 10^{-6}	14,37
Полимидная пленка (от 30 °С до 200 °С)	25,4 · 10^{-6}	1,58 · 10^{-6}	6,21
Алюминий (от 30 °С до 120 °С)	25,1 · 10^{-6}	0,25 10^{-6}	0,99
Алюминий (от 30 °С до 240 °С)	25,8 · 10^{-6}	0,37 10^{-6}	1,44

Приложение Б
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок

Полный перечень нормативных ссылок приведен в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Раздел 2. «Нормативные ссылки»	Ссылка на ISO 291 «Пластмассы. Стандартные атмосферы для кондиционирования и испытания» заменена ссылкой на ГОСТ 12423-2013 «Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб)». Ссылка на ISO 11359-1:1999 «Пластмассы. Термомеханический анализ (TMA). Часть 1. Общие принципы» заменена ссылкой на ГОСТ 32618.1–2014 «Пластмассы. Термомеханический анализ (TMA). Часть 1. Общие принципы»

Приложение В
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица В.1

Структура международного стандарта ISO 11359-2 : 1999		Структура межгосударственного стандарта	
Приложение	А	Приложение	А
	–		Б
	–		В
Библиография		–	
Примечание – Сравнение структур стандартов приведено, начиная с приложения, т.к. предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.			

УДК 678.762.2.001.4:006.354 МКС 83.080 MOD

Ключевые слова: пластмассы, термомеханический анализ (ТМА), тепловое расширение, коэффициент линейного теплового расширения, средний коэффициент линейного теплового расширения, дифференциальный коэффициент линейного теплового расширения, стеклование, температура стеклования, эталонный образец

Подписано в печать 01.12.2014. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,86. Тираж 37 экз. Зак. 4746.

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