ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56753— 2015 (ИСО 6721-11:2012)

Пластмассы

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ

Часть 11

Температура стеклования

ISO 6721-11:2012
Plastics — Determination of dynamic mechanical properties — Part 11: Glass transition temperature (MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик» и Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 ноября 2015 г. № 1955-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 6721-11:2012 «Пластмассы. Определение механических свойств при динамическом нагружении. Часть 11. Температура стеклования» (ISO 6721-11:2012 «Plastics — Determination of dynamic mechanical properties — Part 11: Glass transition temperature»).

Раздел 11, не включенный в основную часть настоящего стандарта, приведен в дополнительном приложении ДА. Нумерация приложений изменена в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001 (подпункт 3.12.9). Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ.

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 ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Пластмассы

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ

Часть 11

Температура стеклования

Plastics. Determination of dynamic mechanical properties. Part 11. Glass transition temperature

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения температуры стеклования (T_g) измерением динамических механических свойств при линейном температурном сканировании в режиме нагревания. Температура стеклования характеризует переход вещества из стеклообразного состояния в эластичное.

Методы и связанные с ними методики, обычно обозначаемые как динамический механический анализ, могут применяться к неармированным и наполненным пластмассам, пенам, резинам и клеям, а также к армированным пластмассам (полимерным композитным материалам). В зависимости от формы исходного материала могут использоваться различные режимы динамического механического анализа (такие как изгиб, сжатие, растяжение).

Примечание — Для испытаний, проводимых в режиме изгиба или кручения, предусмотрена дополнительная методика для определения степени влияния тепловой инерции на результаты измерений (см. приложение А).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующий стандарт:

ГОСТ Р 56801—2015 (ИСО 6721-1:2011) Пластмассы. Определение механических свойств при динамическом нагружении. Часть 1. Общие принципы *(ИСО 6721-1:2011, MOD)*

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 термины по *ГОСТ Р 56801*, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **температура стеклования T_g, °С** (glass transition temperature): Температура точки перегиба на кривой модуля упругости в области перехода стеклования.

Примечания

1 Температура стеклования часто близка к температуре пика на кривой модуля потерь (рисунок 1, точка 1).

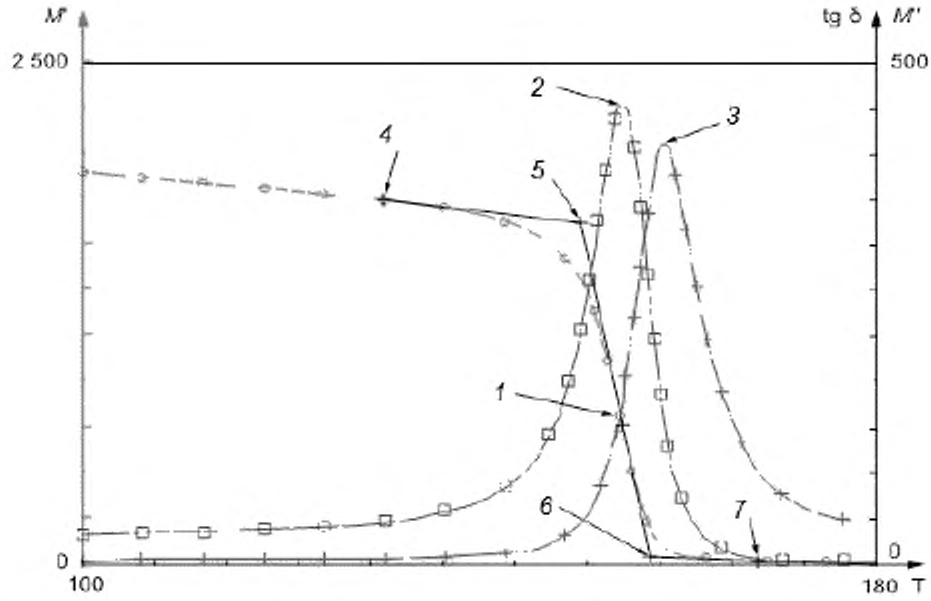
2 См. рисунок 1, точка 1.

3.2 **температура экстраполированного начала T_{onset}, °С** (temperature at onset): Температура, соответствующая началу перехода стеклования, определяемая в точке пересечения двух касательных к кривой модуля упругости.

Примечания

1 Первая касательная является продолжением линейного участка кривой до перехода, а вторая строится в точке перегиба на кривой в области перехода стеклования (рисунок 1, точка 5).

2 См. рисунок 1, точка 5.



1 — точка перегиба на кривой модуля упругости, T_g; *2* — пик на кривой модуля потерь, T_{loss}; *3* — пик на кривой тангенса угла механических потерь, T_{tg}; *4* — начало перехода на кривой модуля упругости; *5* — экстраполированное начало перехода на кривой модуля упругости, T_{onset}; *6* — экстраполированное окончание перехода на кривой модуля упругости; *7* – окончание перехода на кривой модуля упругости; *T* — температура, °С; *M'* – динамический модуль упругости, МПа; *M"* — модуль потерь, МПа; tgδ – тангенс угла механических потерь

Рисунок 1 — Графики изменения механических характеристик в зависимости от температуры

3.3 **температура пика модуля потерь T_{loss}, °С** (temperature at peak of loss modulus data): Температура пика на кривой модуля потерь.

Примечание — См. рисунок 1, точка 2.

3.4 **температура пика тангенса угла механических потерь T_{tg}, °С** (temperature at peak of tan delta data): Температура пика на кривой тангенса угла механических потерь.

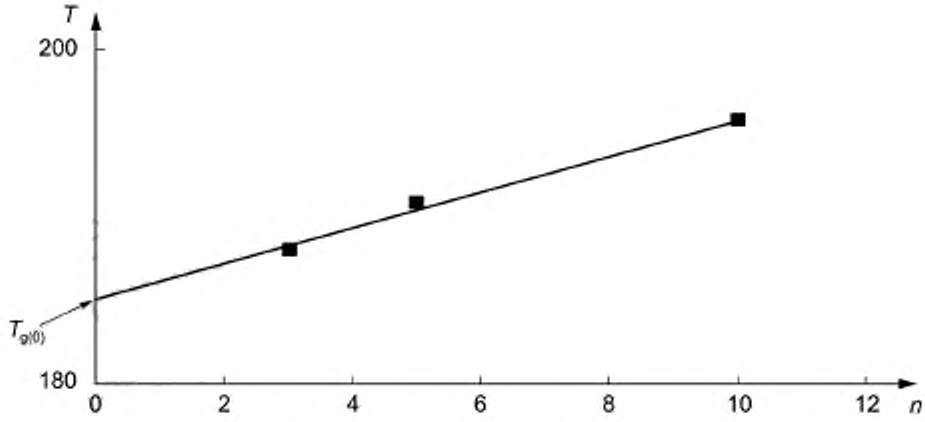
Примечания

1 См. рисунок 1, точка 2.

2 В англоязычной литературе для температуры пика тангенса угла механических потерь принято сокращение $T_{tan\ delta}$.

3.5 **справочное значение температуры стеклования $T_{g(0)}$, °С** (reference glass transition temperature): Значение температуры, экстраполированное на скорость нагревания 0 °С/мин, использующееся в качестве требований спецификаций и договоров.

Примечание — См. рисунок 2.



n — скорость нагревания, °С/мин; T — температура, °С; $T_{g(0)}$ — экстраполированное значение температуры стеклования при скорости нагревания 0 °С/мин; ■ — результаты измерения при указанной скорости нагревания

Рисунок 2 — Определение $T_{g(0)}$ при 0 °С/мин по калибровочному графику

3.6 **значение температуры стеклования для контроля качества $T_{g(n)}$, °С** (QA glass transition temperature): Значение, определенное по калибровочной кривой при скорости нагревания n °С/мин, использующееся по согласованию заинтересованных сторон для контроля качества, осуществляемом на оборудовании, результаты измерения на котором зависят от скорости нагревания (не путать с экстраполированным значением $T_{g(0)}$).

Примечание — См. 9.3.2.

4 Сущность метода

Образец с известной геометрией устанавливают в подходящем устройстве механического нагружения в закрытой температурной камере (печи), обеспечивающей нагревание с постоянной скоростью. К образцу с заданной частотой прикладывают переменную нагрузку, одновременно регистрируя изменение вязкоупругих свойств материала как функцию температуры. Полученные в процессе испытания значения нагрузки и смещения (см. *ГОСТ Р 56801*) используются для определения динамических свойств (модуль упругости, модуль потерь и тангенс угла механических потерь). Температуру стеклования (T_g) определяют в точке перегиба на кривой зависимости модуля упругости от температуры. Описанная методика испытания сводит к минимуму погрешности, величины которых зависят от скорости нагревания, возникающие из-за тепловой инерции образца и предположения, что температура образца равна измеряемой температуре внутри печи.

5 Оборудование и материалы

5.1 Динамический механический анализатор

Оборудование должно обеспечивать нагревание образца со скоростью от 1 до 10 °С/мин в требуемом интервале температур и механическое воздействие на образец с опорной частотой 1 Гц. Оборудование должно обеспечивать постоянную скорость нагревания с точностью ± 5 %.

Прибор должен непрерывно регистрировать значения нагрузки, приложенной к образцу, и соответствующего смещения, в зависимости от измеряемой температуры, для определения модуля упругости, модуля потерь и тангенса угла механических потерь ($\mathrm{tg}\delta$). Рабочие диапазоны нагрузки и смещения должны быть достаточными для испытываемых образцов.

Примечание — *В англоязычной литературе для тангенса угла механических потерь принято сокращение tan delta или tan δ.*

Прибор должен быть откалиброван в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации (см. приложение Б).

5.2 Устройства для измерения размеров образца для испытания

Устройства для измерения размеров образца — по *ГОСТ Р 56801, пункт 5.6.*

6 Образцы для испытания

6.1 Общие положения

Подготовка образцов — по *ГОСТ Р 56801, пункт 6.1.*

6.2 Форма и размеры

Форма и размеры образцов должны соответствовать используемому оборудованию и режиму испытания.

6.3 Подготовка

Подготовка образцов проводится в соответствии с *ГОСТ Р 56801, пункт 6.3.*

7 Количество образцов

Количество образцов — по *ГОСТ Р 56801, раздел 7.*

Для определения влияния скорости нагревания в соответствии с 9.2 должны быть подготовлены дополнительные образцы (не менее трех).

8 Кондиционирование образцов

Кондиционирование образцов — по *ГОСТ Р 56801, раздел 8.*

9 Проведение испытания

9.1 Атмосфера испытания

Атмосфера испытания — по *ГОСТ Р 56801, пункт 9.1.*

Примечание — Измерения должны проводиться в статической *или динамической* атмосфере воздуха или в инертном газе. При этом калибровка прибора и испытания образцов должны производиться в одинаковых условиях.

9.2 Определение влияния скорости нагревания

9.2.1 Методика определения влияния скорости нагревания

Прибор калибруют в соответствии с приложением Б. Датчик температуры в приборе устанавливают максимально близко к образцу, таким образом, чтобы они не соприкасались. Положение датчика должно оставаться неизменным при последующих испытаниях образцов. При сдвиге датчика может потребоваться повторная калибровка прибора (см. приложение Б).

Для определения влияния скорости нагревания проводят испытания по методу А (см. 9.3.1).

9.2.2 Результаты определения влияния скорости нагревания

Если значения температуры в точках перегиба, полученные при различных скоростях нагревания, отличаются друг от друга более чем на ± 2 °С, используют метод А (см. 9.3.1).

Примечание — Для этого случая существует методика для контроля качества, позволяющая уменьшить время испытания (см. 9.3.2).

Если результаты, полученные при различных скоростях нагревания, отличаются менее чем на ± 2 °С, используют метод В (см. 9.3.3).

9.3 Проведение испытания

9.3.1 Метод А — Если результаты измерения зависят от скорости нагревания

Образец устанавливают в прибор.

Нагревают образец с постоянной скоростью 3, 5 и 10 °С/мин от температуры по крайней мере на 50 °С ниже температуры начала перехода до температуры, не менее чем на 50 °С превышающей температуру окончания перехода. Для каждого измерения используют новый образец.

Измерения проводят при опорной частоте 1 Гц.

Режим нагружения выбирают таким образом, чтобы деформация образца находилась в пределах области упругости испытуемого материала. Амплитуда силы деформации должна поддерживаться постоянной в пределах ± 10 % от первоначального значения.

Регистрируют значения нагрузки и смещения образца в зависимости от температуры. Рассчитывают значения модуля упругости, модуля потерь и тангенса угла механических потерь и строят график зависимости этих величин от температуры (см. рисунок 1). Для каждой скорости нагревания определяют температуру в точке перегиба на кривой модуля упругости (см. рисунок 1, точка 1).

Строят график зависимости температуры в точке перегиба от скорости нагревания, как показано на рисунке 2. Данные линейно экстраполируют на ось Y для получения значения при скорости нагревания 0 °С/мин. Записывают значение температуры, экстраполированное к скорости нагревания 0 °С/мин, как $T_{g(0)}$. Эти данные представляют собой калибровочный график, как показано на рисунке 2.

Примечание — Для облегчения определения экстраполированного значения может быть проведено дополнительное измерение со скоростью нагревания 1 °С/мин, однако при этом необходимо учитывать возможность изменения состояния образца (например, степени отверждения) в процессе измерения.

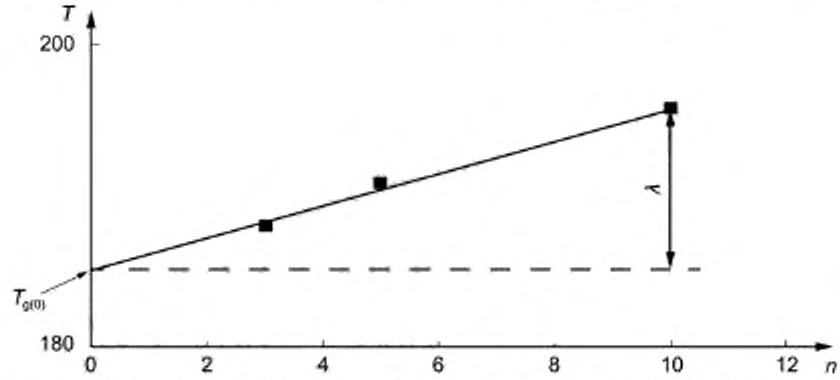
9.3.2 Метод QA — Контроль качества — Если результаты измерения зависят от скорости нагревания

По калибровочному графику определяют поправку λ, °С, к $T_{g(0)}$ для данной скорости нагревания. Для последующих испытаний используется значение $T_{g(n)}$, равное $T_{g(0)} + \lambda$ (в данном случае $T_{g(10)}$, см. рисунок 3).

Измеренные показатели для контроля качества (QA), например, $T_{g(10)}$, не должны использоваться для сравнения с другими результатами, полученными при данной скорости нагревания, но на другом оборудовании, в другой лаборатории или другим оператором. Такие сравнения должны проводиться только с использованием $T_{g(0)}$.

9.3.3 Метод В — Если результаты измерения не зависят от скорости нагревания

Проводят испытание подобно методу А с одной скоростью нагревания, выбранной из указанных в 9.3.1. По полученным данным строят график зависимости модуля упругости от температуры, и по точке перегиба на кривой модуля упругости определяют температуру T_g.



λ — поправка к температуре при заданной скорости нагревания, °С; n — скорость нагревания, °С/мин; T — температура, °С; $T_{g(0)}$ — экстраполированное значение температуры стеклования при скорости нагревания 0 °С/мин; ■ — результаты измерения при указанной скорости нагревания

Рисунок 3 — Определение $T_{g(n)}$ для заданной скорости нагревания по калибровочному графику

10 Обработка результатов

Приводят значения $T_{g(0)}$, $T_{g(n)}$ или T_g, определенные по методу А (9.3.1), QA (9.3.2) или В (9.3.3). При необходимости указывают значения T_{onset}, T_{loss} и T_{tg}.

11 Протокол испытания

Протокол испытаний должен соответствовать *ГОСТ Р 56801, раздел 12*, со следующими дополнениями:

a) используемый метод (A, QA или B);

b) график зависимости модуля упругости, модуля потерь и тангенса угла механических потерь (tgδ) от температуры, с отмеченными на нем характеристическими точками;

c) значения $T_{g(0)}$, $T_{g(n)}$ или T_g (в зависимости от использованного метода), т.е. для метода А — $T_{g(0)}$, для метода QA — $T_{g(n)}$, или для метода В — T_g, а также, при необходимости, T_{onset}, T_{loss}, T_{tg};

d) калибровочный график (см. рисунок 2), если использовался.

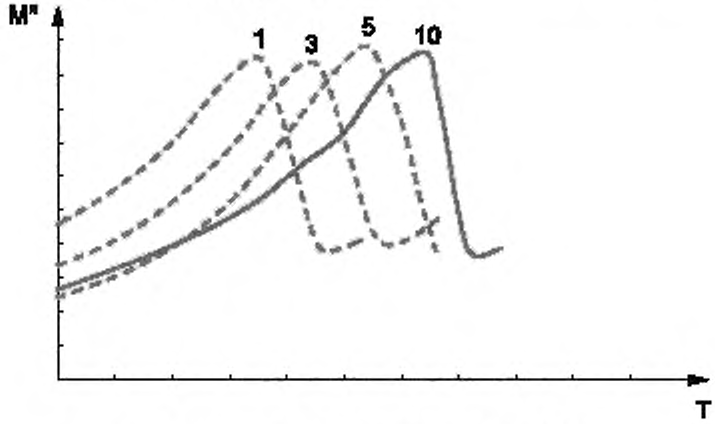
Приложение А
(справочное)

Оценка влияния скорости нагревания с использованием контрольного образца

А.1 Методика оценки — только для испытаний на изгиб и кручение

В настоящей методике используются стандартные образцы температуры в форме параллелипипеда, состоящие из слоистого пластика на основе углеродного волокна и эпоксидного связующего с запрессованной в центральной части тонкой полосой индия.

Используя требуемый режим нагружения, проводят измерения данного образца при четырех различных скоростях нагревания n (1, 3, 5 и 10 °С/мин) и для каждой скорости нагревания строят график зависимости модуля потерь от температуры. По резкому падению на кривой модуля потерь (см. рисунок А.1) определяют температуру плавления запрессованного в образец индия.



T — температура, °С; *M"* — модуль потерь, МПа

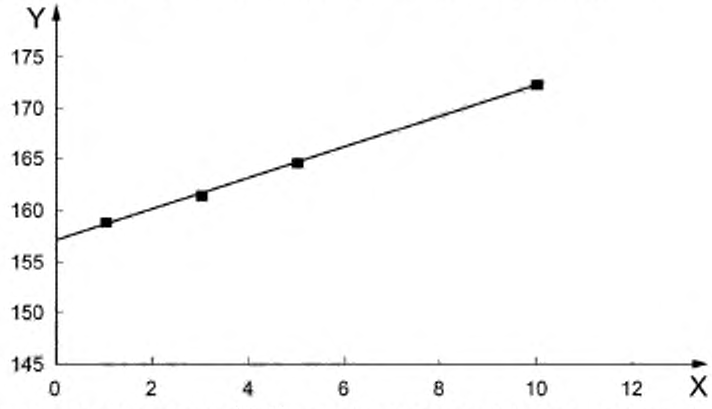
Рисунок А.1 — Резкое уменьшение модуля потерь, указывающее на плавление индия внутри стандартного образца

А.2 Анализ данных

Данные обрабатывают следующим образом:

a) регистрируют температуру, непосредственно предшествующую падению модуля потерь, вызванному плавлением индия;

b) строят график зависимости полученных температур от скорости нагревания и определяют чувствительность результатов измерения к скорости нагревания (см. рисунок А.2.)



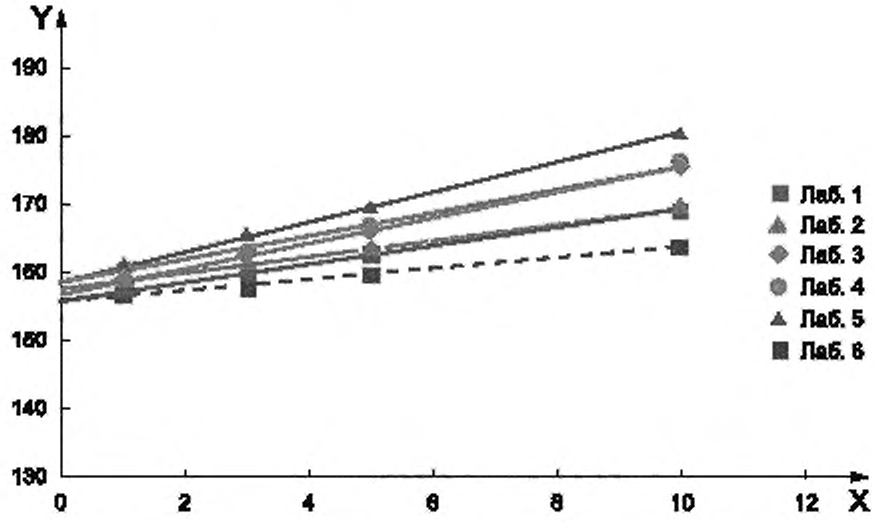
X — скорость нагревания, °С; *Y* — кажущаяся температура плавления индия, °С

Рисунок А.2 — График зависимости кажущейся температуры плавления индия (определенной по графику модуля потерь) от скорости нагревания

А.3 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний с использованием стандартного образца температуры приведены на рисунке А.3.

Результаты были получены в шести лабораториях. При испытаниях использовались приборы трех различных изготовителей и два режима испытания. Среднее отклонение для экстраполированного к нулевой скорости нагревания значения температуры плавления индия составило 0,6 °С (от 0,2 до 1,2 °С). Это значение получено по результатам шести серий измерений.



X — скорость нагревания, °С; *Y* — кажущаяся температура плавления индия, °С

Рисунок А.3 — Графики зависимости кажущейся температуры плавления индия от скорости нагревания по данным шести лабораторий

Приложение Б
(обязательное)

Проведение калибровки

Б.1 Калибровка оборудования

Должна быть проведена механическая калибровка прибора с держателем образца, используемым для проведения испытаний, в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В зависимости от типа прибора и используемого держателя методики калибровки могут различаться.

Механическая калибровка обычно подразумевает измерение податливости жесткого, как правило стального стержня.

Калибровку прибора проводят регулярно и при изменении режима испытания.

Б.2 Температурная калибровка

a) при комнатной температуре сравнивают показания прибора и поверенного термометра;

b) показания прибора считаются приемлемыми, если разница в показаниях прибора и поверенного термометра находится в пределах ±1 °С;

c) если разница превышает ±1 °С, проверяют, не была ли в результате калибровки прибора применена коррекция температурной шкалы. В этом случае отключают коррекцию температуры и повторяют пункт a);

d) если разница в показаниях неудовлетворительна, может потребоваться проверка температурного датчика.

Калибровку прибора проводят регулярно, при изменении атмосферы испытания, а также в случае сдвига или замены датчика температуры.

Приложение ДА
(справочное)

Элементы примененного международного стандарта, не включенные в основную часть настоящего стандарта

ДА.1 Раздел 11 Прецизионность

11 Прецизионность

Информацию по прецизионности данного метода планируется внести в настоящий стандарт после завершения межлабораторных испытаний.

Примечание — Раздел исключен, так как он не соответствует требованиям ГОСТ 1.5—2001 (п. 7.9.11).

Приложение ДБ
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта

Таблица ДБ.1

Структура международного стандарта ИСО 6721-4:2008	Структура настоящего стандарта
Раздел 11	—
Раздел 12	Раздел 11
Приложение А	Приложение Б
Приложение В	Приложение А
Примечания 1 Сопоставление структуры стандартов приведено, начиная с раздела 11, так как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны. 2 Раздел 11 исключен, так как он не соответствует требованиям ГОСТ 1.5—2001 (п. 7.9.11). 3 Нумерация приложений изменена в соответствии с требованиями ГОСТ 1.5—2001 (пункт 3.12.9)	

УДК 678.017:006.354 ОКС 83.080.01 MOD

Ключевые слова: пластмассы, динамическое нагружение, температура стеклования, композитные материалы

Редактор *В.М. Костылева*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.С. Самарина*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 46.

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