ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56756— 2015 (ИСО 11357-6: 2008)

ПЛАСТМАССЫ

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Часть 6

Определение времени окислительной индукции (изотермическое ВОИ) и температуры окислительной индукции (динамическая ТОИ)

ISO 11357-6:2008
Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)
(MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов», Государственным научным центром Российской Федерации совместно с Открытым акционерным обществом «НПО Стеклопластик», Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» и Открытым акционерным обществом «Институт пластмасс имени Г.С. Петрова» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

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 24 ноября 2015 г. № 1958-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11357-6:2008 «Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 6. Определение времени окислительной индукции (изотермическое OIT) и температуры окислительной индукции (динамическая OIT)» (ISO 11357-6:2008 «Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)».

В настоящем стандарте ссылки на международные стандарты заменены ссылками на межгосударственные и национальные стандарты Российской Федерации.

Дополнительные слова и фразы, 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 (www.gost.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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Аппаратура и материалы . . . 3
6 Образцы для испытания . . . 4
7 Условия проведения испытания и кондиционирования образцов для испытания . . . 4
8 Калибровка . . . 5
9 Проведение испытания . . . 5
10 Обработка результатов . . . 7
11 Прецизионность и систематическая погрешность . . . 9
12 Протокол испытания . . . 10
Библиография . . . 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЛАСТМАССЫ

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Часть 6

Определение времени окислительной индукции (изотермическое ВОИ) и температуры окислительной индукции (динамическая ТОИ)

Plastics. Differential scanning calorimetry (DSC).
Part 6. Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and oxidation induction temperature (dynamic OIT)

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения времени окислительной индукции (изотермическое ВОИ) и температуры окислительной индукции (динамическая ТОИ) полимерных материалов с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и распространяется на полиолефины в виде сырьевых материалов в нестабилизированной и стабилизированной формах, смесей на их основе и готовых изделий.

Метод, установленный в настоящем стандарте, можно применять и для других пластмасс.

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 5583—78 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

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

ГОСТ 12019—66 Пластмассы. Изготовление образцов для испытания из термопластов. Общие требования

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ Р 55134—2012 (ИСО 11357-1:2009) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы (ИСО 11357-1:2009, 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 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

Издание официальное

изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт утвержден 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 55134*, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **время окислительной индукции (изотермическое ВОИ), мин:** Условный показатель, характеризующий сопротивление стабилизированного материала окислительной деструкции, определенный калориметрическим измерением временного интервала до начала экзотермического окисления материала при заданной температуре в атмосфере воздуха или кислорода и при атмосферном давлении.

3.2 **температура окислительной индукции (динамическая ТОИ), °С:** Относительный показатель сопротивления стабилизированного материала окислительной деструкции, определенный калориметрическим измерением температуры начала экзотермического окисления материала, который нагревается с заданной скоростью в атмосфере воздуха или кислорода при атмосферном давлении.

4 Сущность метода

4.1 Общие положения

Метод заключается в определении времени, в течение которого, или температуры, до достижения которой антиоксидантная стабилизирующая система, присутствующая в образце для испытания, препятствует окислению при выдержке образца в изотермическом режиме при заданной температуре или его нагреванию с постоянной скоростью в атмосфере кислорода или воздуха. Время или температура окислительной индукции представляет собой оценку уровня (или степени) стабилизации испытуемого материала. Высокие температуры испытания приведут к более короткому времени окислительной индукции; бóльшие скорости нагрева приведут к увеличению температуры окислительной индукции. Температура и время окислительной индукции зависят также от площади поверхности испытуемого образца. Следует иметь в виду, что испытания с использованием чистого кислорода, приведут к уменьшению температуры или времени окислительной индукции по сравнению с испытаниями, проводимыми в атмосферном воздухе.

Примечание — Температура или время окислительной индукции могут указывать на эффективность антиоксиданта, присутствующего в образце для испытаний. Следует, однако, с осторожностью интерпретировать полученные данные, так как кинетика окислительной реакции зависит от температуры и собственных свойств добавок, содержащихся в данном образце. Например, данные температуры или времени окислительной индукции часто используют при выборе оптимальных составов пластмасс. Нестабильные антиоксиданты или различия в энергии активации реакций окисления могут приводить к получению заниженных значений температуры или времени окислительной индукции, хотя антиоксиданты могут выполнять свои функции при эксплуатации готового изделия при заданной температуре.

4.2 Время окислительной индукции (изотермическое ВОИ)

Образец и эталонный материал нагревают при постоянной скорости в среде инертного газа (азота). Когда заданная температура достигнута, заменяют среду инертного газа на кислородную или воздушную среду при неизменной скорости потока. Затем образец выдерживают при постоянной температуре до тех пор, пока реакция окисления не отобразится на термической кривой. Изотермическое ВОИ — это время между началом подачи кислорода или воздуха в измерительную ячейку и началом реакции окисления. На начало окисления указывает резкое увеличение выделяемого тепла, которое можно наблюдать с помощью дифференциального сканирующего калориметра (ДСК). Изотермическое ВОИ определяют согласно 9.6.1.

4.3 Температура окислительной индукции (динамическая ТОИ)

Образец и эталонный материал нагревают при постоянной скорости в атмосфере кислорода или воздуха до тех пор, пока реакция окисления не отобразится на термической кривой. Динамическая ТОИ — это температура начала реакции окисления. На начало окисления указывает резкое увеличение выделяемого тепла, которое можно наблюдать с помощью дифференциального сканирующего калориметра (ДСК). Динамическую ТОИ определяют согласно 9.6.2.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Общие положения

См. *ГОСТ Р 55134 (раздел 5)*, подразделы *5.5—5.8* применяют при необходимости (подразделы 5.7 и 5.8 применяют только при измерении времени окислительной индукции).

5.2 Прибор ДСК

Прибор ДСК должен обеспечивать температуру не менее 500 °С. При определении времени окислительной индукции обеспечивают отклонение от заданной температуры испытания не более ±0,3 °С в течение всего времени испытания — обычно 60 мин.

При проведении высокоточных измерений рекомендуется обеспечивать отклонение от заданной температуры испытания не более ±0,1 °С.

5.3 Тигли

Образцы помещают в открытые или закрытые вентилируемые тигли, которые обеспечивают эффективный газообмен с окружающей средой. Рекомендуется использовать тигли, изготовленные из алюминия. Тигли, изготовленные из других материалов, используют по согласованию между заинтересованными сторонами.

Примечание — Химический состав материала тигля может оказывать значительное влияние на результаты определения температуры или времени окислительной индукции (включая любые, связанные с ним каталитические эффекты). Выбор материала тигля зависит от предполагаемого назначения испытуемого материала. Для испытания полиолефинов, используемых в производстве проволоки и кабелей, применяют медные или алюминиевые тигли, а для полиолефинов, используемых для изготовления геомембран и барьерных пленок, применяют только алюминиевые тигли.

5.4 Расходометр

Для контроля газового потока используют устройство измерения скорости потока, например, ротаметр или пленочный расходомер с регулятором расхода. Устройства контроля подлежат калибровке *в установленном порядке*.

5.5 Кислород

Следует использовать кислород чистотой не менее 99,5 % (сверхсухой).

Рекомендуется применять кислород по ГОСТ 5583.

Предупреждение — Использование оборудования, содержащего газ высокого давления, требует правильного и надлежащего с ним обращения. Кроме того, кислород является сильным окислителем, который резко ускоряет процесс горения. Масло и консистентную смазку хранят вдали от оборудования, использующего или содержащего кислород.

5.6 Воздух

Следует использовать сухой сжатый воздух, не содержащий масла и консистентной смазки, *по ГОСТ 17433 (классы 0; 1; 3).*

5.7 Азот

Следует использовать азот чистоты не менее 99,99 % (сверхсухой).

Рекомендуется применять азот повышенной чистоты по ГОСТ 9293, допускается применение технического азота по ГОСТ 9293 с применением осушителя, рекомендованного изготовителем прибора.

5.8 Переключатели и контроллеры газа

Прибор ДСК, используемый для измерения времени окислительной индукции, требуется переключать из режима подачи азота в режим подачи кислорода или воздуха. Расстояние между местом переключения газа и измерительной ячейкой прибора должно быть возможно малым, с временем запаздывания менее чем 1 мин для сведения к минимуму объема переключения, *т.е объема азота, который поступил в измерительную ячейку после переключения из режима подачи азота в режим подачи кислорода или воздуха.* Соответственно, при расходе газа 50 см^3/мин объем переключения должен составить менее 50 см^3.

Примечание — Можно повысить точность измерения, если известно время запаздывания. Один из возможных способов определения времени запаздывания — проведение испытания с использованием нестабилизированного материала, который сразу же окисляется в присутствии кислорода. Время этого испытания позволит скорректировать последующие определения ВОИ и ТОИ.

6 Образцы для испытания

6.1 Общие положения

Образцы для испытания — см. *ГОСТ Р 55134 (раздел 6)*.

Образцы для испытаний должны иметь равномерную толщину (650 ± 100) мкм и параллельные поверхности, которые должны быть плоскими и не иметь заусенцев или царапин.

Примечание — Методы отбора материала и изготовления образцов для испытаний влияют на результаты испытания, поэтому их следует выбирать с учетом природы материала *или изделия*, его предварительной обработки, размеров и условий эксплуатации.

Кроме того, отношение площади поверхности образца к его объему, неоднородность образцов, остаточные напряжения или отсутствие контакта между образцом и тиглем могут уменьшать точность испытания.

Если требуется определить изменение ВОИ или ТОИ в зависимости от толщины образца, то может потребоваться использование образцов, толщина которых значительно меньше 650 мкм, что указывают в протоколе испытания.

6.2 Образцы из пластин, изготовленных методом прессования

Образцы для испытаний вырубают из пластин, изготовленных методом прессования *по ГОСТ 12019*, толщина пластины — по 6.1.

Кроме того, образец соответствующей толщины можно вырезать из пластины большей толщины, изготовленной методом прессования. Если в соответствующем стандарте на материал время выдержки при температуре прессования не установлено, выдерживают материал при температуре прессования в течение 5 мин. Для вырубки образца в виде диска диаметром меньшим, чем внутренний диаметр тигля, рекомендуется использовать фрезу. Размеры образцов в виде диска должны быть такими, чтобы образец был горизонтально расположен в тигле, не допускается складывать образцы для увеличения массы.

Примечание — Масса образцов для испытания зависит от диаметра диска. Образцы диаметром 5,5 мм, вырезанные из листа, будут иметь массу от 12 до 17 мг в зависимости от плотности материала.

6.3 Образцы из пластин, изготовленных методом литья под давлением или экструзии

Образцы для испытаний можно также получить из пластин, изготовленных методом литья под давлением *по ГОСТ 12019*, толщина пластины — по 6.1.

Примечание — Образцы из пластин, изготовленные методами литья под давлением или экструзии могут быть также получены в соответствии с международными стандартами [1]—[3].

Для вырубки образца в виде диска диаметром меньшим, чем внутренний диаметр тигля, рекомендуется использовать фрезу.

Образцы также можно вырезать из пластин, изготовленных методом экструзии. В этом случае образец вырезают перпендикулярно направлению экструзии. Необходимо провести визуальный осмотр образца, для того чтобы убедиться в отсутствии в нем пустот. Для вырезания образцов толщины (650 ± 100) мкм следует использовать микротом.

6.4 Образцы из готовых изделий

Примерами готовых изделий могут служить трубы и фитинги. Образцы в виде дисков толщиной (650 ± 100) мкм вырезают из готового изделия. Образцы из толстостенных изделий рекомендуется изготовлять следующим образом: вырезают цилиндр из стенки изделия, используя корончатое сверло, направленное радиально через стенку изделия, внутренний диаметр сверла должен быть несколько меньше чем внутренний диаметр тигля для испытаний. Следует соблюдать осторожность, чтобы не перегреть образец во время вырезания. Диски заданной толщины вырезают из полученного цилиндра, рекомендуется использовать микротом. Если необходимо изучить поверхностные эффекты, диски вырезают из внутренних и наружных слоев, при испытании поверхность, соответствующая готовому изделию, должна быть обращена вверх. Если требуются характеристики основного материала, вырезают диск из средней части цилиндра путем удаления наружных и внутренних слоев.

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

8.1 Время окислительной индукции (изотермическое ВОИ)

Применяют двухточечную методику калибровки. В качестве эталонных материалов для полиолефинов используют индий и олово, т. к. их температуры плавления охватывают заданный диапазон температур (от 180 °С до 230 °С). При испытаниях других пластмасс могут потребоваться другие эталонные материалы. Прибор калибруют в соответствии с *ГОСТ Р 55134 (раздел 8)*. Калибровку проводят в атмосфере азота с применением закрытых тиглей.

Следует использовать следующие режимы, если методика калибровки не предусматривает корректировку скорости нагревания:

Индий: до температуры 145 °С — со скоростью 10 °С/мин, при температуре от 145 °С до 165 °С — со скоростью 1 °С/мин.

Олово: до температуры 220 °С — со скоростью 10 °С/мин, при температуре от 220 °С до 240 °С — со скоростью 1 °С/мин.

8.2 Температура окислительной индукции (ТОИ)

Калибровка — *по ГОСТ Р 55134, раздел 8*, в качестве газа для продувки используют азот или воздух.

9 Проведение испытания

9.1 Установка параметров прибора

Установка параметров прибора — *по ГОСТ Р 55134 (подраздел 9.1)*.

9.2 Загрузка испытуемых образцов в тигли

Загрузку испытуемых образцов в тигель проводят *по ГОСТ Р 55134 (подраздел 9.2)*.

Если образец для испытания отбирают с внутренней или наружной поверхности трубы или фитинга, его помещают в тигель анализируемой поверхностью, обращенной вверх. Образец взвешивают с точностью до ±0,5 мг, т. к. тепловой поток в данном случае не имеет первостепенного значения. Образец в виде диска помещают в тигель соответствующего типа. Если тигель необходимо закрыть крышкой, ее прокалывают для обеспечения доступа потока кислорода или воздуха к образцу. Не вентилируемые тигли не герметизируют.

9.3 Установка тиглей

Установка тиглей — *по ГОСТ Р 55134 (подраздел 9.3)*.

9.4 Поток азота, воздуха и кислорода

Скорости потока азота или газа для продувки при измерениях и калибровке должны быть одинаковыми. При любом изменении скорости потока проводят повторную калибровку. Обычно скорость потока газа — (50 ± 5) $см^3$/мин.

Скорость потока окисляющего газа — кислорода или воздуха должна быть равна скорости потока азота.

9.5 Установка чувствительности

Чувствительность прибора устанавливают таким образом, чтобы высота вертикальной ступеньки на кривой ступенчатого изменения составляла 50 % или более полной шкалы регистрирующего устройства. Приборы, управляемые с помощью программного обеспечения, не требуют такой регулировки.

9.6 Выполнение измерений

9.6.1 Время окислительной индукции (изотермическое ВОИ)

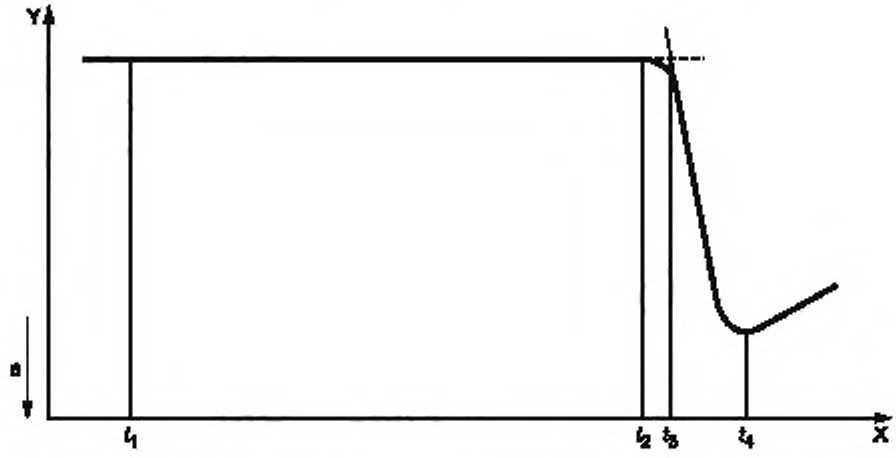
Загружают тигель с образцом и эталонный тигель при температуре окружающей среды. Перед проведением цикла нагрева прибор продувают азотом в течение 5 мин. Нагрев образца в потоке кислорода в соответствии с температурной программой начинают при температуре окружающей среды и продолжают со скоростью 20 °С/мин до достижения температуры испытания. Рекомендуется выбирать изотермические контрольные температуры, кратные 10 °С, и изменять температуру ступенчато с шагом 10 °С. Можно использовать другие температуры, если это установлено *в нормативном документе или технической документации* на материал или согласовано заинтересованными сторонами. Например, образцы, время окислительной индукции которых менее 10 мин, следует

испытать повторно при более низкой температуре. Образцы, время окислительной индукции которых более 60 мин, следует испытать повторно при более высокой температуре.

Когда заданная температура достигнута, нагревание согласно температурной программе прекращают и в течение 3 мин при заданной температуре образец доводят до равновесного состояния, *т. е. до прекращения изменения теплового потока.*

Регистрирующее устройство должно быть включено.

По истечении 3 мин азот заменяют кислородом или воздухом со скоростью потока, соответствующей скорости потока азота. Момент перехода на кислородный или воздушный поток отмечают как нулевой момент испытания. Заданную температуру поддерживают до тех пор, пока пройдет не менее 2 мин после наиболее крутой точки полученной изотермы (см. рисунок 1). Испытание допускается прекратить в том случае, если выполнены требования ко времени, установленные *в нормативном документе или технической документации* на продукцию или согласованные заинтересованными сторонами.



X — время; Y — скорость теплового потока; t_1 — переход на кислород или воздух (нулевой момент времени), t_2 — время, соответствующее началу окисления; t_3 — время окислительной индукции, определенное методом касательных; t_4 — время, соответствующее пику окисления; а — направление экзотермического эффекта

Рисунок 1 — Схематическая кривая *зависимости теплового потока от времени при определении* времени окислительной индукции (анализ методом касательных)

После окончания испытания переключают прибор на режим подачи азота и охлаждают измерительную ячейку до температуры окружающей среды. Если проводят дополнительное испытание, измерительную ячейку прибора охлаждают до температуры менее 60 °С.

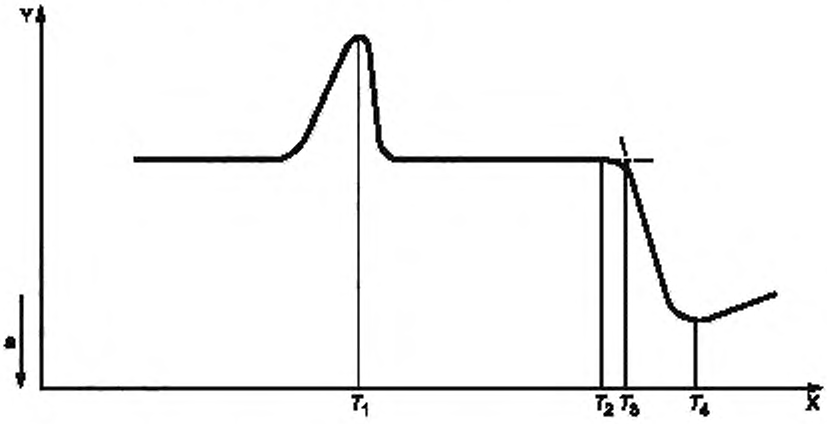
Число испытаний для каждого образца устанавливают по согласованию заинтересованных сторон. Рекомендуется проводить два испытания и вычислять среднеарифметическое значение, а также указывать максимальное и минимальное значения.

Примечание — Время окислительной индукции зависит от температуры и добавок в полимере. Поэтому экстраполирование или сравнение данных, полученных при различных температурах, недействительно, если оно не подтверждено экспериментальными результатами.

9.6.2 Температура окислительной индукции (динамическая ТОИ)

Перед проведением цикла нагрева прибор с тиглем для образцов и эталонным тиглем, загруженными при температуре окружающей среды, продувают в течение пяти минут газом, предназначенным для использования при измерении, т. е. кислородом или воздухом. Нагревание образца в соответствии с температурной программой в потоке кислорода или воздуха начинают при температуре окружающей среды и продолжают до тех пор, пока температура не окажется на 30 °С выше температуры, соответствующей наиболее крутой точки изотермы (см. рисунок 2). Рекомендуемые скорости нагрева —

10 °С/мин и 20 °С/мин. Испытание допускается прекратить в том случае, если выполнены требования ко времени, установленные *в нормативном документе или технической документации* на продукцию или согласованные заинтересованными сторонами.



X — температура; Y — скорость теплового потока, T_1 — температура расплава полимера; T_2 — температура начала окисления; T_3 — температура окислительной индукции, определенная методом касательных; T_4 — температура пика окисления; *a* — направление экзотермического эффекта

Рисунок 2 — Схематическая кривая *зависимости теплового потока от температуры при определении* температуры окислительной индукции (анализ методом касательных)

После окончания испытания прибор охлаждают до температуры окружающей среды. Если проводят дополнительное испытание, измерительную ячейку прибора охлаждают до температуры менее 60 °С.

Число испытаний для каждого образца устанавливают по согласованию заинтересованных сторон. Рекомендуется проводить два испытания и вычислять среднеарифметическое значение, а также указывать максимальное и минимальное значения.

9.7 Очистка *измерительной ячейки*

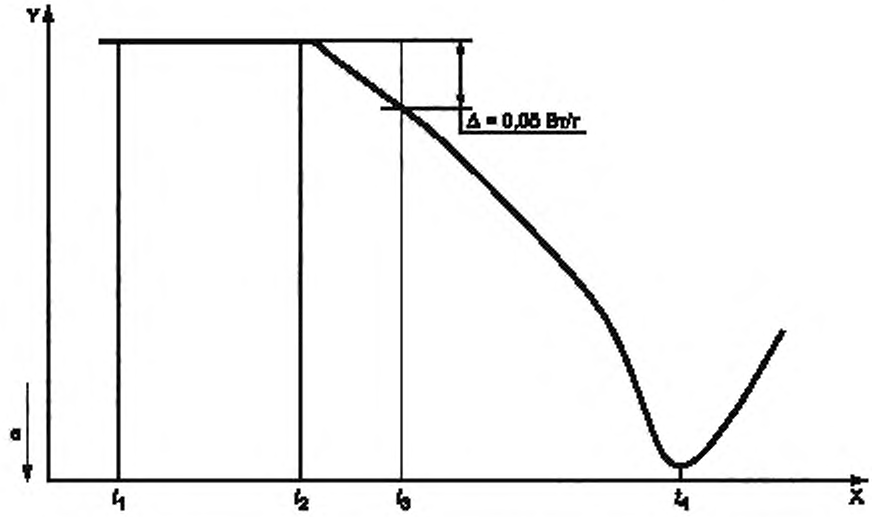
Загрязненную измерительную ячейку прибора ДСК очищают путем нагревания до температуры не менее 500 °С в течение 5 мин в потоке воздуха или кислорода, частота очистки — в соответствии с инструкцией к прибору, при получении большого разброса результатов испытания проводят внеплановую очистку. В качестве предупреждающего действия частота очистки определяется установленной лабораторной практикой.

10 Обработка результатов

Значения скорости теплового потока наносят на ось Y, а время или температуру, соответственно, на ось X. При расчете без применения программного обеспечения ось X расширяют, насколько это возможно, для облегчения анализа.

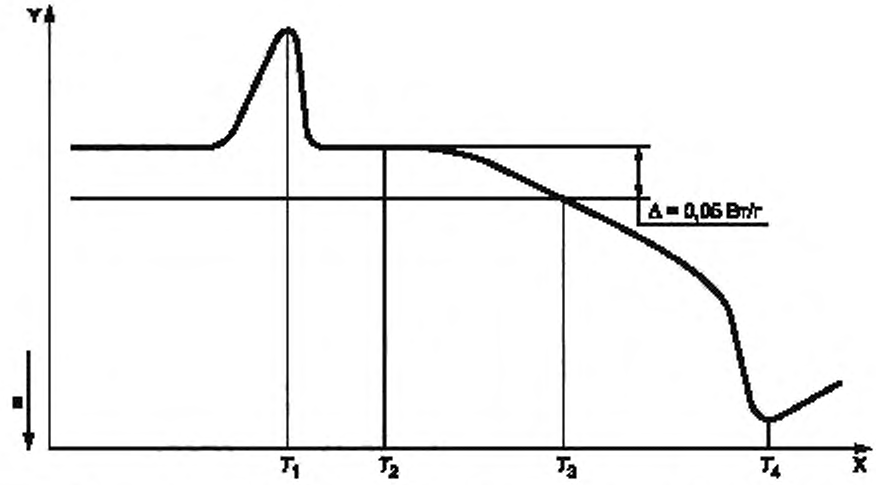
Полученную нулевую линию следует значительно продлить за начало изотермы окислительной реакции. Наиболее крутой линейный подъем изотермы экстраполируют таким образом, чтобы произошло пересечение с продленной нулевой линией (см. рисунки 1 или 2). Температуру или время окислительной индукции, соответствующие точке пересечения, определяют с точностью до трех значащих цифр. Метод касательных, описанный выше, представляет собой рекомендуемое средство определения точки пересечения, однако выбор соответствующей касательной к изотерме может быть затруднен, если экзотермический пик имеет передний фронт. Экзотермические пики с передними фронтами могут отмечаться, если реакция окисления протекает замедленно. Если выбор соответствующего наклона, используемого в методе касательных не очевиден, можно использовать метод смещения *(порогового*

отклонения). Наносят вторую нулевую линию параллельно первой на расстоянии не более 0,05 Вт/г (см. рисунки 3 или 4) от нее. Пересечение второй базовой линии с изотермой определяют как начало окисления.



X — время, Y — скорость теплового потока; t_1 — переход на кислород или воздух (нулевой момент времени); t_2 — время, соответствующее началу окисления; t_3 — время окислительной индукции, определенное методом смещения; t_4 — время, соответствующее пику окисления; *a* — направление экзотермического эффекта

Рисунок 3 — *Схематическая* кривая *зависимости теплового потока от времени при определении* времени окислительной индукции с передним фронтом (анализ методом смещения)



X — температура; Y — скорость теплового потока; T_1 — температура расплава полимера; T_2 — температура начала окисления; T_3 — температура окислительной индукции, определенная методом смещения; T_4 — температура пика окисления; *a* — направление экзотермического эффекта

Рисунок 4 — *Схематическая* кривая *зависимости теплового потока от температуры при определении* температуры окислительной индукции с передним фронтом (анализ методом смещения)

Наличие переднего фронта может быть обусловлено неудовлетворительным изготовлением образцов, т. е. образцы имеют разную толщину, не являются плоскими, имеют заусенцы и царапины. Поэтому перед применением метода смещения для оценки результатов рекомендуется повторить испытание, чтобы подтвердить наличие переднего фронта кривой ДСК, предварительно следует убедиться, что образцы соответствуют требованиям раздела 6.

По соглашению заинтересованных сторон могут применяться другие методы или другие значения для установления смещения — расстояния между первой и второй нулевыми линиями.

11 Прецизионность и систематическая погрешность

Результаты межлабораторных испытаний четырех различных образцов полиэтилена, проведенных швейцарским Институтом испытания материалов (EMPA) в 1998 г. и 2000 г., в которых участвовало 14 и 16 лабораторий соответственно, приведены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Повторяемость и воспроизводимость для изотермического ВОИ

Значение	Единицы измерения	PE-HD 1	PE-LD 1	PE-HD 2	PE-HD 3
Изотермическое ВОИ	мин	3,4	18,9	36,9	62,4
s_r (абсолютное)	мин	0,6	1,2	2,1	1,7
s_r (относительное)	%	17,8	6,1	5,8	2,7
S_R (абсолютное)	мин	2,1	2,0	6,5	9,5
S_R (относительное)	%	62,1	10,8	17,6	15,3
r	мин	1,7	3,2	5,9	4,8
R	мин	6,0	5,7	18,2	26,6

s_r — стандартное отклонение повторяемости;
S_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
r — предел повторяемости, т. е. значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышается абсолютной величиной разности между результатами двух испытаний, полученными в условиях повторяемости (условия, при которых независимые результаты испытаний получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени);
R — предел воспроизводимости, т. е. значение, которое с доверительной вероятностью 95 % не превышается абсолютной величиной разности между результатами двух испытаний, полученными в условиях воспроизводимости (условия, при которых результаты испытаний получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования).

Таблица 2 — Повторяемость и воспроизводимость для динамической ТОИ

Значение	Единицы измерения	PE-HD 1	PE-LD 1	PE-HD 2	PE-HD 3
Динамическая ТОИ	°С	217	242	248	254
s_r (абсолютное)	°С	2,4	0,7	0,9	1,5
s_r (относительное)	%	1,1	0,3	0,4	0,6
S_R (абсолютное)	°С	4,0	2,2	2,8	4,1
S_R (относительное)	%	1,8	0,9	1,2	1,6
r	°С	6,7	1,9	2,5	4,2
R	°С	11,1	6,1	7,8	11,5

Условные обозначения см. в таблице 1.

12 Протокол испытания

В дополнение к требованиям ГОСТ Р 55134 (раздел 10) в протоколе испытания указывают:

a) сведения об образце и метод, используемый при его приготовлении;

b) наименование использованного газа для продувки и его расход;

c) температура испытания;

d) примененный метод обработки результатов испытания (метод касательных, метод смещения или другой согласованный метод);

e) время окислительной индукции, мин, или температура окислительной индукции, °С (указывают с точностью до трех значащих цифр);

f) кривую ДСК (включая детали скорости нагрева для температуры окислительной индукции);

g) подробности любых отклонений от условий или материалов, установленных в настоящем стандарте.

Библиография

[1] *ИСО 1872-2* *Пластмассы. Материалы на основе полиэтилена (PE) для формования и экструзии. Часть 2. Приготовление образцов для испытаний и определение свойств*

(ISO 1872-2) *Plastics — Polyethylene (PE) moulding and extrusion materials— Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

[2] *ИСО 1873-2* *Пластмассы. Материалы на основе полипропилена (PP) для формования и экструзии. Часть 2. Приготовление образцов для испытаний и определение свойств*

(ISO 1873-2) *Plastics — Polypropylene (PP) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

[3] *ИСО 8986-2* *Пластмассы. Полибутеновые-1 (PB-1) материалы для литья и экструзии. Часть 2. Подготовка образцов для испытания и определение свойств*

(ISO 8986-2) *Plastics — Polybutene-1 (PB-1) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

УДК 678.762.2.001.4:006.354 ОКС 83.080.01

Ключевые слова: пластмассы, дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), температура окислительной индукции, время окислительной индукции, условия кондиционирования, условия испытания

Редактор *И.А. Косоруков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.02.2016. Подписано в печать 11.02.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 35 экз. Зак. 467.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru