ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56724— 2015 (ИСО 11357-3:2011)

ПЛАСТМАССЫ

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Часть 3
Определение температуры и энтальпии плавления и кристаллизации

ISO 11357-3 : 2011
Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization

(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 аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 международного 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 19 ноября 2015 г. № 1875-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11357-3:2011 «Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 3. Определение температуры и энтальпии плавления и кристаллизации» (ISO 11357-3:2011 «Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization»). Для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации из стандарта исключена ссылка на международный стандарт ISO 472 «Plastics — Vocabulary» (ИСО 472 «Пластмассы. Словарь»).

В формуле (1) нижний индекс «*c*», используемый в обозначениях, заменен на «cal», так как приведенные обозначения используются в отечественной практике и являются более логичными и понятными.

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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть 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 3
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ЭНТАЛЬПИИ ПЛАВЛЕНИЯ И КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Plastics. Differential scanning calorimetry (DSC).
Part 3. Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температур и энтальпий плавления и кристаллизации кристаллических и частично кристаллических 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 настоящего стандарта следует соблюдать *инструкции по технике безопасности, утвержденные в установленном порядке.*

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ Р 55134—2012 (ИСО 11357-1:2009) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). 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 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 **плавление:** Переходная стадия между полностью или частично кристаллическим твёрдым состоянием и аморфной жидкостью различной вязкости.

Примечание — Данный переход характеризуется эндотермическим пиком на кривой ДСК.

3.2 **кристаллизация:** Переходная стадия между аморфной жидкостью и кристаллическим или частично кристаллическим твердым состоянием.

Издание официальное

Примечание — Переход характеризуется экзотермическим пиком на кривой ДСК. В случае жидких кристаллов термин «аморфная жидкость» следует заменить термином «упорядоченная жидкость».

3.3 **энтальпия плавления, кДж/кг:** Количество теплоты, необходимое для того, чтобы расплавить материал при постоянном давлении.

3.4 **энтальпия кристаллизации, кДж/кг:** Количество теплоты, выделяемое при кристаллизации материала при постоянном давлении.

4 Сущность метода

Сущность метода изложена в *ГОСТ Р 55134 (раздел 4)*.

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)*.

9.2 Загрузка испытуемых образцов в тигли

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

Если нет иных указаний в нормативном документе или технической документации на материал, используют навеску массой от 5 до 20 мг. В случае бóльших или меньших теплот перехода используют навески массой менее 5 мг и более 10 мг.

9.3 Установка тиглей

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

9.4 Температурная программа

9.4.1. В случае соглашения между заинтересованными сторонами можно использовать скорости охлаждения или нагревания, отличающиеся от рекомендуемых в данном стандарте. Например, высокая скорость сканирования приводит к бóльшей чувствительности к регистрируемому переходу, а низкая скорость сканирования позволяет получить лучшее разрешение по температуре и может использоваться при анализе перекрывающихся переходов.

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

9.4.3 Осуществляют и регистрируют первый нагрев со скоростью 10 К/мин или 20 К/мин, нагревая измерительную ячейку до температуры достаточно высокой, чтобы аннулировать «тепловую предысторию» испытуемого материала. Обычно эта температура на 30 °С выше экстраполированной температуры конца плавления T_{etm}.

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

9.4.4 Температуру поддерживают в течение 5 мин.

Примечание — При необходимости время выдержки может быть увеличено, если это не приведет к разложению полимера.

9.4.5 Осуществляют и регистрируют охлаждение со скоростью, предпочтительно равной скорости нагревания при первом нагревании, до температуры приблизительно на 50 °С ниже экстраполированной температуры конца кристаллизации T_{efc}.

Примечание — Вследствие переохлаждения кристаллизация не происходит до тех пор, пока не создастся достаточный температурный градиент, что обычно достигается при температурах значительно ниже температуры плавления.

9.4.6 Температуру поддерживают в течение 5 мин.

9.4.7 Проводят и регистрируют второй нагрев со скоростью, предпочтительно равной скорости нагревания при первом нагреве и скорости охлаждения (см. 9.4.1), нагревая испытуемый образец до температуры приблизительно на 30 °С выше экстраполированной температуры конца плавления.

Примечание — Важно создать определенную «тепловую предысторию» для того, чтобы правильно оценить результаты.

9.4.8 Доводят температуру измерительной ячейки прибора до температуры окружающей среды, извлекают тигель с образцом и проверяют, не произошла ли его деформация или вытекание испытуемого образца.

9.4.9 Взвешивают тигель с испытуемым образцом, чтобы удостовериться, что в процессе измерения масса образца не уменьшилась.

10 Обработка результатов

10.1 Определение температуры перехода

Выбирают масштаб таким образом, чтобы пик, полученный на кривой ДСК, занимал не менее 25 % полной шкалы. Строят базовую линию (см. рисунок 1), соединяя точки, соответствующие температуре начала пика T_{im} и конца пика T_{fm}, в которых пик (эндотермический пик для плавления, экзотермический — для кристаллизации) начинает отклоняться от относительно прямой базовой линии. При наличии нескольких пиков базовую линию строят так, чтобы она проходила через все пики. Для получения наиболее корректного значения энтальпии результат вычисляют как среднеарифметическое значение энтальпии для каждого пика.

На кривой плавления измеряют и записывают температуру, соответствующую пику плавления T_{pm} для каждого пика.

При необходимости записывают температуру начала плавления.

На кривой кристаллизации для каждого пика измеряют и записывают:

- экстраполированное значение температуры начала кристаллизации T_{eic};
- температуру, соответствующую пику кристаллизации T_{pc}.

При необходимости записывают экстраполированные значения начала и конца кристаллизации.

10.2 Вычисление энтальпии

Измеряют площадь под пиком, ограниченную базовой линией, проведенной согласно 10.1.

Энтальпию плавления ΔH_f или энтальпию кристаллизации ΔH_c, кДж/кг, вычисляют по формуле

$$\Delta H = \Delta H_{cal} \frac{m_{cal} A B \sigma}{m A_{cal} B_{cal} \sigma_{cal}}, \quad (1)$$

где ΔH — энтальпия плавления или кристаллизации, кДж/кг;

ΔH_{cal} — энтальпия плавления или кристаллизации эталонного материала, кДж/кг;

m_{cal} — масса эталонного материала, мг;

A — площадь пика испытуемого образца (мм^2);

B — чувствительность по оси «x» (ось времени) испытуемого образца, с/мм;

σ — чувствительность по оси «y» испытуемого образца, мВт/мм;

m — масса испытуемого образца, мг;

A_{cal} — площадь пика эталонного материала, мм^2;

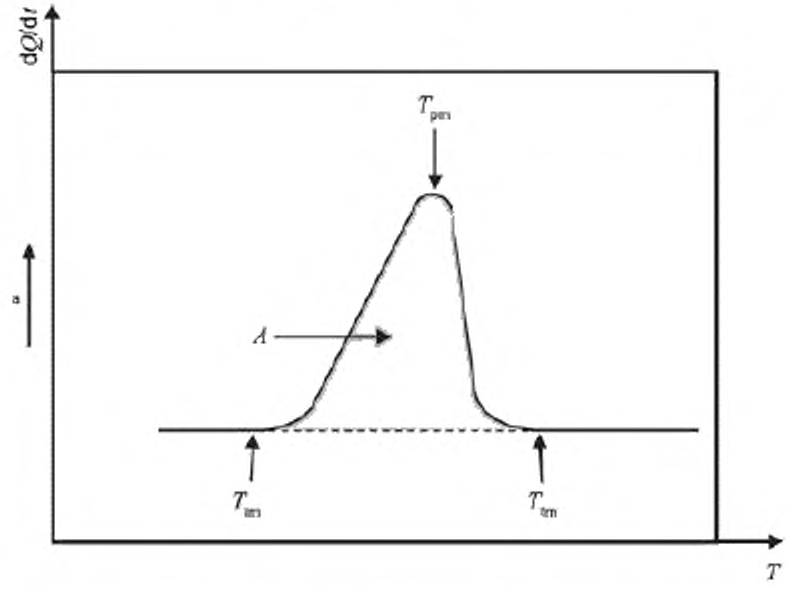
B_{cal} — чувствительность по оси «*x*» (ось времени) эталонного материала, с/мм.

σ_{cal} — чувствительность по оси «*y*» эталонного материала, мВт/мм.

Примечания

1 Для выполнения такого расчета можно использовать программное обеспечение, прилагаемое к прибору.

2 В случае существенной разницы между теплоемкостями полимера в твердом и жидком состояниях допускается использование специальных видов базовой линии, например сигмоидальной, которое может улучшить конечные результаты *и должно быть отражено в протоколе испытаний*.



dQ/dt — скорость теплового потока; *T* — температура; *A* — площадь пика; a — направление эндотермического эффекта.

Рисунок 1 – Определение энтальпии перехода

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 [*ГОСТ Р 55134, раздел 10,* перечисление m)] включают характеристические температуры перехода T_{pm}, T_{eic} и T_{pc} (°С), *округленные до целого числа*, а также в случае необходимости — T_{eim}, T_{efm}, T_{efc} (°С) и изменение энтальпии, ΔH, (кДж/кг), округленное до первого десятичного знака, для каждого пика.

УДК 678.762.2.001.4:006.354 ОКС 83.080.01

Ключевые слова: пластмассы, дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), стеклование, температура плавления, температура кристаллизации, энтальпия плавления, энтальпия кристаллизации, условия кондиционирования, условия испытания

Редактор *И.А. Косоруков*

Корректор *Л.С. Лысенко*

Компьютерная вёрстка *Е.К. Кузиной*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 33 экз. Зак. 4344.

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