ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57754— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Метод определения линейного теплового расширения при помощи термомеханического анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Материалы и технологии будущего» (ООО «Материалы и технологии будущего») при участии Автономной некоммерческой организации «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов), Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» (ОЮЛ «Союзкомпозит») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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 3 октября 2017 г. № 1297-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Е831-14 «Стандартный метод испытаний на линейное тепловое расширение твердых материалов с применением термомеханического анализа» (ASTM E831-14 «Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials by Thermomechanical Analysis», MOD) путем изменения его структуры для приведения в соответствие с требованиями, установленными в ГОСТ 1.5—2001 (подразделы 4.2 и 4.3), а также содержания отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста. Оригинальный текст этих структурных элементов примененного стандарта АСТМ и объяснение причин внесения технических отклонений приведены в дополнительном приложении ДА.

Дополнительная ссылка, включенная в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и/или особенностей российской национальной стандартизации, выделена полужирным курсивом.

В настоящий стандарт не включены разделы 3, 5, 12 (пункты 1.2, 1.5—1.7) примененного стандарта АСТМ, которые нецелесообразно применять в российской национальной стандартизации в связи с тем, что данные разделы, пункты носят справочный характер.

Указанные разделы (пункты), не включенные в основную часть настоящего стандарта, приведены в дополнительном приложении ДБ.

Исключены ссылки на АСТМ Д696, АСТМ Д3386, АСТМ Е228, АСТМ Е473, АСТМ Е1142, АСТМ Е1363, АСТМ Е2113, ИСО 11359-2 вместе с положениями, в которых они приведены.

Измененные отдельные слова, фразы выделены в тексте курсивом.

Внесение указанных технических отклонений направлено на учет особенностей российской национальной стандартизации.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта АСТМ приведено в дополнительном приложении ДВ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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, оформление, 2017, 2019

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 Сущность метода 1
4 Оборудование 1
5 Подготовка к проведению испытаний 2
6 Проведение испытаний 2
7 Обработка результатов 2
8 Протокол испытаний 3
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного стандарта АСТМ 5
Приложение ДБ (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ 6
Приложение ДВ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Метод определения линейного теплового расширения при помощи термомеханического анализа

Polymer composites. Test method for determination of linear thermal expansion by thermomechanical analysis

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на полимерные композиты, а также другие материалы, чьи абсолютные коэффициенты линейного теплового расширения составляют не менее 5 мкм/(м °С) в диапазоне от минус 120 °С до плюс 900 °С, и устанавливает метод определения линейного теплового расширения при помощи термомеханического анализа.

Примечание — См. ДА.1 (приложение ДА).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:
ГОСТ 6507 Микрометры. Технические условия

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

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в нагревании образца с постоянной скоростью и определении его линейного теплового расширения с использованием термомеханического анализатора.

Примечание — См. ДА.2 (приложение ДА).

4 Оборудование

4.1 Анализатор термомеханический, включающий:

4.1.1 Держатель образца из материала с коэффициентом линейного теплового расширения не более 0,5 мкм/(м · °С).

4.1.2 Датчик расширения жесткий контактный из инертного материала (далее — контактный датчик) с коэффициентом теплового расширения не более 0,5 мкм/(м °С).

Издание официальное

4.1.3 Элемент чувствительный, линейный диапазон измерения которого составляет не менее 2 мм, для измерения удлинения или сжатия контактного датчика в диапазоне ±50 нм в результате изменения длины образца.

4.1.4 *Устройство нагрузочное*, обеспечивающее приложение постоянной нагрузки от 1 до 100 мН к образцу через контактный датчик.

4.1.5 *Термокамера*, обеспечивающая равномерный нагрев или охлаждение образца с постоянной скоростью от 2 до 10 °С/мин в температурном диапазоне от минус 150 °С до плюс 1000 °С, а также циркуляцию инертнего газа (азота, аргона или гелия чистотой более 99 %) со скоростью от 10 до 50 мл/мин.

Погрешность регулирования температуры — не более ±0,5 °С.

4.1.6 Датчик температуры, обеспечивающий измерение с погрешностью не более ±0,5 °С.

4.1.7 Устройство сбора данных, обеспечивающее сбор, хранение и отображение измеренных или расчетных сигналов или и тех, и других. Минимальный набор выходных сигналов, необходимых для термомеханического анализа: изменение линейного размера, температура и время.

4.2 Микрометр по ***ГОСТ 6507*** с пределом измерения 10 мм, обеспечивающий измерение длины образца с точностью ±25 мкм.

5 Подготовка к проведению испытаний

5.1 Подготовка образцов

Образцы должны быть длиной от 2 до 10 мм.

Торцевые поверхности образца должны быть ровными, гладкими, не иметь раковин, трещин и других дефектов. Торцы должны быть перпендикулярными к продольной оси образца. Отклонение от перпендикулярности должно бы не более ±25 мкм.

Поперечные габаритные размеры не должны превышать 10 мм.

Допускается использовать образцы иных размеров.

5.2 Проведение кондиционирования

Кондиционируют образцы в соответствии с нормативным документом или технической документацией на изделие.

5.3 Калибруют оборудование в соответствии с нормативным документом или технической документацией.

Примечание — См. ДА.3 (приложение ДА).

6 Проведение испытаний

6.1 Измеряют исходную длину образца в направлении проведения испытаний на расширение при температуре от 20 °С до 25 °С.

6.2 Помещают образец в держатель образца под контактный датчик. Устанавливают датчик температуры на поверхности образца *или на расстоянии не более 0,5 мм от поверхности образца*.

6.3 Сдвигают печь, чтобы поместить в нее держатель образца. Если измерения проводят при отрицательных температурах, охлаждают образец не менее чем на 20 °С ниже начальной температуры измерения.

6.4 Прикладывают нагрузку к образцу (см. 4.1.4). Значение нагрузки устанавливают *в нормативном документе или технической документации на изделие*.

6.5 Нагревают образец при постоянной скорости нагрева 5 °С/мин, *если иное не указано в нормативном документе или технической документации на изделие*, выше требуемого значения температуры и регистрируют изменения длины образца и температуру.

6.6 Повторяют испытания по 6.3—6.5 при тех же условиях, но без образца. Полученные данные необходимы для корректировки изменения длины образца.

7 Обработка результатов

7.1 Средний коэффициент линейного теплового расширения α_m, мкм/(м · °С), вычисляют по формуле

$$\alpha_m = \frac{\Delta L_{sp} k}{L \Delta T}, \quad (1)$$

где ΔL_{sp} — приращение длины образца в границах интервала температур [см. формулу (3)], мкм;

k — калибровочный коэффициент;

L — исходная длина образца, мм;

ΔT — приращение температуры, °С.

Результат округляют до *десятых долей*.

7.1.1 Средний коэффициент линейного теплового расширения не рассчитывают в диапазоне температур, в котором наблюдается точка перехода.

Калибровочный коэффициент k вычисляют по формуле

$$k = \frac{\alpha L \Delta T}{\Delta L_{sp}}, \quad (2)$$

где α — средний коэффициент линейного теплового расширения эталонного образца, используемого при калибровке термомеханического анализатора, в середине диапазона ΔT, мкм/(м · °С).

Приращение длины образца в границах интервала температур ΔL_{sp}, мкм, вычисляют по формуле

$$\Delta L_{sp} = \Delta L_{obs} + L \cdot \Delta T \cdot \alpha_h - \Delta L_b, \quad (3)$$

где ΔL_{obs} — измеренное приращение длины образца в границах интервала температур, мкм;

α_h — средний коэффициент линейного теплового расширения держателя образца, мкм/(м · °С);

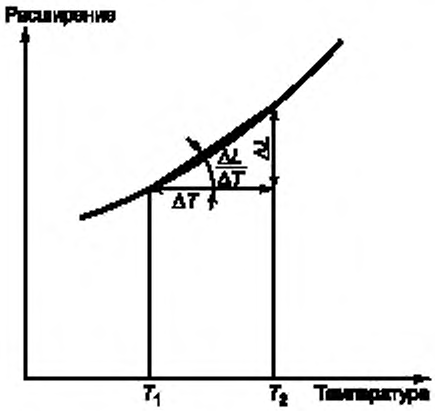
ΔL_b — корректирующее значение, определенное по 6.6, мкм.

Приращение температуры ΔT, °С, вычисляют по формуле

$$\Delta T = T_2 - T_1, \quad (4)$$

где T_2, T_1 — верхняя и нижняя границы интервала температур, °С.

7.2 Строят график зависимости температурного расширения образца в зависимости от температуры, как показано на рисунке 1.



ΔT — приращение температуры, L — приращение длины

Рисунок 1

8 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, содержащего:

- ссылку на настоящий стандарт;
- описание материала, включая: тип, обозначение, присвоенное изготовителем; номер партии, дату изготовления, *нормативный документ или техническую документацию на материал;*

- ориентацию образца относительно базовой плоскости;
- описание этапов изготовления (дату начало/окончание, требования к технологическому процессу, цикл отверждения);
- размеры образца;
- применяемое оборудование;
- инертный газ, если использовался;
- приращение температуры ΔT и значение температуры в середине диапазона ΔT;
- средний коэффициент линейного теплового расширения;
- график зависимости температурного расширения образца в зависимости от температуры;
- дату проведения испытаний.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного стандарта АСТМ

ДА.1

1.1 Настоящим методом испытаний определяют технический коэффициент линейного теплового расширения твердых материалов с использованием методик термомеханического анализа.

1.3 Рекомендуемый нижний предел коэффициента линейного теплового расширения, измеренный этим методом испытаний, составляет 5 мкм/(м · °С). Настоящий метод испытаний используют при низких (или отрицательных) степенях расширения с пониженной точностью и сходимостью (см. раздел 11).

1.4 Настоящий метод испытаний применим для диапазона температур от минус 120 °С до плюс 900 °С. Диапазон температур может быть расширен в зависимости от используемых контрольно-измерительных приборов (КИП) и материалов для калибровки.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.1) и ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.7).

ДА.2

4 Сущность метода

4.1 В этом методе испытаний используют термомеханический анализатор или аналогичный прибор для определения линейного теплового расширения твердых материалов при их нагревании с постоянной скоростью.

4.2 Изменение длины образца регистрируют в электронном виде как функцию температуры. По этим зарегистрированным данным можно рассчитать коэффициент линейного теплового расширения.

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001 (пункт 7.9.5).

ДА.3

7.2 Образцы обычно измеряют «в состоянии поставки». Если перед испытанием проводится какая-либо тепловая или механическая обработка образца, это должно быть указано в протоколе испытаний.

Примечание — Для некоторых материалов, в частности композитов, может потребоваться термообработка для кондиционирования образца перед испытанием, чтобы снять напряжение или искривление. Эту термообработку необходимо отразить в протоколе испытаний.

8 Калибровка

8.1 Подготавливают прибор для работы в соответствии с методиками, описанными в руководстве по эксплуатации производителя.

8.2 Калибруют температурный сигнал согласно АСТМ Е1363.

8.3 Калибруют сигнал изменения длины согласно АСТМ Е2113 при той же скорости нагрева, которую будут использовать для испытательных образцов. В наблюдаемое расширение должна быть внесена поправка на разницу в расширении между держателем образца и контактным датчиком, полученную при холостом опыте, при котором ни проба, ни образец материала конструкции датчика не участвуют в опыте (см. подраздел 10.1).

Примечание — Редакция раздела изменена для приведения в соответствие с требованиями ГОСТ 1.5—2001 (пункт 7.9.7).

Приложение ДБ
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ

ДБ.1

1.2 Настоящий метод испытаний применим для твердых материалов, обладающих достаточной жесткостью в диапазоне температуры испытаний, чтобы контактный датчик не оставил отпечатка на образце.

1.5 Значения показателей, указанные в единицах измерения системы СИ, считаются стандартными. Другие единицы измерения в настоящем стандарте не предусмотрены.

1.6 Этот метод испытаний связан с ИСО 11359-2, но существенно отличается от него в технических деталях.

1.7 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

ДБ.2

3 Терминология

3.1 Определения. Термины в области термического анализа, которые приводятся в АСТМ Е473 и АСТМ Е1142, применяются к этому методу испытаний, включая коэффициент линейного теплового расширения, термодилатометрию и термомеханический анализ.

3.2 Определения терминов, относящихся к данному стандарту:

3.2.1 **средний коэффициент линейного теплового расширения a_m:** Отношение изменения длины к длине образца при окружающей температуре, сопровождающееся единичным изменением температуры, определяемым по температуре в средней точке диапазона измерений температур.

ДБ.3

5 Значимость и применение

5.1 Коэффициенты линейного теплового расширения используют, например, для целей проектирования и для определения того, может ли произойти разрушение под действием термического напряжения, если твердое тело, состоящее из двух разных материалов, подвергается воздействию температурных изменений.

5.2 Данный метод испытаний сопоставим с АСТМ Д3386 для испытания электроизоляционных материалов, но в нем рассматривается также более общая группа твердых материалов и более конкретно определяются условия испытаний. В этом методе испытаний используется образец уменьшенного размера и существенно другая аппаратура, чем в АСТМ Е228 и АСТМ Д696.

Приложение ДВ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ

Таблица ДВ.1

Структура настоящего стандарта	Структура стандарта ASTM E831-14
—	3 Терминология[1)]
3 Сущность метода (4)	4 Сущность метода
—	5 Значимость и применение[1)]
4 Оборудование (6)	6 Аппаратура
5 Подготовка к проведению испытаний (7, 8)	7 Испытательные образцы
	8 Калибровка
6 Проведение испытаний (9)	9 Методика
7 Обработка результатов (10)	10 Расчет
8 Протокол испытаний (11)	11 Акт
—	10 Точность и систематическая погрешность[2)]
—	11 Ключевые слова[3)]
Приложение ДА Оригинальный текст модифицированных структурных элементов примененного стандарта АСТМ	
Приложение ДБ Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ	
Приложение ДВ Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ	

[1)] Данный раздел исключен, т. к. носит поясняющий характер.
[2)] Данный раздел исключен, т. к. в нем отсутствуют требования к точности, не указаны нормы по погрешности и ее составляющих данного метода испытаний.
[3)] Данный раздел приведен в соответствие с требованиями ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 5.6.2).

Примечания
1 Сопоставление структуры стандартов приведено начиная с раздела 3, т. к. предыдущие разделы стандартов идентичны.
2 После заголовков разделов настоящего стандарта приведены в скобках номера соответствующих им разделов стандарта АСТМ.

УДК 678.762.2.001.4:006.354 ОКС 19.060

Ключевые слова: полимерные композиты, метод определения линейного теплового расширения, термомеханический анализ

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 18.04.2019. Подписано в печать 24.06.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru