ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71761— 2024

МАТЕРИАЛЫ ОРГАНИЧЕСКИЕ ПОЛИМЕРНЫЕ

Методы определения температуры стеклования

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Российский научно-исследовательский институт «Электронстандарт» (АО «РНИИ «Электронстандарт»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 303 «Электронная компонентная база, материалы и оборудование»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2024 г. № 1588-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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

МАТЕРИАЛЫ ОРГАНИЧЕСКИЕ ПОЛИМЕРНЫЕ

Методы определения температуры стеклования

Organic polymer materials. Methods for determining the glass transition temperature

Дата введения — 2025—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется органические полимерные материалы (далее — материалы), применяемые в процессе сборки и герметизации полупроводниковых приборов и интегральных микросхем, и устанавливает методы определения температуры стеклования:

- метод 1 — дилатометрический.

Примечание — Метод не распространяется на анизотропные материалы;

- метод 2 — радиотермолюминесцентный (РТЛА).

Примечание — Метод не распространяется на светочувствительные материалы (фоторезисты, фотоэмульсии и т. п.).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12423 (ISO 291:2008) Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб)

ГОСТ Р 8.568 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **полимерный материал (полимер):** Электроизоляционный материал, представляющий собой высокомолекулярное соединение, молекулы которого состоят из большого числа повторяющихся звеньев, содержащих атом углерода, и соединенных между собой в количестве, достаточном для проявления свойств, который остается практически неизменным при добавлении или удалении одного или нескольких составных звеньев.

3.2 **температура стеклования:** Температура, при которой материал в процессе охлаждения переходит из высокоэластического или вязкотекучего в стеклообразное состояние.

4 Общие требования к проведению измерений

4.1 Требования к условиям проведения измерений

4.1.1 Измерения проводят в нормальных климатических условиях, если другие требования не установлены в стандартах и технических условиях (ТУ) на конкретные изделия:

- температура воздуха — от 15 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха — от 45 % до 80 %;
- атмосферное давление — от 86 до 106 кПа (от 645 до 795 мм рт. ст.).

4.2 Требования к средствам измерения и вспомогательному оборудованию

4.2.1 Все используемые средства измерений должны быть поверены в соответствии с [2].

4.2.2 Испытательное оборудование должно быть аттестовано в соответствии с ГОСТ Р 8.568. Диапазон измерений, типы и точность средств измерений, а также характеристики испытательного оборудования и состав вспомогательных устройств устанавливают ТУ.

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении измерений оборудование должно соответствовать общим требованиям безопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.003.

5.2 При выполнении электрических измерений должны быть соблюдены общие требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.3.019.

5.3 Общие требования пожарной безопасности рабочих помещений при проведении измерений должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.004.

5.4 Для предупреждения поражения от источника ионизирующего излучения радиационная защита блока облучения должна обеспечивать на поверхности установки мощность дозы не более $2{,}8 \cdot 10^{-2}$ мЗв/час, необходимо ежедневно производить дозиметрический контроль в помещении, где производится облучение образцов материала, а также индивидуальный контроль обслуживающего персонала в соответствии с [3].

5.5 Для предупреждения термических ожогов при работе с жидким азотом предусмотреть: индивидуальные средства защиты (брезентовые перчатки и очки).

6 Дилатометрический метод определения температуры стеклования

6.1 Общие требования

6.1.1 Сущность метода заключается в определении температуры, при которой происходит изменение наклона дилатометрической кривой (ДК), т. е. кривой зависимости объема (длины) образца от температуры в процессе его нагревания (охлаждения).

6.2 Требования к образцам

6.2.1 Порядок отбора, способ и режим изготовления образцов для испытания должны быть указаны в стандартах или технических условиях на материал.

6.2.2 Количество образцов для испытаний должно быть не менее трех.

6.2.3 Форма и размеры образцов для испытаний должны быть указаны в технической документации на применяемый дилатометр.

6.3 Аппаратура

6.3.1 Определение температуры стеклования следует проводить на дилатометре, включающем термокриокамеру и устройства для измерения температуры образца, регистрации изменения размеров образца и обеспечивающем автоматическую запись.

6.3.2 Термокриокамера должна обеспечивать возможность изменения температуры образца в интервале от минус 100 °С до 300 °С с постоянной скоростью от 1 до 3 °С/мин.

6.3.3 Устройство для измерения температуры образца должно обеспечивать измерение температуры с погрешностью в пределах ±1 %.

6.3.4 Устройство для измерения размеров образца должно обеспечивать регистрацию изменения объема (длины) образцы с погрешностью в пределах ±0,5 %.

6.4 Подготовка к испытанию

6.4.1 Перед проведением испытания образцы кондиционируют в соответствии с требованиями, указанными в стандарте или ТУ на материал. При отсутствии таких указаний образцы кондиционируют по ГОСТ 12423.

6.4.2 Подготавливают дилатометр к работе в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

6.5 Проведение испытаний

6.5.1 Помещают испытуемый образец в термокриокамеру и устанавливают требуемый режим: нагрев или охлаждение со скоростью изменения температуры (2 ± 1) °С/мин.

6.5.2 Проводят запись ДК. Во время записи наблюдают изменение наклона ДК относительно температурной оси. Заканчивают нагревание (охлаждение) при температуре на 40 °С — 50 °С выше (ниже) температуры, при которой происходит перегиб ДК.

6.6 Обработка результатов испытаний

6.6.1 Продолжают прямолинейные участки ДК до пересечения. Полученный тупой угол делят пополам и определяют точку перегиба ДК — точку пересечения биссектрисы угла с ДК.

Определяют температуру стеклования материала — температуру, соответствующую точке перегиба ДК (см. рисунок А.1).

6.6.2 За результат испытания принимают значение температуры стеклования в °С, являющееся средним арифметическим результатов испытания трех образцов.

6.6.3 Абсолютная погрешность измерения температуры стеклования находится в интервале ±4 °С с вероятностью 0,95.

6.6.4 Результаты испытаний оформляют протоколом, в котором записывают:

- тип аппаратуры, применяемой при испытании;
- наименование материала и его марку;
- количество испытанных образцов;
- значения температуры стеклования каждого образца;
- значение температуры стеклования материала;
- дату испытания и обозначение настоящего стандарта.

7 Радиотермолюминесцентный метод определения температуры стеклования

7.1 Общие требования

7.1.1 Принцип определения температуры стеклования материалов методом РТЛА основан на явлении резкого увеличения интенсивности радиотермолюминесцентного свечения материалов при переходе из стеклообразного состояния в высокоэластичное.

7.1.2 Метод РТЛА заключается в снятии кривой высвечивания (КВ) и определении температуры стеклования по максимуму свечения в области перехода материала из стеклообразного в высокоэластическое состояние. КВ выражает зависимость интенсивности радиотермолюминесцентного свечения материала, облученного в переохлажденном стеклообразном состоянии потоком ионизирующего γ- или β-излучения, от температуры при нагревании с постоянной скоростью.

7.2 Требования к образцам

7.2.1 Масса образца должна быть не менее 0,3 мг.

7.2.2 Образцы материалов должны иметь форму пластины или диска толщиной не более 2 мм, площадью не менее 10 мм^2.

Примечание — Допускается проводить испытание мелкодисперсных материалов (порошки, волокна и т. п.) на образцах, приготовленных прессованием.

7.2.3 Количество образцов для испытаний должно быть не менее трех.

7.3 Аппаратура

7.3.1 Определение температуры стеклования материалов методом РТЛА проводят на радиотермолюминографе, включающем камеру подготовки образцов, блок облучения и блок радиотермолюминесценции.

7.3.2 Камера подготовки должна обеспечивать возможность обезгаживания образцов при давлении (1,3 ± 0,1) Па и температуре до минус 196 °С.

7.3.3 Блок облучения должен обеспечивать γ- или β- облучение образцов дозой (0,03–3) · 10^2 мГр в течение одного часа при температуре минус 196 °С.

7.3.4 Блок радиотермолюминесценции должен обеспечивать:

- нагревание образцов до температуры не менее 120 °С с постоянной скоростью (2 ± 1) °С/мин;
- преобразование энергии люминесценции образца, выделяемой исследуемым веществом при нагревании, в электрическую энергию и регистрацию усиленного сигнала в зависимости от температуры.

7.3.5 Применяемый датчик люминесценции (фотоэлектронный умножитель) должен иметь анодную чувствительность не менее 1 А/лм в диапазоне длин волн 0,4—0,6 мкм.

7.4 Подготовка к испытанию

7.4.1 Помещают образцы в камеру подготовки и обезгаживают их в вакууме порядка (1,3 ± 0,1) Па в течение 1 ч, затем образцы охлаждают до температуры минус (190 ± 6) °С в жидком азоте.

Примечание — Допускается переохлаждение образцов до температуры на 40 °С — 50 °С ниже температуры стеклования.

7.4.2 Температуру в блоке облучения снижают до температуры испытуемых образцов, подготовленных по 7.4.1.

Образцы облучают до получения дозы (0,03–1) · 10^2 мГр. Облученные образцы до проведения испытания помещают в жидкий азот.

7.4.3 Включают блок радиотермолюминесценции.

7.4.4 Помещают испытуемый образец в камеру нагревания блока радиотермолюминесценции, предварительно охладив ее до температуры образца.

7.5 Проведение испытаний

7.5.1 Устанавливают скорость нагревания образца в камере (2 ± 1) °С/мин.

7.5.2 Производят запись КВ образца в процессе разогрева.

7.5.3 Устанавливают область перехода испытуемого материала из стеклообразного состояния в высокоэластическое по форме максимум на КВ:

- максимум в области стеклования имеет симметричную форму с закругленной вершиной (рисунок А.2), узкий максимум с острой вершиной или излом на КВ соответствует кристаллическому переходу;
- резкий спад свечения до нуля соответствует плавлению или началу самодиффузии в кристалле.

7.5.4 По максимуму в области стеклования определяют значение температуры стеклования.

7.5.5 При наличии слабовыраженного максимума в области стеклования повторяют обезгаживание образцов, повышают дозу облучения в пределах до $3,0 \cdot 10^2$ мГр, запись КВ повторяют при большем усилении сигнала.

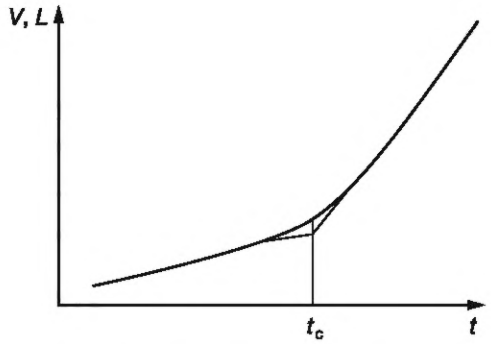
7.6 Обработка результатов испытаний

7.6.1 За результат испытания принимают значение температуры стеклования в °С, являющееся средним арифметическим трех измерений.

7.6.2 Абсолютная погрешность измерения температуры стеклования находится в пределах ±4 °С с вероятностью 0,95.

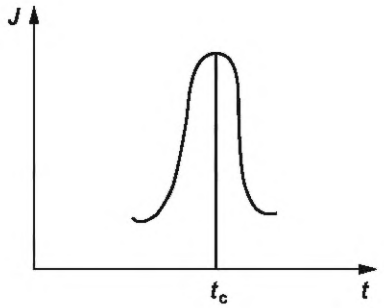
7.6.3 Результаты испытаний оформляют протоколом по 6.6.4.

Приложение А
(рекомендуемое)



V — объем образца; *L* — длина образца; t_c — температура стеклования

Рисунок А.1 — Дилатометрическая кривая



J — интенсивность радиотермолюминесцентного свечения; t_c — температура стеклования

Рисунок А.2 — Кривая высвечивания

Библиография

[1] РМГ 29—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения

[2] Приказ Минпромторга России от 31 июля 2020 г. «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельств о поверке»

[3] ОСП-72/87 Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений

УДК 676.5.001.4:006.354 ОКС 83.080

Ключевые слова: материалы органические полимерные, температура стеклования, методы определения

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 05.11.2024. Подписано в печать 18.11.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru