ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72322— 2025

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение температуры стеклования аморфных и полукристаллических полимеров методом динамического механического анализа

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» (Союзкомпозит)

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 15 октября 2025 г. № 1207-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений стандарта АСТМ Е1640—23 «Стандартный метод определения температуры стеклования методом динамического механического анализа» (ASTM E1640—23 «Standard Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperature By Dynamic Mechanical Analysis», NEQ)

5 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», 2025

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 Оборудование 2
6 Образцы для испытаний 3
7 Подготовка к проведению испытаний 3
8 Проведение испытаний 3
9 Обработка результатов 4
10 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Тепловая инерция 6
Приложение Б (рекомендуемое) Определение коэффициента сдвига частоты 7
Библиография 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение температуры стеклования аморфных и полукристаллических полимеров методом динамического механического анализа

Polymer composites. Determination of the glass transition temperature of amorphous and semicrystalline polymers by dynamic mechanical analysis

Дата введения — 2026—01—12

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры стеклования термопластичных и термореактивных полимеров, которые термически стабильны в области размягчения и имеют динамический модуль упругости в диапазоне от 0,5 МПа до 100 ГПа, с использованием прибора для динамического механического анализа (ДМА).

1.2 Данный метод следует использовать для определения области размягчения и определения температуры стеклования аморфных и полукристаллических полимеров.

Примечание — Применимый диапазон температур для данного метода испытаний зависит от используемого оборудования, однако для полного охвата материалов значение минимальной температуры составляет приблизительно минус 150 °С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 166 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 24888 Пластмассы, полимеры и синтетические смолы. Химические наименования, термины и определения

ГОСТ 32794 Композиты полимерные. Термины и определения

ГОСТ Р 56801 Пластмассы. Определение механических свойств при динамическом нагружении. Часть 1. Общие принципы

ГОСТ Р ИСО 3534-2 Статистические методы. Словарь и условные обозначения. Часть 2. Прикладная статистика

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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 ГОСТ 24888, ГОСТ 32794, ГОСТ Р 56801, ГОСТ Р ИСО 3534-2 и ГОСТ Р ИСО 5725-1, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

стеклование: Обратимые изменения в аморфном полимере или на аморфных участках частично кристаллического полимера из вязкого или высокоэластического состояния в твердое и относительно хрупкое состояние, или наоборот в вязкое или высокоэластическое из твердого и хрупкого состояния.

[ГОСТ Р 55135—2012 (ИСО 11357-2:1999), статья 3.1]

Примечание — В настоящем стандарте под стеклованием понимается экстраполированное начало сигмоидального изменения динамического модуля упругости, наблюдаемого при переходе от твердой, хрупкой области к мягкой, эластичной области испытуемого материала

3.2 **тепловая инерция:** Изменение разницы между фактической температурой на поверхности образца и температурой, измеренной датчиком температуры, в зависимости от скорости нагрева/охлаждения образца.

Примечание — В случае расхождения в терминах, за исключением терминов 3.1, 3.2, ГОСТ 32794 имеет приоритет перед другими документами.

4 Сущность метода

4.1 Образец в форме пластины требуемых геометрических размеров помещают в прибор для ДМА и подвергают его колебаниям либо с фиксированной, либо с резонансной частотой, отслеживая изменения показателей вязкоупругих свойств материала в зависимости от температуры.

Приборы для ДМА измеряют изменение показателей вязкоупругих свойств материала в зависимости от температуры и частоты, обеспечивая возможность построения кривых зависимости данных свойств от температуры.

В идеальных условиях при нагреве образца в области перехода от стеклообразного к вязкоэластичному состоянию (области размягчения), соответствующего температуре стеклования испытуемого образца, наблюдается резкое падение динамического модуля упругости и резкое увеличение модуля потерь и тангенса угла механических потерь.

Примечание — Здесь и далее в настоящем стандарте под частотой понимается частота механических колебаний.

4.2 Температуру стеклования T_g определяют как температуру, при которой наблюдают резкое падение динамического модуля упругости в соответствии с 9.1.

5 Оборудование

5.1 Держатель образца, позволяющий разместить образец в приборе для проведения испытаний.

Образец необходимо зафиксировать, зажимая его с обоих концов в держателях, или с одного конца в держателе (для определения колебаний при кручении), или расположить его сверху на двух разнесенных опорах, обеспечивая свободный изгиб (свободный изгиб между опорами).

5.2 Детектор для определения зависимых и независимых экспериментальных параметров, таких как сила (или напряжение), смещение (или деформация), частота и температура. Температура должна считываться с точностью ±0,1 °С, сила — ±1 %, а частота — ±0,1 Гц.

5.3 Регулятор температуры и термостат для регулирования температуры образца путем нагревания, охлаждения (ступенчато или линейно). Температура должна считываться с точностью ±0,5 °С.

5.4 Устройство сбора данных, обеспечивающее сбор, хранение и отображение следующих измеренных и/или рассчитанных показателей: динамический модуль упругости, модуль потерь, тангенс угла механических потерь, температура (с точностью согласно 5.3) и время.

Примечание — Некоторые приборы, подходящие для данного испытания, могут отображать только линейный или только логарифмический динамический модуль упругости, тогда как другие могут отображать либо линейный, либо логарифмический динамический модуль упругости, либо линейный и логарифмический модули одновременно. Необходимо учитывать данные особенности отображения показателей для различных устройств и применять одну и ту же шкалу модулей при сравнении неизвестных образцов и при сравнении отображаемых результатов одного устройства с другим. Перечень показателей может быть расширен в зависимости от возможностей прибора.

5.5 Азот, гелий или другой продувочный газ.

Примечание — Для настройки приборов и измерения показателей испытуемого образца должен использоваться один и тот же продувочный газ.

5.6 Штангенциркуль по ГОСТ 166 для измерения длины, ширины и толщины, с ценой деления 0,01 мм и пределом допускаемой погрешности ±0,03 мм.

5.7 По согласованию с заказчиком испытаний допускается применение иных средств измерений, обеспечивающих проведение измерений с требуемыми показателями точности.

6 Образцы для испытаний

6.1 Образцы для испытаний должны быть любого одинакового размера и формы, как правило, в виде пластины. Если для получения этой предпочтительной формы образца применяется какая-либо термическая обработка, сведения о данной обработке должны приводиться в протоколе испытаний.

6.2 Вследствие большого разнообразия приборов ДМА однозначный размер образцов не устанавливается настоящим методом испытаний. Рекомендуемые размеры образцов: от 1 × 5 × 20 мм до 1 × 10 × 50 мм.

Примечание — Толщина образца подбирается таким образом, чтобы соответствовать требованиям испытательного оборудования, но в тоже время учитывать упругие характеристики материала. Например, для материалов с низким модулем упругости могут потребоваться образцы большой толщины, а для материалов с высоким модулем упругости могут потребоваться образцы меньшей толщины.

7 Подготовка к проведению испытаний

7.1 Проводят настройку прибора для ДМА в соответствии с инструкцией производителя по следующим измеряемым показателям: температура образца, динамический модуль упругости образца, модуль потерь образца.

7.2 Настройку прибора для ДМА по измеряемым показателям по 7.1 рекомендуется выполнять по [1] — для температуры образца, по [2] — для динамического модуля упругости образца, по [3] — для модуля потерь образца.

8 Проведение испытаний

8.1 Измеряют длину, ширину и толщину образца с точностью ±0,03 мм.

8.2 Устанавливают образец в приборе для ДМА исходя из используемой схемы граничных условий согласно 5.1.

8.3 Максимальная амплитуда деформации должна находиться в пределах диапазона линейной вязкоупругости материала. Рекомендуется задавать амплитуду деформации образца в пределах от 1 до 5 %.

8.4 Испытания проводят при скорости нагрева 1 °С/мин и частоте 1 Гц. Допускается устанавливать другие значения скорости нагрева и частоты. Данные сведения следует приводить в протоколе испытаний.

Примечания

1 Температура стеклования, измеренная с помощью ДМА, зависит от скорости нагрева и частоты колебаний. Скорость нагрева и частота колебаний при испытаниях должны быть достаточными для обеспечения достижения удовлетворительного теплового и механического равновесия образца. С увеличением скорости нагрева и частоты колебаний время проведения эксперимента сокращается, а кажущееся значение T_g увеличивается. Увеличение частоты при испытании в 10 раз, как правило, приводит к увеличению значения T_g примерно на 8 °С для типичного аморфного материала. Влияние этих переменных (скорость нагрева и частота колебаний) на значения температуры пика тангенса угла механических потерь можно определить, испытывая образцы при двух или более скоростях нагрева и сравнивая результаты (см. приложение А).

2 В автоматизированных системах следует подбирать скорость нагрева таким образом, чтобы образец совершил как минимум одно полное колебание при повышении температуры на градус Цельсия.

8.5 Измеряют и записывают значения динамического модуля упругости в диапазоне от 30 °С ниже до 20 °С выше предполагаемого значения температуры стеклования.

9 Обработка результатов

9.1 По результатам измерений строят кривую зависимости динамического модуля упругости от температуры.

Примечание — Динамический модуль упругости может отображаться в линейном или логарифмическом масштабе. Получаемая температура стеклования будет различаться в зависимости от выбранного масштаба. Тип шкалы модулей (например, линейный или логарифмический) должен быть одинаковым для всех сторон, сравнивающих отображаемые результаты.

9.1.1 Строят касательную к кривой динамического модуля упругости в точке начала сигмоидального изменения низкотемпературной стороны кривой.

9.1.2 Строят касательную к кривой динамического модуля упругости в точке перегиба высокотемпературной стороны кривой примерно посередине сигмоидального изменения, связанного с переходами.

9.1.3 Температуру стеклования T_g определяют в точке пересечения этих касательных (см. рисунок 1).

Примечание — Допускаются альтернативные методы определение температуры стеклования по пику кривых графиков зависимости модуля потерь T_{gL} или тангенса угла механических потерь T_{gt} от температуры, как показано на рисунках 2 и 3 соответственно. Эти температуры, как правило, находятся в диапазоне $T_g < T_{gL} < T_{gt}$.

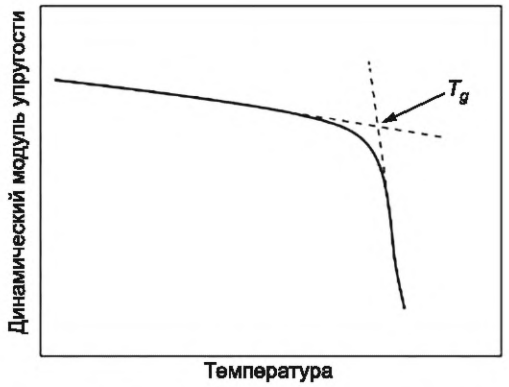

Рисунок 1 — График зависимости динамического модуля упругости от температуры

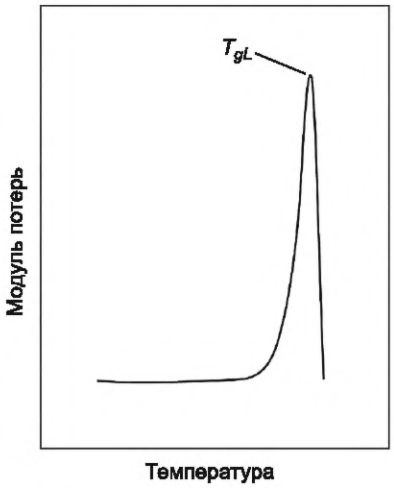

Рисунок 2 — График зависимости модуля потерь от температуры

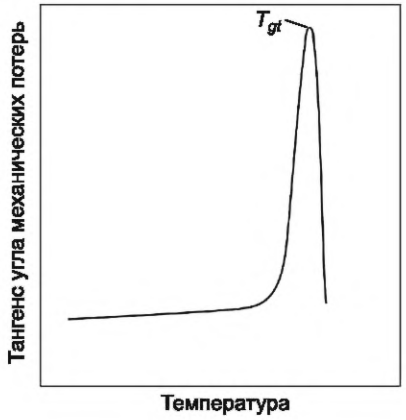

Рисунок 3 — График зависимости тангенса угла механических потерь от температуры

9.2 Вычисление по результатам измерений, проводимых на частотах, отличных от 1 Гц.

9.2.1 Используя заранее определенный коэффициент сдвига частоты k (метод определения коэффициента сдвига частоты приведен в приложении Б), рассчитывают первое приближенное значение температуры стеклования T'_{g1} при 1 Гц, К, по формуле

$$T'_{g1} = T_{gF} + \frac{T_{gF}^2}{k} \log \frac{F}{1Hz}, \quad (1)$$

где k — заранее заданный коэффициент сдвига частоты;

F — частота измерения, Гц;

T_{gF} — температура стеклования, наблюдаемая на частоте F, К.

9.2.2 Температуру стеклования T_{g1} при 1 Гц, К, вычисляют по формуле

$$T_{g1} = T_{gF} + \frac{T_{gF}\, T'_{g1}}{k} \log \frac{F}{1Hz}. \quad (2)$$

10 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, содержащего:

- ссылку на настоящий стандарт;
- дату проведения испытаний;
- должности, фамилии, инициалы работников, проводивших испытания;
- полную идентификация и описание испытуемых образцов, включая размеры и предварительную подготовку;
- информацию о маркировке образцов;
- информацию о приборе для ДМА, используемого для проведения испытаний;
- количество испытанных образцов;
- сведения о процедуре настройки прибора для ДМА в соответствии с разделом 7;
- сведения о расчетной температуре стеклования;
- сведения о частоте испытаний и любых процедурах экстраполяции, используемых для получения результатов, сопоставимых при частоте 1 Гц;
- результаты испытания, включая T_g, температуру пика тангенса угла механических потерь, графики зависимости динамического модуля упругости, модуля потерь, тангенса угла механических потерь от температуры и информацию об отклонениях от хода испытаний.

Приложение А
(справочное)

Тепловая инерция

А.1 При динамическом механическом анализе датчик температуры не находится в прямом контакте с испытуемым образцом, что приводит к разнице температур поверхностей датчика и образца, которая изменяется в зависимости от скорости нагрева/охлаждения. Этот эффект требует, чтобы настройка прибора для ДМА выполнялась с той же скоростью нагрева/охлаждения, что и при проведении испытания.

А.2 Измерение температуры, выполненное при скорости нагрева/охлаждения, отличной от скорости, при которой проводилась настройка прибора для ДМА, может быть неточным.

А.3 Влияние скорости нагрева/охлаждения на разницу температур известно как тепловая инерция и является характеристикой испытательного оборудования. Тепловую инерцию можно оценить с помощью настройки прибора для ДМА по [4].

А.4 Определенное по [4] значение тепловой инерции прибора для ДМА затем можно использовать для корректировки в процессе настройки прибора для ДМА по измеряемой температуре образца при разных скоростях нагрева/охлаждения.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Определение коэффициента сдвига частоты

Б.1 Температура перехода является функцией частоты, причем температура перехода повышается с увеличением частоты. При данном методе испытаний результаты должны соответствовать частоте 1 Гц. Экспериментальные данные, полученные на других частотах, можно экстраполировать до 1 Гц с помощью коэффициента сдвига частоты.

Б.2 Определение коэффициента сдвига частоты

Б.2.1 Измеряют температуру перехода на двух и более частотах.

Примечание — Для обеспечения максимальной точности результатов две частоты проведения испытаний должны быть кратны десяти, но должны быть как можно ближе к 1 Гц, насколько это практически возможно. Например, от 0,1 до 10 Гц.

Б.2.2 Коэффициент сдвига частоты k, К, определяют по формуле

$$k = \frac{T_1 T_2}{T_2 - T_1} \log \frac{F_1}{F_2}, \quad (Б.1)$$

где F_1 — первая частота измерений, Гц;

F_2 — вторая частота измерений, Гц;

T_1 — температура перехода на первой частоте, К;

T_2 — температура перехода на второй частоте, К.

Б.2.3 Коэффициент сдвига частоты зависит от материала и должен определяться индивидуально. Коэффициенты сдвига частоты для многих термопластичных и термореактивных материалов номинально составляют 281 К при изменении частоты в 10 раз. Значения для эластомерных материалов, как правило, больше и могут достигать 313 К при изменении частоты в 10 раз.

Библиография

[1] ASTM E1867-22 Standard Test Methods for Temperature Calibration of Dynamic Mechanical Analyzers (Стандартные методы испытаний для настройки динамических механических анализаторов по измеряемой температуре)

[2] ASTM E2254-24 Standard Test Method for Storage Modulus Calibration of Dynamic Mechanical Analyzers (Стандартный метод испытаний для настройки динамических механических анализаторов по измеряемому динамическому модулю упругости)

[3] ASTM E2425-21 Standard Test Method for Loss Modulus Conformance of Dynamic Mechanical Analyzers (Стандартный метод испытаний на соответствие динамических механических анализаторов по измеряемому модулю потерь)

[4] ASTM E3142-18a(2023) Standard Test Method for Thermal Lag of Thermal Analysis Apparatus (Стандартный метод определения тепловой инерции приборов термического анализа)

УДК 691.419.8:006.354

ОКС 83.080
19.020

Ключевые слова: композиты полимерные, температура стеклования, аморфные полимеры, полукристаллические полимеры, динамический механический анализ

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.10.2025. Подписано в печать 07.11.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

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

gost.e-ecolog.ru