МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32618.1— 2014 (ISO11359-1:1999)

ПЛАСТМАССЫ

Термомеханический анализ (ТМА)

Часть 1
Общие принципы

(ISO 11359-1:1999, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Объединением юридических лиц «Союз производителей композитов» (Союзкомпозит) и Открытым акционерным обществом «Институт пластических масс имени Г.С.Петрова» (ОАО «Институт пластмасс») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы и методы их испытаний»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 февраля 2014 г. № 64-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004– 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 11359-1:1999 Plastics – Thermomechanical analysis (TMA) – Part 1: General principles (Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 1. Общие принципы) путем исключения приложения А, приведенного в международном стандарте для информации, не относящейся к методу, и уточнения элемента «Библиография», т. к. в тексте международного стандарта отсутствуют библиографические ссылки на приведенные документы, а в примечание к таблице 1 введена библиографическая ссылка на источник информации.

Дополнительные фразы, слова, показатели и/или их значения, включенные в текст настоящего стандарта, выделены курсивом.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном фонде технических регламентов и стандартов.

Ссылки на международные стандарты, которые не приняты в качестве межгосударственных стандартов, заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

Информация о замене ссылок с разъяснением причин их внесения приведена в приложении А.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в приложении Б.

Степень соответствия – модифицированная (MOD)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2014 г. № 465-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32618.1–2014 (ISO 11359-1:1999) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПЛАСТМАССЫ
Термомеханический анализ (ТМА)
Ч а с т ь 1
Общие принципы

Plastics. Thermomechanical analysis (TMA). Part 1. General principles

Дата введения — 2015—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к проведению термомеханического анализа (ТМА) термопластичных и термореактивных пластмасс, в том числе наполненных в виде образцов, вырезанных из листов или готовых изделий, *а также образцов, изготовленных методом литья под давлением или прессования.*

Термомеханический анализ основан на определении деформации испытуемого образца как функции температуры и/или времени при постоянной нагрузке.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 5009–82 Шкурка шлифовальная тканевая. Технические условия

ГОСТ 12423–2013 Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб)

ГОСТ 32618.2–2014 (ISO 11359-2:1999) Пластмассы. Термомеханический анализ. Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **термомеханический анализ;** ТМА: Метод анализа, при котором испытуемый образец подвергается действию знакопостоянной механической нагрузки и определенной температурной программы, при этом регистрируется деформация образца как функция температуры и/или времени.

3.2 **термодилатометрия:** Метод определения зависимости изменения размера или объема образца материала, подвергаемого действию незначительной нагрузки, от температуры при воздействии управляемой температурной программы.

Примечание – Существует различие между линейной термодилатометрией (при которой измеряют размер образца) и объемной термодилатометрией (при которой измеряют объем образца).

3.3 **ТМА кривая:** Кривая, полученная прибором ТМА путем записи любых размеров образца в зависимости от температуры и времени.

4 Сущность метода

Сущностью метода настоящего стандарта является определение деформации материала под действием знакопостоянной нагрузки, которая регистрируется как функция времени при постоянной температуре или как функция температуры.

5 Материалы для калибровки

5.1 Эталоны из чистого металла с известными температурами плавления для *поверки и* калибровки по температуре. *Поверку осуществляют организации, аккредитованные в установленном порядке, калибровку – оператор.*

Температуры плавления некоторых металлов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Эталоны из чистых металлов (массовая доля основного вещества – не менее 99,9%)

Наименование металла	Температура плавления, °С
Индий	156,6
Олово	231,9
Свинец	327,5
Цинк	419,6

Примечание – В настоящей таблице приведены данные из каталога [1].

6 Аппаратура

Аппаратура для термомеханического анализа:

6.1 Температурно-программируемая печь с рабочей камерой, обеспечивающей:

- проведение испытаний при постоянном нагреве или охлаждении со скоростью от 1 до 20 К/мин или при постоянной температуре в диапазоне температур от 123 К (минус 150 °С) до 773 К (плюс 500 °С);
- поддержание температуры с точностью ± 2 К;
- регулирование температуры в пределах не более 0,5 К;
- поддержание контролируемой атмосферы.

6.2 Датчик перемещений с пределом обнаружения не более 10^{-1} мкм.

6.3 Измерительный зонд, представляющий собой стержень с профилем, соответствующим типу измерений, из материала с низким коэффициентом теплового расширения, например диоксида кремния, механически связанный с датчиком; один конец измерительного зонда находится в контакте с испытуемым образцом.

6.4 Устройство приложения нагрузки (сжатия, пенетрации, растяжения или изгиба).

Величина нагрузки на стержень зависит от типа измерения. Необходимо определять силу, приложенную к образцу.

Устройство должно предусматривать средства для компенсации массы датчика или тарирование.

6.5 Устройство охлаждения, в котором используют жидкий азот, циркулирующий хладагент, лед или циркулирующую воду, способное поддерживать стабильную и воспроизводимую температуру.

6.6 Устройство для подачи инертного или окисляющего газа; расход газа – от 10 до 100 мл/мин.

6.7 Регистрирующее и/или записывающее оборудование.

6.8 Микрометры или толщинометры.

7 Образцы для испытаний

Образцы для испытаний *изготовляют методом литья под давлением или прессования* или вырезают из листа или готового изделия таким образом, чтобы любой нагрев при механической обработке не изменял их структуру.

Нижняя и верхняя поверхности образца должны быть параллельными и гладкими, при необходимости, их следует обработать шлифовальной шкуркой *зернистостью 40 – 20 по ГОСТ 5009. Площадь верхней поверхности образца, соприкасающейся с измерительным зондом, должна быть не менее площади поперечного сечения измерительного зонда в месте контакта с образцом.*

Образец может быть любой формы, толщина образца – не менее 1 мм и не более толщины, *указанной в инструкции изготовителя аппаратуры.*

Если образцы вырезаны из готового изделия, в протоколе указывают метод изготовления образца, тип изделия и ориентацию образца.

В случае необходимости следует кондиционировать образцы по *ГОСТ 12423.*

Образцы следует осмотреть невооруженным глазом, чтобы убедиться в отсутствии дефектов внутри или на поверхности образцов, например пузырьков, отверстий или царапин.

8 Порядок проведения испытания

8.1 Калибровка

8.1.1 Термокамера

Проводят калибровку рабочей камеры температурно-программируемой печи (6.1), используя не менее двух эталонов из чистого металла (5.1) с известной температурой плавления (таблица 1), в диапазоне температур, при которых будут испытаны образцы. Толщина образцов, изготовленных из эталонных металлов, должна быть приблизительно 0,1 мм. Определяют температуру плавления эталонных металлов при условиях испытания образцов.

При нагрузке, при которой будут испытывать образцы, измерительным зондом (6.3) определяют температуру, при которой происходит пенетрация эталонного металла за счет плавления (рисунок 1). Определяют температуру пенетрации эталонного металла в соответствии с [2].

8.1.2 Датчик перемещений

Калибруют датчик перемещений (6.2), используя *набор образцов определенных размеров, прилагаемых к прибору, допускается использовать* микрометр (6.8) или набор щупов точно известной толщины. Точность микрометра или щупов должна быть такой, которая требуется для датчика перемещения.

8.1.3 Устройство приложения нагрузки

Калибруют устройство приложения нагрузки (6.4), используя стандартные гири, поставляемые с каждым прибором, или поверенный динамометр.

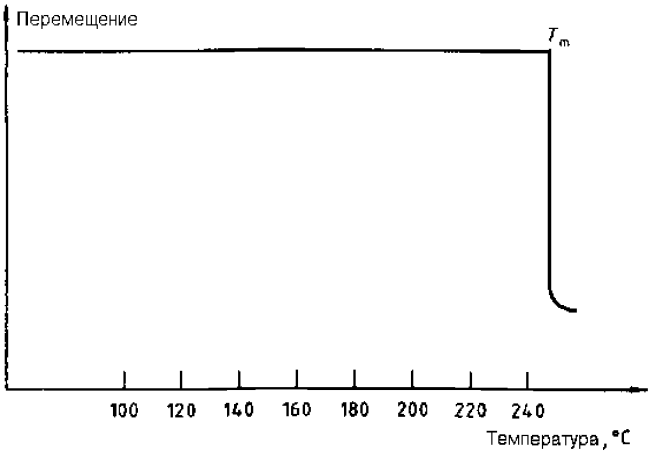


Рисунок 1 – Определение температуры плавления

8.2 Холостой опыт

Проводят холостой опыт при условиях, при которых будут испытаны образцы, но без образца, записывая ТМА кривую.

Данные, полученные при выполнении холостого опыта, используют для корректировки данных, полученных для испытуемого образца.

8.3 Измерение

Помещают испытуемый образец в держатель образца.

Располагают датчик температуры как можно ближе к образцу.

Измеряют длину L_0 испытуемого образца при температуре *(23 ± 2) ° С,* используя датчик перемещения.

Выбирают диапазон температур, скорость нагрева и/или охлаждения и нагрузку, которую следует прикладывать к стержню, *как указано в стандарте на конкретный метод испытания или в других нормативных документах или технической документации на испытуемый материал.*

Записывают ТМА кривую как функцию температуры или времени.

По окончании записи дают образцу остыть.

Уточненные условия испытаний для определения показателей методом ТМА указаны *в конкретных стандартах на соответствующие методы испытаний.*

Сравнивают кривую, полученную при выполнении холостого опыта, с кривой, полученной для испытуемого образца, и делают необходимые корректировки.

9 Протокол испытаний

В протоколе испытаний указывают:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) все необходимые детали для полной идентификации испытуемого материала или изделия (номер партии и т. д);

в) тип испытуемого образца, его размеры, способ изготовления и его ориентацию по отношению к листу или изделию, из которого он вырезан;

г) сведения о кондиционировании образца, если оно проводилось;

д) тип используемого ТМА оборудования;

е) форму и размеры измерительного зонда;

ж) материалы, используемые для калибровки, и полученные значения;

и) условия проведения испытаний;

к) результаты испытаний, в том числе ТМА кривые (при необходимости);

л) дату(ы) проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Полный перечень нормативных ссылок приведен в таблице А.1.

Таблица А.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Раздел 2. «Нормативные ссылки»	Ссылка на ISO 291 «Пластмассы. Стандартные атмосферы для кондиционирования и испытания» заменена ссылкой на ГОСТ 12423–2013 «Пластмассы. Условия кондиционирования и испытания образцов (проб). Ссылка на ISO 11359-2 «Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования» заменена ссылкой на ГОСТ 32618.2-2014 «Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 2. Определение коэффициента линейного теплового расширения и температуры стеклования»

Приложение Б
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица Б.1

<table>
<tr><th colspan="2">Структура международного стандарта ISO 11359-1 : 1999</th><th colspan="2">Структура межгосударственного стандарта</th></tr>
<tr><td rowspan="3">Приложение</td><td>А</td><td rowspan="3">Приложение</td><td>–</td></tr>
<tr><td>–</td><td>А</td></tr>
<tr><td>–</td><td>Б</td></tr>
<tr><td colspan="2">Библиография</td><td colspan="2">Библиография</td></tr>
<tr><td colspan="4">Примечание – Сравнение структур стандартов приведено, начиная с приложения, т. к. как предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.</td></tr>
</table>

Библиография

[1] Каталог NIST (Национальный институт стандартов и Технологий), Гайтерсбург, MD 20899-0001, США [NIST (National Institute of Standards and Technology), Gaithersburg, MD 20899-0001, USA]

[2] ИСО 11359-1:1999 (ISO 11359-1:1999) Пластмассы. Термомеханический анализ (ТМА). Часть 1. Общие принципы (Plastics – Thermomechanical analysis (TMA) – Part 1 : General principles)

УДК 678.5:536.421.1: 006.354 МКС 83.080 MOD

Ключевые слова: пластмассы, термомеханический анализ (ТМА), термодилатометрия, ТМА кривая, калибровка, температурно-программируемая печь, измерительный зонд, датчик перемещений, скорость нагрева, скорость охлаждения

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1460.

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