ГОСТ 29127—91
(ИСО 7111—87)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАСТМАССЫ

ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЛИМЕРОВ

МЕТОД СКАНИРОВАНИЯ ПО ТЕМПЕРАТУРЕ

Издание официальное

БЗ 12—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.743.23.01:006.354 Группа Л08

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Пластмассы

ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЛИМЕРОВ

Метод сканирования по температуре

ГОСТ 29127—91

(ИСО 7111—87)

Plastics. Thermogravity of polymers. Temperature scanning method

МКС 83.080
ОКСТУ 2209

Дата введения 01.01.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий стандарт устанавливает основные условия для выполнения термогравиметрических измерений полимеров.

1.2. Данные термогравиметрического анализа могут быть использованы для определения начальной температуры и скорости разложения полимеров; совместно с термогравиметрическим анализом может проводиться измерение количества летучих, добавок и наполнителей.

1.3. Настоящий стандарт распространяется на полимеры в порошкообразной форме и на отформованные изделия, из которых может быть вырезан образец соответствующих размеров (разд. 7).

1.4. Обычный температурный интервал исследований — от комнатной температуры до 600 или 800 °С (в зависимости от аппаратуры).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Термогравиметрия (ТГ) — регистрация изменения массы вещества как функции температуры при воздействии температуры на вещество по заданной программе.

3. ПРИНЦИП

Регистрируют изменение массы образца как функцию от температуры при нагревании образца с постоянной скоростью. Данные термогравиметрического анализа откладываются на оси ординат Y, а температура — на оси абсцисс X.

4. ЗНАЧЕНИЕ МЕТОДА

4.1. Термическая стабильность материала оценивается по степени и скорости потери или увеличения массы как функции от температуры. Данные ТГ могут быть использованы для сравнительной оценки поведения при нагревании полимеров одинаковой химической природы на основе измерений, выполненных при одних и тех же условиях.

4.2. Данные ТГ могут быть использованы для контроля в процессе изготовления, для контроля в процессе разработки и оценки материала.

4.3. Долговременная термостабильность является сложной функцией эксплуатации и окружающих условий. Данные ТГ сами по себе не могут охарактеризовать способность полимера противостоять воздействию тепла в этих условиях.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

5. АППАРАТУРА

Можно использовать любые калиброванные инструменты, способные обеспечивать выполнение измерений, которые отвечают требованиям настоящего стандарта.

6. ОСНОВНЫЕ УСЛОВИЯ ИСПЫТАНИЯ

Масса образца: до 500 мг, измеренная с точностью 0,4 %.

Скорость потока газа во время измерения: 50—100 $см^3$/мин. Газ выбирают в соответствии с требуемыми условиями окисления (п. 8.5):

процедура А — условия без окисления (условия с использованием инертной среды). Следует использовать инертный газ — сухой и без кислорода, за исключением материалов, не чувствительных к окислению, для которых в качестве альтернативного газа можно использовать сухой воздух.

Для эталонных испытаний в качестве газа для продувки следует использовать азот, содержащий менее 0,001 % (по массе) воды и менее 0,001 % (по объему) кислорода;

процедура В — условия с окислением (условия с использованием окислительной среды). В качестве газа для продувки следует использовать воздух, содержащий менее 0,001 % (по массе воды).

Скорость нагревания: (10 ± 1) °С/мин. Можно использовать меньшую или большую скорость, которую следует указать в протоколе испытаний.

Примечание. В связи с тем, что спецификации на различные приборы отличаются друг от друга, могут быть приведены только диапазоны экспериментальных условий. Фактические параметры следует выбирать для используемого прибора, так чтобы они находились в определенном диапазоне.

7. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

7.1. Образец пластмассы следует испытывать в порошкообразной форме или в форме вырезанного кусочка.

7.2. Перед измерением образец следует кондиционировать при температуре (23 ± 2) °С и (50 ± 5) % относительной влажности в течение 3 ч (ГОСТ 12423).

7.3. В особых случаях можно использовать альтернативные условия кондиционирования; об этом следует указать в протоколе испытания (разд. 10).

Примечание. Практически при большом размере образца и высоком содержании летучих размер образца значительно влияет на кривую ТГ.

8. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

8.1. Следуя инструкции изготовителя прибора, проводят калибровку шкалы весов. При калибровке весов следует учитывать дрейф базисной линии в температурном интервале исследований.

8.2. Следуя инструкции изготовителя, проводят температурную калибровку системы.

8.2.1. Температурная калибровка является основным фактором и метод калибровки будет изменяться в зависимости от аппаратуры.

8.2.2. Если нет установочных инструкций изготовителя, положение термопары должно быть таким, чтобы образец не соприкасался с термопарой.

8.3. Ось *Y* (ординату) устанавливают на 0.

8.4. Ось *X* (абсцисс) устанавливают на требуемый температурный диапазон.

8.5. Выбирают скорость продувки газа для процедуры В или, если имеются другие требования или указания, — для процедуры А и регулируют скорость продувки газа до установленного значения (разд. 6).

8.6. Помещают образец в держатель и записывают начальную массу.

8.7. Устанавливают регулятор на скорость подъема температуры (10 ± 1) °С/мин или на другую выбранную скорость (разд. 6).

8.8. Начинают программу нагревания и продолжают сканировать по температуре до тех пор,

пока не перестанет регистрироваться потеря массы или пока не будет достигнута максимальная температура испытания.

9. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Приведенные примеры и черт. 1—3 представляют типичные идеализированные случаи расчетов и определений. При фактических измерениях кривые могут иметь различные формы в зависимости от совокупности различных факторов.

9.1. Привес массы

Привес массы m_G в процентах вычисляют по формуле

$$m_G = \frac{m_м - m_0}{m_0} \cdot 100,$$

где $m_м$ — масса в точке максимального отклонения от горизонтальной нулевой линии;

m_0 — начальная масса (горизонтальная нулевая линия).

Кривая привеса массы в идеализированном случае приведена на черт. 1.

9.2. Потеря массы

Потерю массы m_L в процентах вычисляют по формуле

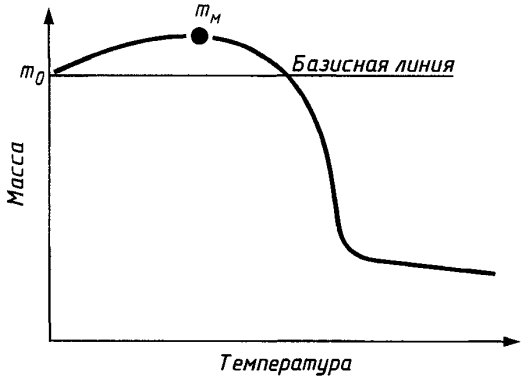
$$m_L = \frac{m_B - m_A}{m_0} \cdot 100,$$

где m_B — масса пробы перед потерей;

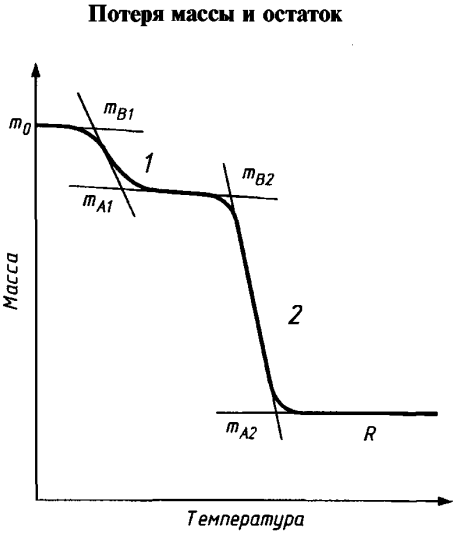
m_A — масса пробы после потери;

m_0 — см. п. 9.1.

На черт. 2 приведена кривая для двухступенчатой потери массы.



Черт. 1



Черт. 2

9.3. Остаток

Остаток R в процентах вычисляют по формуле

$$R = \frac{m_A}{m_0} \cdot 100,$$

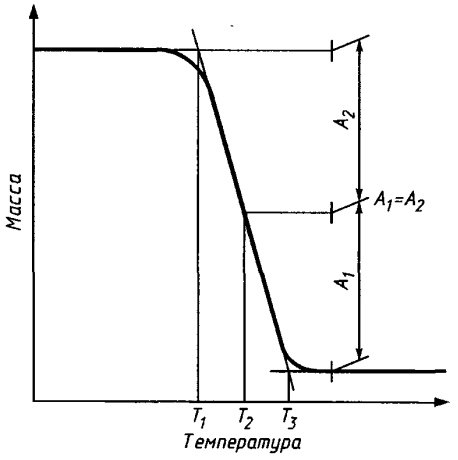
где m_0 и m_A имеют то же значение, что и в пп. 9.1 и 9.2.

Черт. 2 иллюстрирует метод расчета остатка.

9.4. Температуры разложения (черт. 3)

9.4.1. Начальная температура разложения T_1 — температура в градусах Цельсия, соответствующая пересечению касательной, проведенной в точке перегиба, характеризующей ступень разложения, с горизонтальной нулевой линией на кривой *ТГ*. Производная сигнала, получаемая на некоторых приборах, обеспечивает объективное определение этой точки перегиба.

Температура разложения



Черт. 3

9.4.2. Температура полупериода этапа разложения T_2 — температура, соответствующая середине кривой, характеризующей ступень потери массы. Средняя точка находится на вертикальной равноотстоящей между горизонтальной нулевой линией кривой *ТГ* и продольной квазигоризонтальной линией после ступени разложения.

9.4.3. Завершающая температура ступени разложения T_3 — это температура, соответствующая пересечению продолжаемой квазигоризонтальной линии ступени разложения с касательной в точке перегиба.

Примечание. Если разложение происходит в две или более ступени, то определяется соответствующее число значений температуры разложения.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) вид используемой аппаратуры;

в) тип держателя образца (его форму, материал и т. д.);

г) тип устройства для измерения температуры (тип термопары);

д) позицию устройства для измерения температуры (внутренний или наружный держатель образца);

е) идентификацию испытуемого материала.

Условия кондиционирования образца (если есть отличия от условий п. 7.2);

ж) массу образца;

з) форму и размер образца;

и) используемый газ и скорость газового потока;

к) скорость нагревания;

л) массу привеса, выражаемую в процентах;

м) потерю массы или потерю компонента, в процентах;

н) остаток, выраженный в процентах;

о) температуры разложения (соответственно T_1, T_2, T_3);

п) другие наблюдения, касающиеся условий испытания или поведения образца.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 230 «Пластмассы, полимерные материалы и методы испытаний**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 15.11.91 № 1747**

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 7111—87 «Пластмассы. Термогравиметрический анализ полимеров. Метод сканирования по температуре» и полностью ему соответствует

3. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12423—66	7.2

4. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2004 г.**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 22.06.2004. Подписано в печать 28.07.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,55.
Тираж 60 экз. С 3073. Зак. 271.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru