

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЛАСТМАССЫ

**ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ
АНАЛИЗ ПОЛИМЕРОВ**

МЕТОД СКАНИРОВАНИЯ ПО ТЕМПЕРАТУРЕ

Издание официальное

БЗ 12—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

Пластмассы**ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЛИМЕРОВ****Метод сканирования по температуре**

Plastics. Thermogravity of polymers. Temperature scanning method

**ГОСТ
29127—91****(ИСО 7111—87)**МКС 83.080
ОКСТУ 2209Дата 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.

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 см³/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

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

где m_M — 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

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

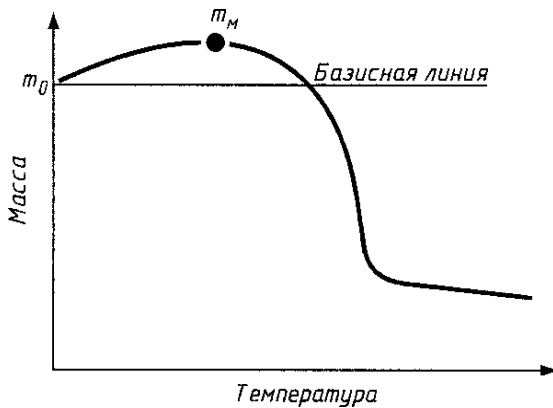
где m_B — масса пробы перед потерей;

m_A — масса пробы после потери;

m_0 — см. п. 9.1.

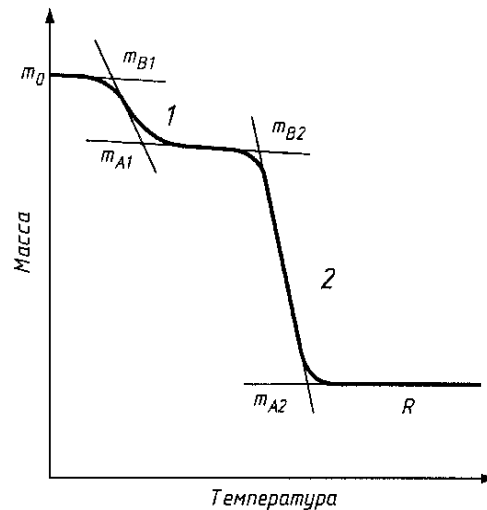
На черт. 2 приведена кривая для двухступенчатой потери массы.

Масса привеса



Черт. 1

Потеря массы и остаток



Черт. 2

9.3. Остаток

Остаток R в процентах вычисляют по формуле

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

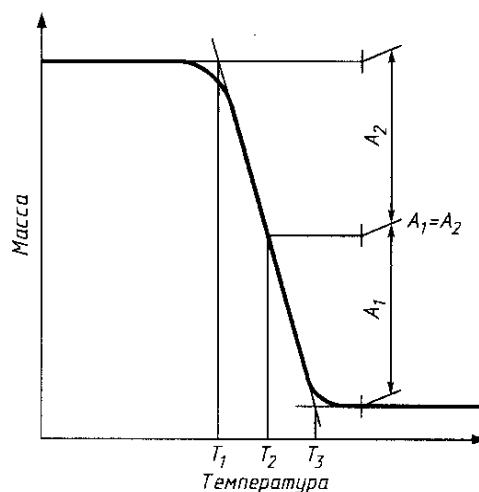
где m_0 и m_A имеют то же значение, что и в пп. 9.1 и 9.2.

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 степень разложения, с горизонтальной нулевой линией на кривой TT . 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 степень потери массы. Средняя точка находится на вертикальной равноотстоящей между горизонтальной нулевой линией кривой TT и продольной квазигоризонтальной линией после степени разложения.

9.4.3. Завершающая температура степени разложения T_3 — это температура, соответствующая пересечению продолжаемой квазигоризонтальной линии степени 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 термометра);
 - 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.-издл. 0,55.
Тираж 60 экз. С 3073. Зак. 271.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и опечатано в ИПК Издательство стандартов