

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

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

Plastics. Thermogravimetry 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 см<sup>3</sup>/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 — условиями с окислением (условия с использованием окислительной среды). В качестве газа для продувки следует использовать воздух, содержащий менее 0,001 % (по массе) воды.

Скорость нагревания:  $(10 \pm 1)$  °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  $(23 \pm 2)$  °С и  $(50 \pm 5)$  % 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  $(10 \pm 1)$  °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

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

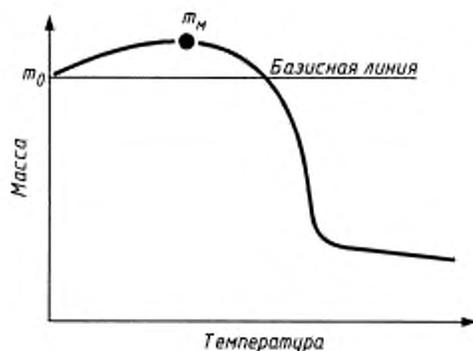
где  $m_B$  — масса пробы перед потерей;

$m_A$  — масса пробы после потери;

$m_0$  — см. п. 9.1.

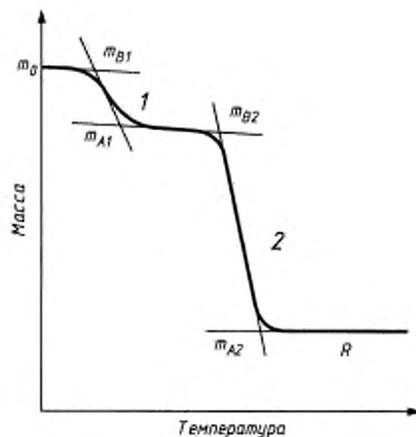
На черт. 2 приведена кривая для двухступенчатой потери массы.

Масса привеса



Черт. 1

Потеря массы и остаток



Черт. 2

### 9.3. Остаток

Остаток  $R$  в процентах вычисляют по формуле

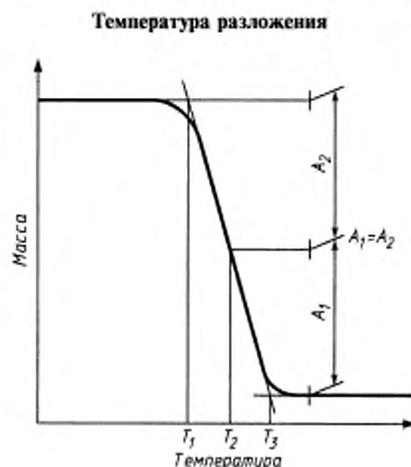
$$R = \frac{m_A}{m_0} \cdot 100,$$

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  $TG$ . Производная сигнала, получаемая на некоторых приборах, обеспечивает объективное определение этой точки перегиба.



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  $TG$  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.

**П р и м е ч а н и е.** 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.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов