
**Ингредиенты резиновой смеси.
Технологические масла. Определение
температуры стеклования с
применением DSC**

*Rubber compounding ingredients — Process oils — Determination of
glass transition temperature by DSC*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 28343:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 28343:2010(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 28343:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Реактивы и материалы.....	2
5 Аппаратура.....	2
6 Условия хранения и лабораторные условия.....	2
7 Калибровка	2
8 Отбор проб.....	3
9 Методика	3
10 Выражение результатов	4
11 Протокол испытания.....	4
Приложение А (информативное) Определение температуры T_g по точке перегиба.....	5
Приложение В (информативное) Параметры прецизионности.....	7
Библиография.....	8

ISO 28343:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 28343 разработан Техническим комитетом ISO/TC 45 *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс), используемое в резиновой промышленности*.

[ISO 28343:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

Ингредиенты резиновой смеси. Технологические масла. Определение температуры стеклования с применением DSC

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Лица, использующие настоящий документ, следует ознакомиться с обычной лабораторной практикой. В этом стандарте не ставится цель решить все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователь этого стандарта сам несет ответственность за принятие мер по безопасности и охране здоровья, а также за обеспечение соответствия положениям любых национальных регламентов.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения температуры стеклования, T_g , технологических масел, используемых при приготовлении резиновой смеси, методом дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC).

ПРИМЕЧАНИЕ Такие же масла используют в качестве масел для наполнения синтетических каучуков.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 1382, *Каучук. Словарь*

ISO 3170, *Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб*

ISO 11357-1:2009, *Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (DSC). Часть 1. Общие принципы*

3 Термины и определения

Применительно к этому документу используют термины и определения, приведенные в ISO 1382 и ISO 11357-1.

3.1

T_g

температура стеклования
glass transition temperature

приблизительная средняя точка температурного интервала, в пределах которого происходит переход в стеклообразное состояние

ПРИМЕЧАНИЕ Применительно к настоящему международному стандарту температура стеклования определяется как точка перегиба кривой DSC. Точка перегиба соответствует рассчитанному максимуму кривой первой производной.

4 Реактивы и материалы

4.1 Сухой газообразный гелий, чистота >99,999 % или в соответствии с инструкциями производителя дифференциального сканирующего калориметра.

4.2 В случае отсутствия гелия используют **сухой газообразный азот** (чистота >99,999 % или в соответствии с инструкциями производителя дифференциального сканирующего калориметра).

5 Аппаратура

5.1 Дифференциальный сканирующий калориметр, оборудованный системой охлаждения жидким азотом для достижения температуры приблизительно $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Можно использовать два типа прибора:

- анализатор “теплового потока”¹⁾, в котором повышают или понижают температуру пробы для испытания и контролируют изменение теплового потока, выделяемого или получаемого пробой;
- анализатор “компенсации энергии”²⁾, в котором повышают или понижают температуру пробы для испытания и контролируют энергию, необходимую для поддержания пробы при программируемой температуре.

5.2 Чашки для проб и крышки, изготовленные из алюминия, объемом около 40 мкл, пригодные для использования с анализатором.

5.3 Подходящий пресс, для герметизации чашек.

5.4 Аналитические весы, точностью до 0,1 мг.

6 Условия хранения и лабораторные условия

Хранят пробу масла в подходящем вентилируемом лабораторном вытяжном шкафу.

Готовят чашку для пробы в вытяжном шкафу.

Необходимо эксплуатировать прибор DSC в лаборатории, в которой поддерживаются стандартные условия, как указано в руководстве производителя прибора.

7 Калибровка

Калибровка температуры должна выполняться в требуемом температурном интервале согласно инструкциям производителя оборудования или требованиям ISO 11357-1:2009, Раздел 8.

Необходимо, чтобы при калибровке скорость нагрева, тип газа для продувки и скорость потока этого газа были такие же, как и при измерении пробы для испытания.

1) Примеры подходящих анализаторов теплового потока – Mettler Toledo DSC 821 и DSC 822, the TA Instruments DSC 2920 и Netzsch DSC 204. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этих приборов со стороны ISO.

2) Пример подходящего анализатора компенсации энергии – PerkinElmer Pyris®. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этого прибора со стороны ISO.

8 Отбор проб

Выполняют отбор проб в соответствии с ISO 3170.

9 Методика

9.1 Принцип

Измеряют температуру стеклования технологического масла с помощью дифференциального сканирующего калориметра. При стекловании происходит изменение удельной теплоемкости. Дифференциальный сканирующий калориметр способен точно обнаружить это изменение удельной теплоемкости, позволяя таким образом определить температуру, при которой происходит изменение, T_g .

9.2 Условия испытания

9.2.1 Подготовка чашек

Используемая масса пробы, тип чашки и операция по обжатию крышек являются очень важными параметрами. Для каждого прибора следует четко следовать инструкциям производителя.

Используют массу пробы для испытания от 5 мг до 15 мг.

9.2.2 Измерения

Регулируют поток гелия (или азота) в соответствии с рекомендациями производителя прибора.

ПРИМЕЧАНИЕ Обычно используют для любого газа значение от 20 мл/мин до 50 мл/мин.

В том случае, когда будут сравнивать результаты, полученные при испытании различных партий, рекомендуется использовать один и тот же тин газа для продувки.

Помещают пробу для испытания в прибор при комнатной температуре.

Повышают температуру до 60 °C со скоростью 30 °C/мин, чтобы аннулировать термическую предысторию пробы.

Охлаждают до –140 °C со скоростью 10 °C/мин и выдерживают пробу при этой температуре в течение 5 мин.

Записывают термограмму в диапазоне от –140 °C до 60 °C со скоростью нагрева 20 °C/мин.

9.2.3 Оценка

Оценивают записанную кривую с помощью специфичного для оборудования программного обеспечения, определяя пределы, соответствующие области стеклования.

Определяют температуру стеклования, T_g , по точке перегиба записанной кривой, которая соответствует максимуму на кривой первой производной (см. Пример 1 в Приложении A).

В случаях, когда переход в стеклообразное состояние сопровождается пиком кристаллизации, температуру T_g также определяют по точке перегиба (см. Пример 2 в Приложении A).

По согласованию между заинтересованными сторонами так называемый метод средней точки может использоваться для определения значения T_g . В этом случае измеряют значение T_g по точке пересечения кривой с прямой, равноудаленной от двух прямых, полученных экстраполяцией основных линий до и после перехода.

10 Выражение результатов

Записывают температуру, соответствующую точке перегиба как температуру стеклования, T_g , выраженную в градусах Цельсия.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- a) ссылку на настоящий международный стандарт;
- b) все подробности, необходимые для идентификации испытуемых(ой) проб(ы) масла;
- c) массу пробы для испытания;
- d) используемый прибор DSC [наименование прибора и тип анализатора (“теплового потока” или “компенсации энергии”)];
- e) используемый газ для продувки (гелий или азот) и скорость потока газа, в миллилитрах в минуту;
- f) значение T_g , в градусах Цельсия вместе с копией записанной кривой DSC;
- g) подробности любой операции, не включенной в этот международный стандарт, а также любые наблюдения, которые могут повлиять на результат;
- h) дату испытания.

(standards.iteh.ai)

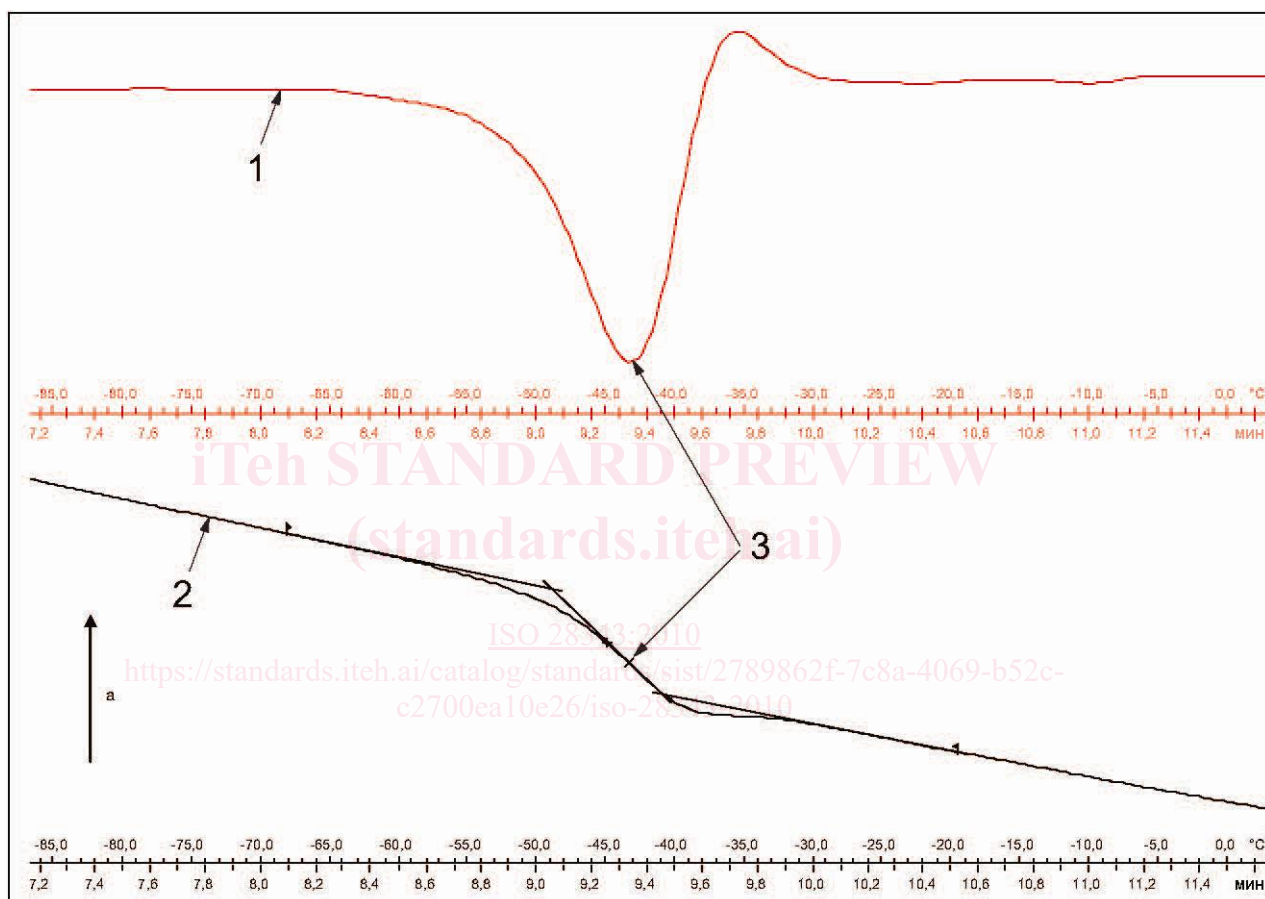
ISO 28343:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

Приложение А (информативное)

Определение температуры T_g по точке перегиба

ПРИМЕР 1 Без кристаллизации после перехода в стеклообразное состояние

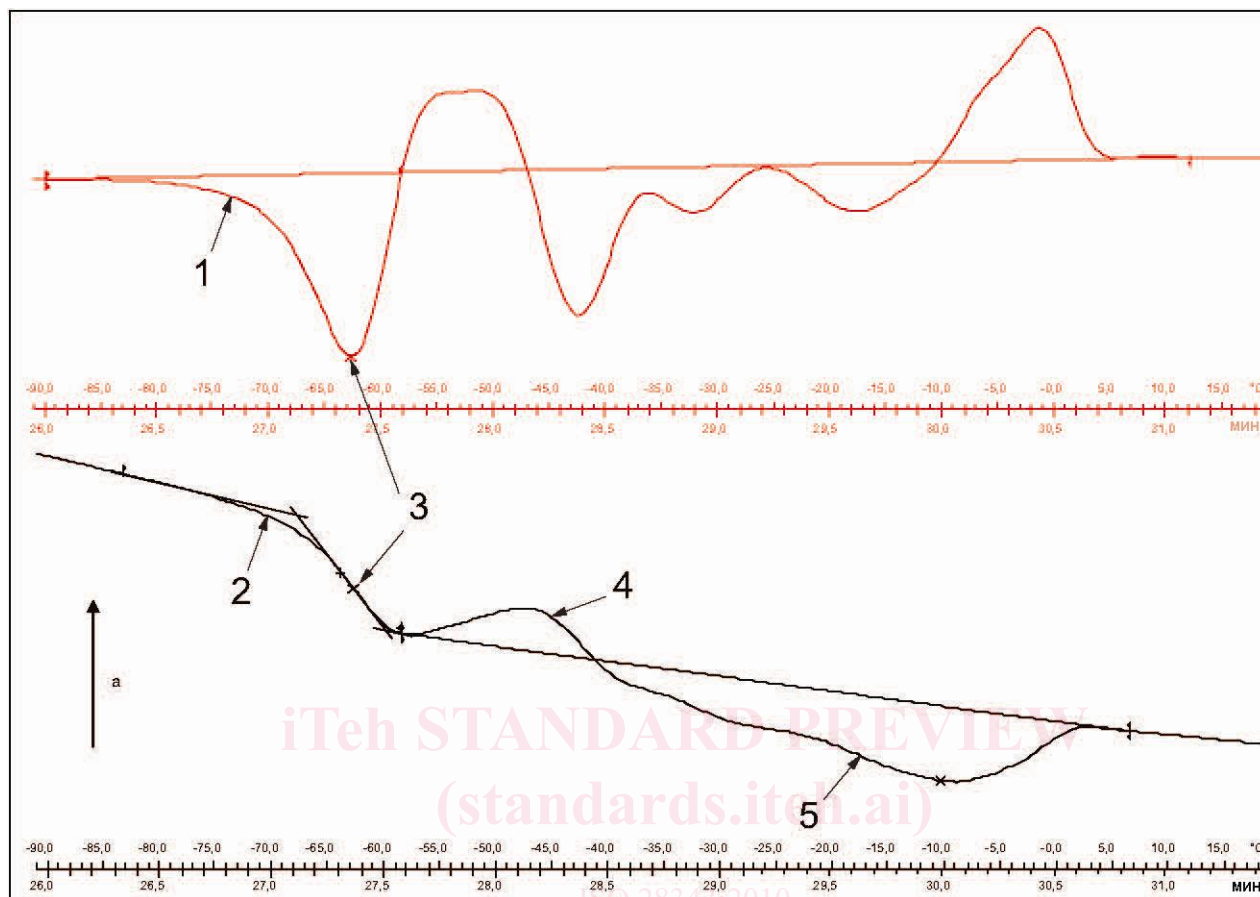


Обозначение

- 1 кривая первой производной
- 2 записанная кривая
- 3 температура стеклования (точка перегиба при $-43,41\text{ °C}$)
- a Экзотермический.

Рисунок А.1 — Масло без кристаллизации после перехода в стеклообразное состояние

Пример 2 Переход в стеклообразное состояние сопровождается кристаллизацией



Обозначение

- 1 кривая первой производной
 - 2 записанная кривая
 - 3 температура стеклования (точка перегиба при $-62,73\text{ }^{\circ}\text{C}$)
 - 4 пик кристаллизации
 - 5 плавление
- a Экзотермический.

Рисунок А.2 — Масло с кристаллизацией после перехода в стеклообразное состояние