

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
57969—  
2017

## КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

**Определение удельной теплоемкости методом  
дифференциальной сканирующей калориметрии  
с температурной модуляцией**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2017

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ТК 497

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 ноября 2017 г. № 1787-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту ASTM E2716-09(2014) «Стандартный метод определения теплоемкости методом дифференциальной сканирующей калориметрии с температурной модуляцией по синусоидальному закону» (ASTM E2716-09(2014) «Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Sinusoidal Modulated Temperature Differential Scanning Calorimetry», MOD) путем изменения его структуры для приведения в соответствие с правилами, установленными в ГОСТ 1.5—2001 (подразделы 4.2 и 4.3).

Исключение стандартов ASTM E473, ASTM E1142 обусловлено тем, что в Российской Федерации на национальном уровне нет аналогичных стандартов, а также в связи с тем, что они носят справочный характер и исключен пункт 3.1 в которых они упоминаются.

Ссылки на ASTM E967, ASTM E968, ASTM E1269 заменены соответствующими ссылками на межгосударственные и национальные стандарты.

Дополнительные ссылки, включенные в текст стандарта, а также технические отклонения в виде измененных значений показателей, внесенные для учета особенностей объекта и аспекта стандартизации, характерных для Российской Федерации, выделены курсивом.

Текст измененных положений, элементов выделен в стандарте одиночной вертикальной полужирной линией на полях напротив соответствующего текста.

Дополнительные требования и положения, внесенные в настоящий стандарт в дополнительных пунктах, подпунктах и абзацах и направленные на учет нормативных требований национальной стандартизации Российской Федерации, выделены путем заключения их в рамки из тонких линий, а информация с объяснением причин включения этих требований и положений приведена в виде примечаний.

Оригинальный текст невключенных структурных элементов стандарта ASTM приведен в дополнительном приложении ДА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта ASTM для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта ASTM приведено в дополнительном приложении ДБ.

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов стандартам ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте ASTM, приведены в дополнительном приложении ДВ

## 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))

© Стандартинформ, 2017

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

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Термины и определения . . . . .	2
4 Сущность метода . . . . .	2
5 Оборудование и материалы . . . . .	2
6 Подготовка к проведению испытаний . . . . .	3
7 Проведение испытаний . . . . .	4
8 Обработка результатов . . . . .	5
9 Протокол испытаний . . . . .	5
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ . . . . .	6
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ . . . . .	7
Приложение ДВ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ . . . . .	8

## НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

## Определение удельной теплоемкости методом дифференциальной сканирующей калориметрии с температурной модуляцией

Polymer composites. Determination of specific heat capacity by differential scanning calorimetry with temperature modulation

Дата введения — 2018—06—01

## 1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения удельной теплоемкости материалов с использованием дифференциальной сканирующей калориметрии с температурной модуляцией по синусоидальному закону. Определение удельной теплоемкости с использованием изотермической температурной программы с одним или несколькими шагами по ГОСТ Р 56754.

1.2 Настоящий стандарт предназначен для применения при определении удельной теплоемкости полимерных композитов и их компонентов, может быть также применен к термически стабильным твердым и жидким веществам.

1.3 Обычный температурный интервал использования данного стандарта лежит в диапазоне от минус 100 °С до плюс 600 °С. Данный интервал может быть расширен в зависимости от используемых оборудования и тиглей.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 55134—2012 (ИСО 11357-1:2009) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы

ГОСТ Р 56754—2015 (ИСО 11357-4:2005) Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 4. Определение удельной теплоемкости

**П р и м е ч а н и е** — При использовании 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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

**дифференциальная сканирующая калориметрия; ДСК:** Метод, в котором разность тепловых потоков, подведенных к тиглю с испытуемым образцом и эталонному тиглю, измеряется как функция температуры и/или времени в процессе воздействия на испытуемый и эталонный образцы управляемой температурной программой в установленной атмосфере и при использовании симметричной измерительной системы.

[ГОСТ Р 55134—2012, пункт 3.1]

3.2

**удельная теплоемкость при постоянном давлении  $c_p$ :** Количество теплоты, необходимое для того, чтобы увеличить температуру единицы массы материала на 1 К при постоянном давлении.

[ГОСТ Р 56754—2015, пункт 3.2]

**3.3 дифференциальная сканирующая калориметрия с температурной модуляцией (ТМ-ДСК):** Разновидность дифференциальной сканирующей калориметрии, которая обеспечивает наложение синусоидальной развертки температуры на традиционную температурную программу с линейными изменениями температуры.

**3.4 дифференциальная сканирующая калориметрия с температурной модуляцией в квазизотермическом режиме:** Разновидность дифференциальной сканирующей калориметрии, которая обеспечивает наложение синусоидальной развертки температуры на традиционную температурную программу при выбранной изотермической выдержке.

**3.5 температурная модуляция:** Приставка, добавляемая к названию метода, чтобы подчеркнуть, что на традиционную температурную программу накладывается периодически изменяющаяся температурная программа.

**3.6 изотермический:** При постоянной температуре.

Примечание — Термины используются в связи с исключением ссылок на стандарты АСТМ E473.

**3.7 частота:** Для периодических процессов выражает число циклов в единицу времени.

Примечание — Термин используется в связи с исключением ссылок на стандарты АСТМ E1142.

### 4 Сущность метода

4.1 Удельная теплоемкость образца для испытаний может быть определена с использованием подхода с температурной модуляцией, в котором образец для испытаний помещается в осциллирующее или периодически повторяющее температурное поле, вызывая осциллирующее (периодически повторяющее) изменение направления теплового потока в и из образца:

— в методе А образец для испытаний нагревается в контролируемой газовой атмосфере в интересуемом температурном интервале с подходящей для измерения температурной модуляцией;

— в методе Б образец для испытаний, после установления теплового равновесия, выдерживают в изотермическом режиме в контролируемой газовой атмосфере и затем подвергают воздействию изотермической программы с температурной модуляцией, подходящей для измерения.

4.2 Точность получаемых таким образом значений удельной теплоемкости зависит от экспериментальных условий. Например, при использовании тонкого образца инкапсулированного в тигель с высокой теплопроводностью и температурной осцилляцией с длинным периодом (малой частотой), в образце достигается равномерное распределение температурного поля, и получаемая удельная теплоемкость может быть сравнена со значениями удельной теплоемкости, полученными другими методами, не использующими температурную осцилляцию.

### 5 Оборудование и материалы

5.1 Прибор дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с температурной модуляцией — необходимое инструментальное оснащение для проведения дифференциальной сканирующей

калориметрии с температурной модуляцией — с минимальными требованиями для данного стандарта включает:

- испытательный модуль дифференциальной сканирующей калориметрии, состоящего из:
  - а) печи, позволяющей проводить равномерный контролируемый нагрев/охлаждение образца для испытаний и образца сравнения при постоянной температуре или при постоянной скорости в рамках температурного диапазона от минус 100 °С до плюс 600 °С,
  - б) датчика температуры (или другого источника сигнала) с возможностью определения температуры образца для испытаний с точностью 0,01 °С,
  - с) дифференциального датчика, позволяющего детектировать разность теплового потока между образцом для испытания и образцом сравнения, равного 1 мВт,
  - д) устройства для поддержания атмосферы инертного продувочного газа при скорости потока  $(50 \pm 10)$  мл/мин (дополнительная информация по продувочным газам приведена ниже);
    - температурный контроллер, способный задавать определенную температурную программу:
    - а) изменение температуры печи между выбранными температурными пределами со скоростью от 1 до 10 °С/мин,
    - б) изотермическую выдержку с точностью задания температуры равной  $\pm 0,1$  °С,
    - с) изменение температуры по синусоидальному закону с амплитудой до 1,5 °С и периодом до 100 с (частотой от 10 мГц) с наложением на линейную развертку температуру;
  - устройство для пересчета, способное переводить экспериментально получаемые характеристики температурной модуляции и сигнала смодулированного внутри образца теплового потока в требуемые монотонные значения удельной теплоемкости (предпочтительно в единицах Дж/(г·°С)) и средней температуры измерения с заданной точностью и прецизионностью;
  - устройство сбора данных, позволяющее собирать, хранить и визуализировать измеренные и/или расчетные значения сигналов. Минимально допустимыми выходными сигналами ТМ-ДСК являются амплитуда смодулированного теплового потока, температура, амплитуда модулирующей температурной программы и время.
  - охлаждающую систему, позволяющую проводить осциллирующее нагревание или охлаждение со скоростью, по крайней мере, 5 °С/мин;
  - системы подачи азота или другого инертного газа с низкой теплопроводностью со скоростью потока равного 50 мл/мин.

**Примечание** — Гелий, традиционный продувочный газ, неприемлем для этих целей в силу очень высокой теплопроводности, в результате которой снижается диапазон, точность и прецизионность измерений.

5.2 Весы, с максимальным пределом взвешивания, по крайне мере, не менее 200 мг, для взвешивания образцов и/или контейнеров (тиглей и т. д.) с точностью  $\pm 0,01$  мг.

5.3 Тигли (крышки и т. д.), являющиеся инертными к образцу, с подходящей конструкцией, и позволяющей помещать образец для испытаний в соответствие с определенными условиями данного метода измерений.

**Примечание** — Массы тиглей с крышками не должны различаться более чем на 0,05 мг, в противном случае разницу масс тиглей с крышками необходимо учитывать при расчетах Ср.

5.4 Материал сравнения с известными значениями удельной теплоемкости: диска из синтетического сапфира, массой от 10 до 100 мг.

**Примечание** — Межлабораторные испытания показали, что использование другой физической формы сапфира, отличной от диска, приводит к меньшей точности измерения и большей систематической ошибке результатов.

## 6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Перед пробоподготовкой порошкообразных или гранулированных образцов, они должны быть перемешаны с последующим отбором небольших порционных навесок из различных частей контейнера. Полученные небольшие порционные навески должны быть объединены и перемешаны для создания репрезентативной пробы для измерений.

6.2 Пробоподготовку жидких образцов осуществляют непосредственно после их перемешивания.

6.3 Пробоподготовку твердых образцов можно проводить посредством отрезания небольших кусочков с помощью чистого ножа или лезвия. Необходимо убедиться в равномерности образца, поскольку в твердых образцах возможна сегрегация.

6.4 Обычно образцы анализируют непосредственно после их получения. Если перед измерением были проведены кондиционирование образца или его механическая обработка, об этом должно быть указано в протоколе испытаний.

6.5 Выполняют все установочные и калибровочные процедуры, рекомендованные изготовителем оборудования в инструкции по эксплуатации прибора.

6.6 Прибор калибруют по температуре согласно ГОСТ Р 55134—2012 (подраздел 8.3) для скорости 10 К/мин используя индий в качестве калибровочного материала.

6.7 Прибор калибруют по тепловому потоку по ГОСТ Р 55134—2012 (подраздел 8.4) для скорости 10 К/мин используя индий в качестве калибровочного материала.

П р и м е ч а н и е — При расширении температурного диапазона для выполнения пунктов 6.6 и 6.7 могут использовать другие калибровочные материалы.

6.8 Сигнал(ы) теплоемкости для измерения удельной теплоемкости калибруют в условиях температурной модуляции согласно инструкции по эксплуатации прибора.

6.9 Выбирают значение температуры, которое, для метода А, соответствует средней температуре на температурном диапазоне, в котором будут проводиться измерения и, для метода Б — либо температуры, при которой будут проводиться измерения, либо средней температуры из всех изотермических сегментов, если для измерения будет использоваться многошаговый изотермический режим.

6.10 Завальцовывают чистый и пустой тигель с крышкой и записывают его массу с точностью  $\pm 0,01$  мг. Тигель сравнения помещают на сенсор сравнения прибора ДСК.

6.11 Взвешивают чистый и пустой тигель с крышкой с точностью  $\pm 0,01$  мг. В него помещают сапфировый калибровочный диск из пункта 5.4 и завальцовывают. Записывают массу сапфирового диска и тигля с точностью  $\pm 0,01$  мг, и помещают тигель с сапфировым диском на сенсор для образца прибора ДСК. Задают следующую программу с температурной модуляцией: амплитуда  $\pm 1$  °C, период 100 с (частота 10 мГц) (при использовании другой программы с температурной модуляцией, ее условия должны быть отражены в протоколе испытания). Выдерживают образец в изотермическом режиме не менее 10 минут при заданной температуре и затем по завершению изотермической стадии измеряют значение удельной теплоемкости.

6.12 Рассчитывают константу удельной теплоемкости ( $K_{Cp}$ ) посредством соотношения теоретического значения удельной теплоемкости сапфира к измеренному значению при данной температуре.

П р и м е ч а н и е — Значения удельной теплоемкости сапфира ( $\alpha$ -оксида алюминия) можно определить по ГОСТ Р 56754—2015 (таблица А.1).

## 7 Проведение испытаний

7.1 Во время эксперимента прибор ДСК продувают сухим азотом со скоростью потока  $(50 \pm 10)$  мл/мин.

7.2 Завальцовывают чистый и пустой тигель с крышкой и помещают его на сенсор сравнения прибора ТМ-ДСК. Для получения более достоверных результатов при необходимости записывают массу тигля с крышкой с точностью  $\pm 0,01$  мг.

7.3 Взвешивают чистый и пустой тигель с крышкой с точностью  $\pm 0,01$  мг и записывают массу как массу тары.

7.4 Помещают образец для испытаний во взвешенный тигель с крышкой, завальцовывают и записывают массу образца и тигля с крышкой с точностью  $\pm 0,01$  мг. Рассчитывают массу образца с точностью  $\pm 0,01$  мг.

### 7.5 Метод А

7.5.1 Проводят измерения температуры на 30 °C ниже и температуры на 10 °C выше интересующего температурного диапазона с использованием ДСК с температурной модуляцией со следующими параметрами:

— амплитуда  $\pm 1$  °C;

— период 100 с (частота 10 мГц);

— скорость нагревания 3 °C/мин (при использовании других параметров температурной модуляции, они должны быть отражены в протоколе).

**П р и м е ч а н и я**

1 При измерении удельной теплоемкости образца для испытаний используют точно такую же программу с температурной модуляцией (одинаковые значения амплитуды и периода), что и при измерении калибровочного материала.

2 Точность задания и поддержания скорости нагревания, местоположения тигля, использование тиглей с плоским основанием и достижение теплового равновесия являются необходимыми условиями при проведении измерения. Настройки прибора ДСК не должны изменяться после проведения калибровочного измерения по удельной теплоемкости.

7.5.2 Записывают амплитуду результирующего смодулированного теплового потока и амплитуду модулирующей температуру на всем температурном диапазоне или при интересующей температуре.

7.5.3 Используя амплитуду смоделированного теплового потока и амплитуду модулирующей температуры из пункта 7.5.2, рассчитывают и записывают значения удельной теплоемкости при интересующей температуре согласно процедуре, описанной в разделе 8.

7.5.4 Взвешивают повторно тигель с образцом после измерения. Если после измерения потеря массы образца составила 0,3 % или более измерение считается некорректным. Любое изменение массы образца после измерения должно быть отражено в протоколе испытаний.

**7.6 Метод Б**

7.6.1 Задают изотермическую стадию при интересующей температуре. Инициируют температурную модуляцию с амплитудой  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  и периодом 100 с (частотой 10 мГц) (при использовании других параметров температурной модуляции, они должны быть отражены в протоколе). Через 10 мин выдержки образца при заданных условиях с температурной модуляцией, измеряют и записывают удельную теплоемкость.

7.6.2 Записывают амплитуду результирующего смодулированного теплового потока и амплитуду модулирующей температуру на всем диапазоне или при интересующей температуре.

7.6.3 Используя амплитуду смоделированного теплового потока и амплитуду модулирующей температуры из пункта 7.6.2, рассчитывают и записывают значения удельной теплоемкости при интересующей температуре согласно процедуре, описанной в разделе 8.

7.6.4 Взвешивают повторно тигель с образцом после измерения. Если после измерения потеря массы образца составила 0,3 % или более измерение считается некорректным. Любое изменение массы образца после измерения должно быть отражено в протоколе испытаний.

**8 Обработка результатов**

8.1 При интересующей температуре измеряют амплитуду смодулированного теплового потока и записывают с разрешением  $\pm 0,01$  мВт.

8.2 При той же температуре, что и в 8.1 измеряют амплитуду модулирующей скорости нагревания с разрешением  $\pm 0,01^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ .

8.3 Рассчитывают удельную теплоемкость  $C_{p_s}$ , Дж/(г· $^{\circ}\text{C}$ ) по формуле

$$C_{p_s} = \frac{(60 \text{ с}/\text{мин} \cdot A_{mhr} \cdot K_{C_p})}{(A_{mhr} \cdot W_s)}, \quad (1)$$

где  $A_{mhr}$  — амплитуда смодулированного теплового потока, рассчитанная согласно 8.1, мВт;

$A_{mhr}$  — амплитуда модулирующей скорости нагревания, рассчитанная согласно 8.2,  $^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ ;

$W_s$  — масса образца, мг;

$K_{C_p}$  — калибровочная константа, рассчитанная согласно 6.12.

**9 Протокол испытаний**

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- полную идентификацию и описание исследуемого материала, включая источник получения, код производителя, и любые данные о термическом кондиционировании и механической обработке;
- описание используемого оборудования, такое как производитель и номер модели;
- описание процедуры калибровки с указанием полученных констант для калибровки;
- значения удельной теплоемкости при заданной температуре.

Приложение ДА  
(справочное)

**Оригинальный текст невключенных структурных элементов  
примененного стандарта АСТМ**

**ДА.1**

**1 Область применения**

1.4 Величины, указанные в единицах СИ, считаются стандартными. Другие единицы измерения в настоящем стандарте не используются.

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Данный метод аналогичен используемому в стандарте ИСО 11358-2, однако отличается от него в части математической обработки.

**ДА.2**

**3 Термины и определения**

3.1 Определения — специальные технические термины, используемые в данном стандарте, могут быть найдены в АСТМ E473 и АСТМ E1142, которые включают в себя термины температурной модуляции, изотермического режима, дифференциальной сканирующей калориметрии, частоты, теплопемкости и удельной теплопемкости.

**ДА.3**

**5 Важность и использование получаемых значений**

Метод определения удельной теплопемкости с использованием дифференциальной сканирующей калориметрии с температурной модуляцией представляет собой быстрый и достаточно простой метод определения удельной теплопемкости материалов, даже при квази-изотермических условиях.

5.2 Значения удельной теплопемкости являются важными характеристиками материала при их исследовании и разработке, а также контроле качества.

5.3 Измерение с применением пошаговой квази-изотермической программы может быть использовано для прослеживания за структурными изменениями в материале.

**ДА.4**

**6 Ограничения метода**

6.1 Вследствие того что для измерений используются миллиграммовые количества материала, необходимо убедиться, что для измерений используется гомогенная и/или репрезентативная пробы исследуемого материала.

6.2 Если в процессе нагревания в образце протекают химические реакции и/или наблюдается изменение массы, измерения могут приводить к неправильным результатам. Во избежание данных процессов, измерения должны проводиться в подходящих температурных диапазонах с использованием подходящего держателя образца.

**ДА.5**

**9 Меры предосторожности**

9.1 При нагревании образца до температуры его разложения возможно выделение токсичных или коррозионно-активных веществ.

**ДА.6**

**16 Прецзионность и систематическая ошибка**

16.1 Межлабораторные испытания запланированы на период 2012-2013 гг. Целью испытаний является определение внутрилабораторной повторяемости, межлабораторной воспроизводимости и систематической погрешности. Желающие принять участие в этом межлабораторном испытании могут обращаться к руководителю по работе с персоналом Комитета E37 в штаб-квартире АСТМ.

16.2 Прецзионность измерения:

16.2.1 В 2008 году было переведено ограниченное испытание повторяемости на основе пяти повторных измерений на одном образце сапфира и в рамках одной лаборатории. Относительное среднеквадратичное отклонение повторяемости в этом межлабораторном испытании составило 1,1 %.

16.2.2 Внутрилабораторную вариабельность можно описать с помощью величины повторяемости ( $r$ ), полученной в результате умножения относительно среднеквадратичного отклонения на 2,8. Было получено среднеарифметическое значение повторяемости, равное 3,2 %. Значение повторяемости оценивает 95 % границы достоверности.

Приложение ДБ  
(справочное)Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой  
примененного в нем стандарта ASTM

Таблица Д.1

Структура настоящего стандарта			Структура стандарта ASTM E2716-09(2014)		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1	1.1—1.3	—	1	1.1—1.3	—
	—	—		(1.4—1.5)*	—
2	—	—	2	2.1	—
3	—	—	3	3.1*	—
	3.1—3.7	—		3.2	3.2.1—3.2.2
4	—	—	4	4.14.1—4.2	—
—	—	—	5*	5.1—5.3	—
—	—	—	6*	6.1—6.2	—
5	5.1	—	7	7.1	7.1.1—7.1.6
	5.2—5.3	—		7.2—7.3	—
	5.4	—	8	8.1	—
—	—	—	9	9.1*	—
	8.5.1	—		9.2**	9.2.1—9.2.2
6	6.1—6.4	—	10	10.1—10.4	—
	6.5	—	11	11.1	—
	6.6—6.12	—	12	12.1—12.7	—
7	7.1—7.4	—	13	13.1—13.4	—
	7.5	7.5.1—7.5.4		13.5	13.5.1—12.5.4
	7.6	7.6.1—7.6.4		13.6	13.6.1—13.6.4
8	8.1—8.3	—	14	14.1—14.3	—
9	—	—	15	15.1	15.1.1—15.1.4
—	—	—	16*	16.1—16.2	—
Приложение		ДА	Приложение		—
		ДБ			—
		ДВ			—

\* Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения носят поясняющий, справочный или рекомендательный характер.

\*\* Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения размещены в других разделах настоящего стандарта.

Приложение ДВ  
(справочное)

## Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов стандартам ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте ASTM

Таблица ДВ.1

Обозначение ссылочных национальных стандартов	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта ASTM
ГОСТ Р 55134—2012 (ИСО 11357-1:2009)	NEQ	ASTM E967 «Метод испытания на калибровку температуры дифференциальных сканирующих калориметров и дифференциальных термоанализаторов» ASTM E968 «Практические указания по калибровке теплового потока дифференциальных сканирующих калориметров»
ГОСТ Р 56754—2015 (ИСО 11357-4:2005)	NEQ	ASTM E1269 «Стандартный метод испытания на определение удельной теплоемкости методом дифференциальной сканирующей калориметрии»
<p>П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- NEQ — неэквивалентные стандарты.</li> </ul>		

УДК 678.187:006.354

OKC 83.120

Ключевые слова: композиты полимерные, удельная теплоемкость, дифференциальная сканирующая калориметрия, теплоемкость, калориметрия с температурной модуляцией, удельная теплота, удельная теплоемкость, термический анализ

БЗ 12—2017/181

Редактор Р.Г. Говердовская  
Технический редактор В.Н. Прусакова  
Корректор Р.А. Ментова  
Компьютерная верстка Л.А. Круговой

Сдано в набор 23.11.2017. Подписано в печать 30.11.2017. Формат 60×84<sup>1</sup>/8. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28 Тираж 21 экз. Зак. 2507  
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва. Гранатный пер., 4.  
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru