



中华人民共和国国家标准

GB/T 16582—2008/ISO 3146:2000

代替 GB/T 16582—1996, GB/T 4608—1984

塑料 用毛细管法和偏光显微镜法测定 部分结晶聚合物熔融行为 (熔融温度或熔融范围)

Plastics—Determination of melting behaviour
(melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers by
capillary tube and polarizing-microscope methods

(ISO 3146:2000, IDT)

2008-08-04 发布

2009-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

塑料 用毛细管法和偏光显微镜法测定
部分结晶聚合物熔融行为
(熔融温度或熔融范围)

GB/T 16582—2008/ISO 3146:2000

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-34789 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 16582-2008

前 言

本标准等同采用 ISO 3146:2000《塑料——用毛细管法和偏光显微镜法测定部分结晶聚合物熔融行为(熔融温度或熔融范围)》(英文版)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) 把“本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 删除了 ISO 3146:2000 的前言;
- c) 增加了国家标准的前言;
- d) 把“规范性引用文件”一章所列的国际标准用对应的等同采用该文件的我国国家标准代替;
- e) 用我国的小数点符号“.”代替国际标准中的小数点符号“,”。

本标准代替 GB/T 16582—1996《部分结晶聚合物熔点试验方法 毛细管法》和 GB/T 4608—1984《部分结晶聚合物熔点试验方法 光学法》,将 GB/T 16582—1996、GB/T 4608—1984 合并,分别为方法 A 和方法 B。

本标准方法 A 与 GB/T 16582—1996 差异如下:

- 增加了规范性引用文件(第 2 章);
- 温度计:分度值 1 °C 改为分度值 0.1 °C(4.2.3);
- 原标准装样高度:粉末试样,装样高度约为 5 mm~10 mm,现标准未规定。

本标准方法 B 与 GB/T 4608—1984 差异如下:

- 原标准温度计分度值为 1 °C,现标准无分度值规定;
- 粉末样品取样量和粒度:由 1 mg~2 mg 改为 2 mg~3 mg,粒度不超过 100 μm 的粉末样(5.3.1);
- 加热试样形成的薄膜厚度:由 0.05 mm 以下改为 0.01 mm~0.04 mm(5.3.1);
- 增加模塑料和颗粒料样品(5.3.2);
- 增加了状态调节(5.3.4);
- 增加了精密度(5.5)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本标准负责起草单位:国家合成树脂质量监督检验中心、杭州师范大学。

本标准参加起草单位:国家塑料制品质检中心(北京)、中石化北化院国家化学建材测试中心(材料测试部)、金发科技股份有限公司。

本标准起草人:云伯翎、邱化玉、郑宁、陈家琪、许向青、刘奇祥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4608—1984;
- GB/T 16582—1996。

塑料 用毛细管法和偏光显微镜法测定 部分结晶聚合物熔融行为 (熔融温度或熔融范围)

1 范围

本标准规定用毛细管法和偏光显微镜法测定部分结晶聚合物的熔融行为的方法。

方法 A(毛细管法)适用于所有部分结晶聚合物及它们的配混物。

方法 B(偏光显微镜法)适用于有双折射结晶相的聚合物。因为会影响聚合物结晶区的双折射,所以不适用于含有颜料和/或填加剂的配混物。

注 1: 方法 A 也可评价非结晶固体的软化温度。

注 2: 用不同方法测量的熔融温度通常会有几度(K)的差别。

注 3: 另外一种方法为 GB/T 19466.3—2004《塑料 差示扫描量热法(DSC) 第 3 部分: 熔融和结晶温度及热焓的测定》,也适用于部分结晶聚合物熔融行为的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291:1997)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

部分结晶聚合物 semi-crystalline polymer

含有结晶相和无定形相的聚合物。

3.2

熔融范围 melting range

当加热时,结晶或部分结晶聚合物结晶特性或形状消失的温度范围。

4 方法 A——毛细管法

4.1 原理

以可控的速率加热样品,测定开始出现明显形状变化及结晶相完全消失时的温度。

以形状变化时的温度作为样品的熔融温度,上述两个温度间的范围,即为熔融范围。

注: 按有关标准或经有关各方协商,本方法也可用于非结晶材料。

4.2 设备(见图 1)

4.2.1 熔融设备由以下各部件组成:

- 圆柱形金属块,上部是中空的并形成一个小腔。
- 金属塞,带有两个或多个孔,允许温度计和一个或多个毛细管装入金属块。
- 用于金属块的加热系统,例如,封装在金属块中的电阻丝。
- 若利用电加热,应有调节功率输入的变阻箱。

- e) 小腔内壁上的四个耐热玻璃窗,其布置是两两相对互成直角。一个视窗前面装一个目镜,以便观察毛细管。其他三个视窗,借助灯照明封闭的内部。

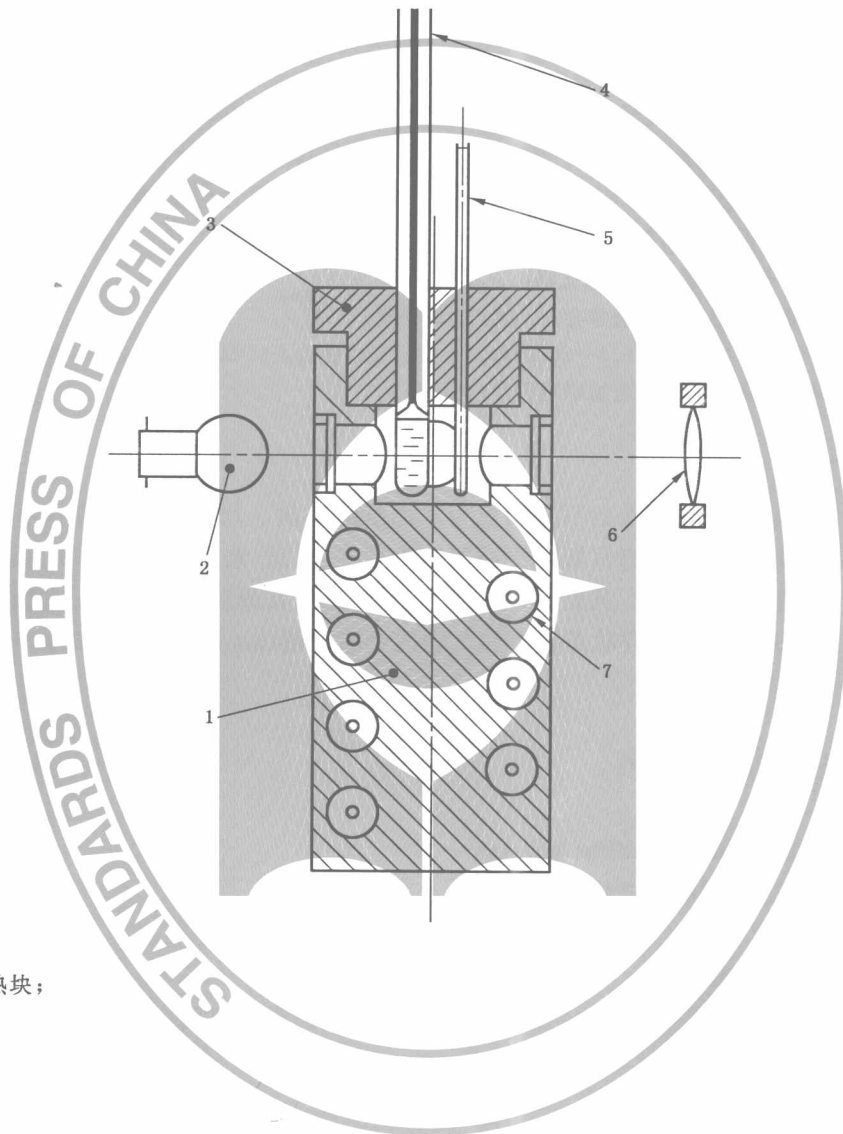
注 1: 也可使用能提供相同结果的其他适宜设备。

4.2.2 毛细管:由耐热玻璃制成,一端封闭。

毛细管的最大外径应为 1.5 mm。

4.2.3 温度计:应经过校准,分度值为 0.1 °C。温度计的球泡所处的位置不能阻碍热扩散。

注 2: 也可利用其他适宜的温度测量装置。



- 1——金属加热块;
- 2——灯;
- 3——金属塞;
- 4——温度计;
- 5——毛细管;
- 6——目镜;
- 7——电阻丝。

图 1 方法 A 的设备

4.3 试样

4.3.1 概述

试样应取自有代表性的被试材料。

4.3.2 特点

应用粒度不超过 100 μm 的粉末或厚度为 10 μm ~20 μm 的薄膜切成的小片。对比试验时,应用相同粒径和/或相同厚度膜层的试样进行试验。

4.3.3 状态调节

如果没有其他规定或有关各方的商定,测试前试样应按 GB/T 2918—1998 在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 下状态调节 3 h。

4.4 操作步骤

4.4.1 校准

在试验温度范围内,应定期校准温度计。

推荐的标准物质见表 1。

表 1 校准用标准试剂

化学试剂	熔融温度 ^a /°C
L 薄荷醇-1	42.5
偶氮苯	69.0
8-羟基喹啉	75.5
萘磺酸	80.2
苯酚	96.0
乙酰替苯胺	113.5
茴香酸	121.7
乙酰替乙氧苯胺	136.0
己二胺	151.5
铟	156.4
对氨基苯磺酰胺	165.7
氢醌	170.3
琥珀酸	189.5
氯蒽醌	208.0
蒽	217.0
邻磺酰苯酰亚胺	229.4
锡	231.9
二氧化锡	247.0
酚酞	261.5

^a 表中所标出的温度是理论纯物质的熔点;所用标准物质的真正熔点值,应由供应方给出。

4.4.2 测定

4.4.2.1 把温度计(4.2.3)和含有试样的毛细管(4.2.2)插入金属块[4.2.1a)]中并开始加热。调整控制器[4.2.1d)]以不高于 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率加热试样,直到比预期熔融温度约低 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时。调整升温速率为 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。记录试样形状开始改变的温度。

以同样的速率继续加热,记录结晶相完全消失时的温度。

4.4.2.2 以第二个试样重复 4.4.2.1 的操作,如果同一试验人员对同样的样品所获得的两次结果之差超过 $3\text{ }^{\circ}\text{C}$,那么以两个新的试样重新试验。

4.5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 注明采用本标准;
- 所用的方法(方法 A);
- 完整标识受试材料所需的所有细节;
- 试样的形状和粒度(或质量);
- 试样先前的热历史;
- 所用的状态调节程序;
- 所用的加热速率程序;

- h) 两个相继测定的温度,以及试样形状开始变化及结晶完全消失时温度的算术平均值;
- i) 任何没按本标准规定或其他附加的考虑,以及指明对结果有影响的操作细节。

5 方法 B——偏光显微镜法

5.1 原理

试样置于显微镜的圆形偏振片和罩式检偏振器之间,以可控的升温速率加热。测量在聚合物结晶相光学各向异性消失时的温度,并记录。

5.2 设备

5.2.1 显微镜,带有圆形起偏振器和罩式检偏振器,即内置检偏振器的偏光显微镜,其放大率由 $\times 50$ 到 $\times 100$ 。

5.2.2 微型加热台,是由略高于显微镜载物台上的绝缘金属块组成。该金属块应该:

- a) 具有一个透光孔;
- b) 具有可适当控制加热和冷却速率的电加热系统;
- c) 具有护热作用的玻璃罩,以便在惰性气体中进行测量;
- d) 在透光孔 a) 旁边有一个温度计插孔。

5.2.3 温度计,应经校准或等效的温度测量装置,以在整个的试验温度范围都适用。

5.3 试样

5.3.1 粉末状材料

把 2 mg~3 mg 粒度不超过 100 μm 的粉末样品放在透明的载玻片上并用盖玻片将其盖住。

注:由于加热速率、试样处于熔融态的温度和时间,以及冷却速率的不同,造成熔融行为的不同。

在热台上加热试样组件(试样、载玻片和盖玻片)直到略高于聚合物的熔融温度。对盖玻片稍稍加压,形成厚度 0.01 mm~0.04 mm 的薄膜,同时关闭加热使组件慢慢冷却。

5.3.2 模塑料和颗粒料

使用切片机将样品切成厚度近似 0.02 mm 的薄膜,把它放在洁净的载玻片上并用盖玻片将其盖住,按 5.3.1 的规定加热并使其熔融。

5.3.3 薄膜和片材

切出 2 mg~3 mg 的薄膜或片材试料,把它放在洁净的载玻片上并用盖玻片将其盖住,并按 5.3.1 的规定加热并使其熔融。

对载玻片和盖玻片间的试样进行预熔,可消除由于定向或内应力而产生的双折射,也减小了试验期间氧化的危险。只在特殊情况下,才按 5.2.2c) 的规定采用惰性气流。均可提高测量的再现性。然而,如果有关各方协商一致,可不预熔,直接对粉末或薄膜或片材进行试验,但应在试验报告中予以说明。

5.3.4 状态调节

见 4.3.3。

注:试样在热台上的预熔可能消除或改变状态调节的效果。

5.4 操作步骤

5.4.1 校准

见 4.4.1。

5.4.2 测定

把试样组件(见 5.3.1、5.3.2 或 5.3.3)放在微型加热台(5.2.2)上,调整光源至最大光强,聚焦显微镜(5.2.1)。

旋转偏振器以获得暗场,结晶材料在暗场上显示光亮。调节温度控制器使加热台逐渐升温(以不高于 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的加热速率)直至低于熔融温度 T_m 以下的某一温度,以作为初步试验所测定的一个近似值,所低的温度值为下述之一:

$T_m < 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,应低 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$;

$150\text{ }^{\circ}\text{C} < T_m < 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,应低 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$;

$T_m > 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,应低 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

调整温度控制器至 $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温。

观察双折射消失并仅剩下一个完整的暗场时的温度,记下该温度,作为试样的熔融温度。

关闭微型加热台电源并移出盖玻片、护热罩和试样载片。

以另外一个试样重复该步骤,如果同一操作员对同样的样品获得的两次结果之差大于 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$,要用两个新的试样重复上述步骤。

5.5 精密度

根据循环试验的结果,重复性是 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$,因尚未获得足够的数据无法确定再现性。

5.6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 标明采用本标准;
 - b) 所用的方法(方法 B);
 - c) 完整标识被试材料所需的全部细节;
 - d) 试样的形状和粒度(或质量);
 - e) 试样先前的热历史;
 - f) 所用的状态调节程序;
 - g) 若应用,载片上的预热的描述;
 - h) 若应用,所用的惰性气体及气体的类型;
 - i) 所用的加热速率程序;
 - j) 两次相继测定的温度,及其平均值;
 - k) 任何没按本标准规定或有其他附加的考虑,以及指明对结果有影响的操作细节。
-