



中华人民共和国国家标准

GB/T 39691—2020

塑料 折光率的测定

Plastics—Determination of refractive index

(ISO 489:1999, MOD)

2020-12-14 发布

2021-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 489:1999《塑料 折光率的测定》。

本标准与 ISO 489:1999 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 489:1999 的条款编号对照一览表。

本标准与 ISO 489:1999 的技术性差异及其原因如下:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用修改采用国际标准的 GB/T 2918—2018 代替 ISO 291:2008。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本标准主要起草单位:中蓝晨光成都检测技术有限公司、广州质量监督检测研究院、安徽怀远康华塑胶制品有限公司、深圳市中安检测技术有限公司、青岛产品质量监督检验研究院、中华人民共和国青岛大港海关、链行达新材料科技(广州)有限公司。

本标准主要起草人:谢鹏、何西山、杨鲁、郑宇、赵宇芳、王智、高建国、王芳卷、施信波、王晓滨。

防盜隱藏圖層
請用積分下載
正本常圖隱藏

塑料 折光率的测定

1 范围

本标准规定了两种测定塑料折光率的试验方法：

方法 A：折光仪法。采用折光仪折射法测量模塑件、压铸或挤压板材或薄膜的折光率。适用于各向同性、透明、半透明、有色或不透明材料，也适用于各向异性材料。当需要高精度试验时，推荐使用本方法。本方法不适用于粉状或颗粒状样品。

方法 B：显微镜浸渍法（利用贝克线现象）。本方法可用于测定粉状或颗粒状透明材料的折光率。一般来说，宜采用单色光来避免色散效应。本方法适用于各向同性半透明材料、有色材料，不适用于不透明材料和各向异性材料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 2918—2018 塑料 试样状态调节和试验的标准环境 (ISO 2917:2008, MOD)

3 意义和用途

3.1 折光率是一个基本属性，可用于检查材料的纯度和组成，可用于识别材料和设计光学零部件。折光率随温度的变化可以表示材料的转变点。

3.2 由经验丰富的操作人员谨慎地使用方法 B 时，方法 B 的精密性与方法 A 的精密度大致相同（见第 8 章）。

4 仪器和材料

4.1 方法 A

4.1.1 阿贝折射仪或任何可以给出同样结果的其他折射仪，精确到 0.001，折光率的测量范围从 1.300 至 1.700。应给样品和棱镜提供温度控制装置（4.1.3）。

4.1.2 白色光或钠灯作为光源。

4.1.3 水浴温度控制，能保持主棱镜、子棱镜和样品的温度在 $(23.0 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 。循环水应为蒸馏水。

4.1.4 接触液。

警示——在处理、储存和处置过程中，接触液可能危害环境。应遵守国家和地方安全管理和处置规定。

接触液的折光率应高于被检测材料的折光率，不得软化、侵蚀或溶解塑料材料。表 1 中列出的液体可用于相应的塑料材料，但也可使用满足这些要求的其他液体。

表 1 接触液

塑料材料	接触液
纤维素衍生物	茴香油或 α -溴代萘
含氟聚合物	α -溴代萘
脲(甲)醛树脂	茴香油或 α -溴代萘
苯酚甲醛	α -溴代萘
聚乙烯	α -溴代萘
聚酰胺	α -溴代萘
不饱和聚酯	α -溴代萘
聚异丁烯	微酸性氯化锌饱和水溶液
聚甲基丙烯酸甲酯	微酸性氯化锌饱和水溶液或 α -溴代萘
聚苯乙烯	饱和钾汞(Ⅱ)碘化物溶液
苯乙炔-内烯腈共聚物	α -溴代萘
乙烯基树脂(氯乙烯共聚物或增塑聚氯乙烯)	α -溴代萘
聚氯乙烯	α -溴代萘
聚对苯二甲酸乙二醇酯	二碘甲烷
聚碳酸酯	二碘甲烷
聚碳酸丙烯酯	水杨酸甲酯、茴香油、 α -溴代萘
聚芳酯	微酸性氯化锌饱和水溶液，二碘甲烷或 α -溴代萘
聚醚醚酮	二碘甲烷
聚丙烯	α -溴代萘

4.2 方法 B

- 4.2.1 显微镜:放大倍数至少 200 倍。
- 4.2.2 显微镜光源:单色光,通常是钠 D 线,波长为 589 nm。
- 4.2.3 不同折光率的浸渍液。

警示——在处理、储存和处置过程中,浸渍液可能危害环境。应遵守国家和地方安全管理和处置规定。

表 2 所示的已知折光率的浸渍液可单独使用,当需要不同的精度增量时也可混合使用。浸渍液不应软化、侵蚀、溶解或膨胀颗粒表面。

表 2 浸渍液

浸渍液	23 ℃ 时折光率 n_D^{23}
碳酸丁酯	1.410

表 2 (续)

浸渍液	23 ℃ 时折光率 n_D^{23}
柠檬酸三正丁酯	1.444
邻苯二甲酸二丁酯	1.491
α -溴代萘	1.657
二碘甲烷	1.747
钾汞(Ⅱ)碘化物水溶液	1.419~1.733 ^a
硅油	1.37~1.56 ^a
^a 可根据测试需求调整测试范围。	

5 样品制备

5.1 方法 A

将片材试样切割成适合折射仪棱镜的尺寸,推荐使用下列尺寸:

宽:8 mm;

长:20 mm;

厚:3 mm~5 mm;

为达到最大精度,与棱镜(测量面)接触的试样表面应平整且抛光良好。去除制样过程中产生的毛刺和其他污染。

当目镜视野的亮部和暗部之间的分界线清晰而笔直时,表示试样与棱镜之间的接触满足要求。

用于测试的两个面应互相垂直且经过良好抛光。两个抛光表面应相交,没有斜边或圆边。

推荐下列尺寸的薄膜试样:

宽:8 mm;

长:20 mm;

厚:薄膜的实际尺寸但不能小于 2 μm 。

对于各向异性材料,见 7.1.3。

5.2 方法 B

试样由待检材料粒组成,例如粉末、颗粒或碎片。颗粒的尺寸应足够小,且其分布应允许在视野中同时观察样品和周围区域的面积大致相等。

确保样品的厚度明显低于显微镜物镜的工作距离。

5.3 样品量

对于薄片或薄膜,需要 5 个试样。对于粉末、微粒和颗粒样品,需要足够进行 5 次测量的量。

6 状态调节

除非有关材料标准另有规定,样品在试验前应按照 GB/T 2918—2018 在温度为(23 $\pm$ 2)℃和相对湿度为(50 $\pm$ 10)%下调节至少 88 h。

在 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 和 $(50\pm 10)\%$ 相对湿度的环境中准备仪器。

7 试验步骤

7.1 方法 A

7.1.1 通则

如果使用阿贝折射仪(4.1.1),则按以下步骤进行测试。如果使用其他折射仪,按照制造商建议的程序。

在 $(23\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 水浴下进行测试。

7.1.2 透明片材

将一滴接触液(4.1.4)滴在透明片材试样的抛光表面上(测量面),试样抛光的边朝向光源,贴紧棱镜的表面(如图 1 所示)。调整折射指数,直到目镜场一半是黑的。

调整补偿器(阿米西棱镜),直到所有的颜色从场上移除。然后用游标调节指数臂,直到亮部和暗部之间的分界线与目镜十字叉的交点正好重合(如图 2 所示)。

从仪器刻度上读出折光率。

如果需要,可以通过补偿器读数,并利用折光率的值从仪器提供的图表中读出色散。

说明:

- 1——补偿器;
- 2——指数臂;
- 3——目镜;
- 4——样品;
- 5——接触液;
- 6——光源;
- 7——乳白反射板;
- 8——子棱镜;
- 9——主棱镜。

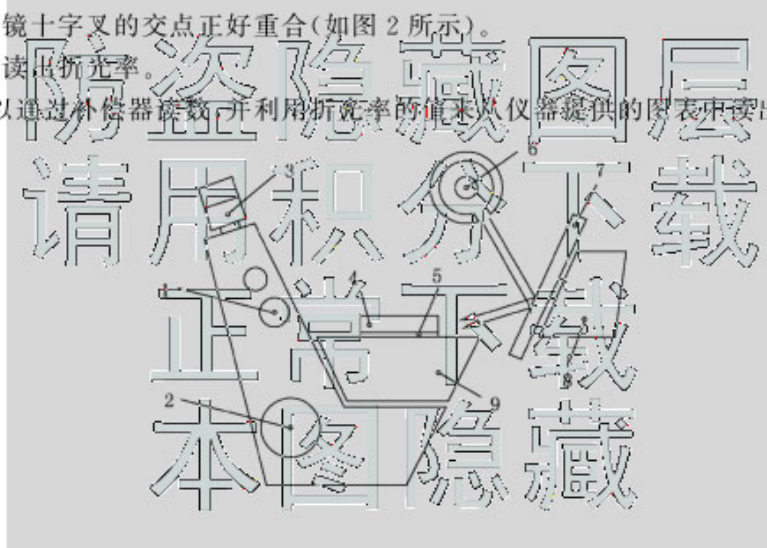
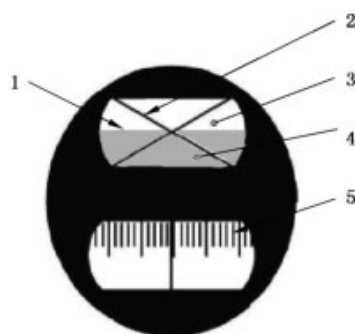


图 1 测量透明薄片折光率的方法



说明：

- 1——边界线；
- 2——十字准线；
- 3——目镜视野的亮部；
- 4——目镜视野的暗部；
- 5——折射率标度。

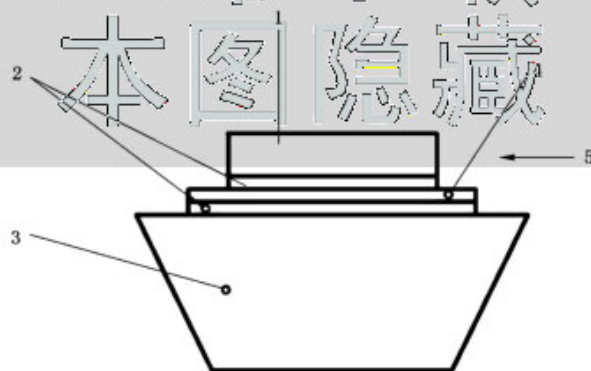
图2 折射率仪视场

7.1.3 薄膜

将接触液(4.1.4)滴在棱镜上,之后覆盖薄膜试样。在薄膜上层再滴一滴接触液,然后将玻璃板放在试样上(如图3所示)。玻璃板的折光率应大于薄膜样品的折光率。

使用钠灯光源来测试各向异性薄膜材料,以此来获得一束稳定的人射光并避免任何色散效应。如图1所示,打开子棱镜并将乳白色反射板放置在其上,以将钠灯的光反射到玻璃板的边缘。

注:薄膜样品的折光率是很难测量的,因为薄膜非常薄,这会导致入射光穿过样品边缘的量有限。为了弥补这一点,在试样顶部放置一个玻璃板。



说明：

- 1——玻璃板；
- 2——接触液；
- 3——棱镜；
- 4——薄膜试样；
- 5——光。

图3 薄膜折光率的测试方法

7.1.4 各向异性材料

对于各向异性材料,如注塑或挤出成型材料,试样的不同部位可以测得不同的折光率(如图 4)。在这种情况下,用试样的抛光面平行于或垂直于纵向来制备不同的试样。

通过在阿贝折光率仪目镜上加一个偏振片,可以测量具有多个折光率的样品。利用试样方向(照射面面向纵向或与纵向成 90°)与偏振片方向(在两个位置之间旋转 90°)的不同组合,如图 5 所示,折光率可以在任何特定的方向测量。

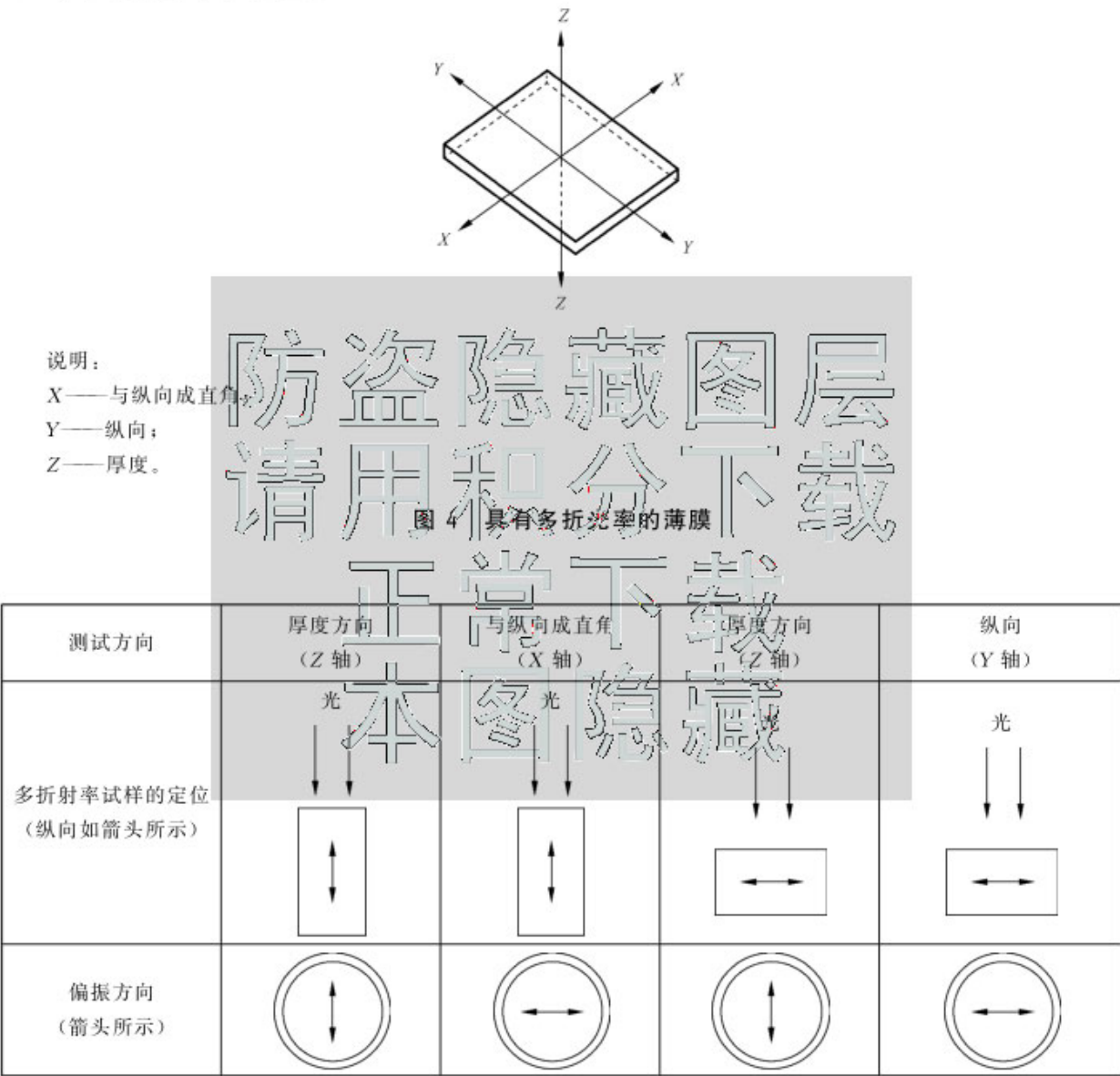


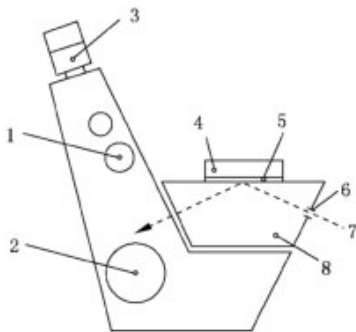
图 5 试样方向与偏振方向的不同组合

7.1.5 半透明、有色、不透明的材料

使用阿贝折光仪的反射模式来测试半透明、有色和不透明的材料。在这种模式下,光线通过上窗口进入棱镜,反射在棱镜和试件之间的界面,如图 6 所示。

注:测试半透明、有色或不透明的材料时,由于反射光的缺乏,用透射法测量折光率是很困难的。在这种情况下,用

反射模式测量折光率是可能的。当采用反射模式时,亮部和暗部反转,对比度变差。



- 说明:
- 1——补偿器;
 - 2——指数臂;
 - 3——目镜;
 - 4——试样;
 - 5——接触液;
 - 6——照明窗;
 - 7——光;
 - 8——主棱镜。

防盗隐藏图层
图 6 半透明、有色和不透明材料折光率的测量方法
请用积分下载
正常下载
本图隐藏

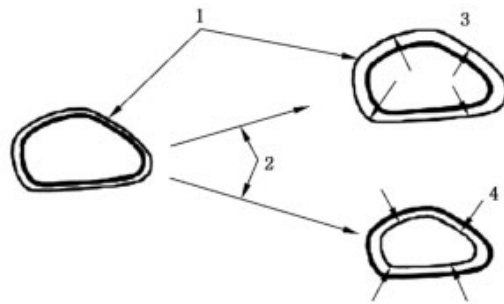
7.2 方法 B

在 $(23.0 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 下进行测试。
在载玻片上放入少量浸渍液(4.2.3)。浸渍液折光率应为已知(见表 2),且接近被测材料的折光率。
如果要测试的材料折光率未知,建议使用折光率约为 1.56 的浸渍液。
将待检材料的一些颗粒放入载玻片上的液体中并加盖盖玻片。对准聚光器以产生窄的轴向照明光束。

把准备好的样品放在显微镜载物台上,聚焦在微粒上。通过增加显微镜物镜和样品之间的距离来略微失焦。粒子周围或内部的明亮的光环(贝克线),将移向具有高折光率的介质,如图 7 所示。

用其他已知折光率的浸渍液和待测材料的粒子进行重复试验,直到折光率匹配,或者直到测试样品的指数在两个已知指数的浸渍液之间。当被测试材料的折光率等于浸渍液体的折光率时,贝克线现象不会随着显微镜物镜的升高或降低而出现。

当样品和浸渍液的匹配度接近时,在制备过程中产生的任何气泡有利于对焦。



说明:

- 1——贝克线;
- 2——提起显微镜镜筒稍稍散焦;
- 3——浸渍液比样品的折射率高,贝克线移向浸渍液;
- 4——在相反的情况下,贝克线是移向粒子。

图7 贝克线及其变化

8 精密度

1996年进行了一项8个实验室参与的国际试验,以确定这两种方法的精密度。分别采用方法A对11种样品和方法B对6种样品进行了测量,其中3个样品的材料相同。根据ISO 5725-1、ISO 5725-2和ISO 5725-3分析数据,结果见表3。通过格拉布斯检验未发现异常值。

在使用方法A进行的一系列测量中,仔细选择各向异性试样并确定其方向。

再现性是指在不同实验室,由不同操作人员使用不同设备,按相同测试方法对同一材料进行测试而得到的测试结果的精密度,以再现性标准差表示。

实验室内再现性是指在同一实验室中以相同的方法,但操作人员、设备和测试时间部分或完全不同的条件下获得的测试结果的精密度。

注1:在方法A中,PMMA浇铸板和充分收缩和退火的PMMA浇铸板(取向和光学应力较小)的再现性标准差小于0.0004,其他的则从0.0007到0.0008不等,数据分散取决于样本内部的局部差异。对于充分收缩和退火的PMMA浇铸板,再现性标准差略小于根据实验室内试验数据计算的标准偏差。由于 S_R 只能大于或等于 S_{RW} ,因此这可能是该材料的再现性数据被颠倒。尽管如此,测量该材料折光率时,精密度依然较高, S_R 和 S_{RW} 之间的差仅为0.0001,与该方法的检测限相对应。

注2:一般而言,方法B测试颗粒样品的再现性比方法A差,从同一材料的片状和粒状样品得到的数据中明显地显示出这一点;如PMMA(2,15)和PS(6,17)。

表3 实验室间试验数据

序号	方法	材料	平均折光率 n_D^{23}	实验室内再现性标准差 S_{RW}	再现性标准差 S_R
1	A	PMMA 浇铸板	1.491 1	0.000 36	0.000 41
2	A	充分收缩和退火的 PMMA 浇铸板	1.491 4	0.000 58	0.000 46
3	A	PC 挤出板(纵向)	1.583 9	0.000 40	0.000 82
4	A	PC 挤出板(横向)	1.583 7	0.000 65	0.000 67
5	A	眼镜镜片用高折光率树脂	1.657 9	0.000 20	0.001 02

表 3 (续)

序号	方法	材料	平均折光率 n_D^{23}	实验室内再现性 标准差 S_{RW}	再现性标准差 S_R
6	A	PS 压塑板	1.590 8	0.000 54	0.000 71
7	A	环烯烃共聚物	1.542 8	0.006 58	0.007 31
8	A	PP 膜(纵向)	1.504 6	0.000 54	0.008 32
9	A	PP 膜(横向)	1.504 1	0.000 37	0.000 46
10	A	FEP 膜(纵向)	1.344 7	0.001 13	0.001 52
11	A	FEP 膜(横向)	1.343 4	0.000 39	0.001 13
12	A	PMMA(小珠)	1.490 6	0.000 37	0.000 51
13	B	PC(粉末)	1.584 7	0.000 31	0.005 45
14	B	环烯烃共聚物(颗粒)	1.541 7	0.000 33	0.002 53
15	B	完全收缩和退火的 PMMA(颗粒)	1.490 9	0.000 34	0.000 92
16	B	PC(颗粒)	1.584 5	0.000 42	0.003 04
17	B	PS(颗粒)	1.591 9	0.000 52	0.004 69

9 测试报告

测试报告应包含以下内容:

- 采用本标准;
- 样品的全部信息;
- 所用的方法(方法 A 或方法 B);
- 光源的类型和所使用的波长;
- 试样的取样位置(只适用于方法 A);
- 色散(只适用于方法 A),需要时;
- 由测量精度确定的最接近有效数字的折射率(如果用方法 A,则超过三个有效数字);
- 任何约定的其他偏离;
- 测试日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 489:1999 的章条编号对照一览表

本标准与 ISO 489:1999 的章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 489:1999 的章条编号对照情况

本标准	ISO 489:1999
1	第 1 章的前三段
2	第 2 章的部分内容
3	第 1 章的注 1、注 2
4	3
4.1	3.1
4.1.1	3.1.1
4.1.2	3.1.2
4.1.3	3.1.3
4.1.4	3.1.4
4.2	3.2
4.2.1	3.2.1
4.2.2	3.2.2
4.2.3	3.2.3
5	4
5.1	4.1
5.2	4.2
5.3	4.3
6	5
7	6
7.1	6.1
—	6.1.1
7.1.2	6.1.2
7.1.3	6.1.3
7.1.4	6.1.4
7.2	6.2
8	7
9	8
参考文献	第 2 章清单中的后三条

参 考 文 献

- [1] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and result—Part 1: General principles and definitions
- [2] ISO 5725-2:2019 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [3] ISO 5725-3:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method—Technical Corrigendum 1
-

