



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21783—2008/ISO 3146:2000

## 塑料 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 (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)

2008-05-12 发布

2008-09-01 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

## 前 言

本标准等同采用 ISO 3146:2000(E)《塑料 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(熔融温度或熔融范围)》,包括其技术勘误 ISO 3146:2000/Cor. 1:2002(E)。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准起草单位:广东出入境检验检疫局、宁波出入境检验检疫局、国家合成树脂质量监督检验中心。

本标准主要起草人:陈谷峰、彭速标、萧达辉、陈强、沈文洁、翟翠萍、郑建国、邬蓓蕾、林振兴、王建东、黎庆翔。

本标准为首次发布。

## 引 言

结晶或部分结晶聚合物的熔融行为表现出一种结构敏感性质。

聚合物通常不具有低分子物质那种明确的熔点,只是在加热时可以观察到一个从固态开始变化为高黏性或黏弹性液体并伴随晶相消失的熔融温度范围。熔融范围与诸如分子量、分子量分布、结晶度和热力学性质等许多参数有关。

熔融范围也可能与试样的受热历程有关。熔融范围的低限或高限或其平均值,有时被习惯地称为“熔融温度”。

# 塑料 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 (熔融温度或熔融范围)

## 1 范围

本标准规定了评价部分结晶聚合物熔融行为的两种方法。

不同的方法所测定的熔融温度通常相差几度,引言中对此已做出解释。

方法 A: 毛细管法

该法是以聚合物形变为基础的熔融温度测定方法,适用于所有部分结晶聚合物及其混合物。

注 1: 方法 A 也可用来评价非结晶固体的软化行为。

方法 B: 偏光显微镜法

该法是以聚合物光学性能的变化为基础的熔融温度测定方法,适用于含有双折射结晶相的聚合物的熔融温度测定,不适用于加有会干扰双折射的颜料和/或添加剂的聚合物结晶区的熔融温度测定。

注 2: 适用于部分结晶聚合物的另一种方法可参见标准:GB/T 19466.3—2004《塑料 差示扫描量热仪(DSC)法

第 3 部分: 熔融或结晶温度和热焓的测定》(ISO 11357-3:1999, IDT)。

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

## 3 术语和定义

本标准采用下列术语和定义。

### 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

结晶或部分结晶聚合物受热时其结晶特性或颗粒形状消失的温度范围。

注: 对方法 A 和方法 B 所测得的“熔融温度”的定义分别见 4.1 和 5.1。

## 4 方法 A: 毛细管法

### 4.1 原理

在控制升温速度的情况下对毛细管中的试样加热。记录试样开始变形时的温度以及试样最后残余晶相消失时的温度。

第一个温度称为该样品的熔融温度,两个温度之间的范围则称为该样品的熔融范围。

注: 按有关规定或经相关方商定,本标准也可适用于非结晶聚合物。

## 4.2 仪器(见图 1)

### 4.2.1 毛细管熔点仪

由以下各部分组成:

- a) 圆柱形金属块,其上部凹陷形成一个空室。
- b) 金属塞块:有两个或多个孔,以便让温度计和一根或多根毛细管插入金属块的空室中。
- c) 金属块的加热系统:如封装在金属块内的供热电阻丝等。
- d) 变阻器:采用电加热时,用于调节输入功率。
- e) 在空室侧壁上的四个耐热玻璃窗:它们成直角排列于直径方向。其中一个装有观察毛细管的目镜,其他三个用于透光,以用灯照亮空室内部。

注:只要能取得相同结果,也可使用其他适宜的熔点仪。

### 4.2.2 毛细管

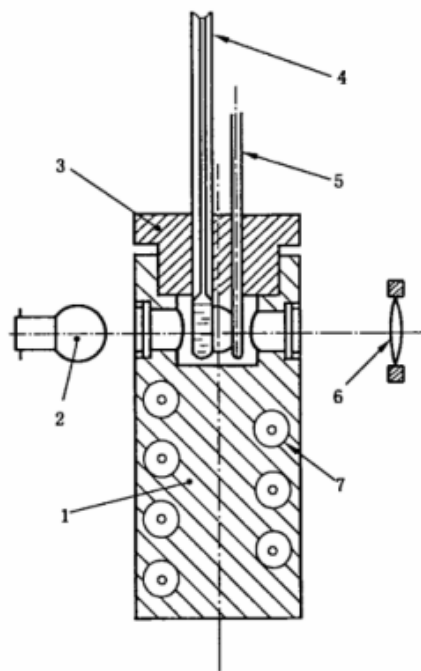
由耐热玻璃制成,一端封闭。

注:毛细管的最大外径宜为 1.5 mm。

### 4.2.3 温度计

应经过校准,分度值为 0.1℃。温度计感温泡的位置应不妨碍仪器内的热扩散。

注:也可使用其他合适的测温装置。



- 1——金属块的加热系统;
- 2——灯;
- 3——金属塞块;
- 4——温度计;
- 5——毛细管;
- 6——目镜;
- 7——电阻丝。

图 1 方法 A 中的仪器

4.3 试样

4.3.1 概述

试样应为有代表性的受试材料样品。

4.3.2 规格

粉末试样粒度不大于 100 μm；薄膜切片厚度为 10 μm~20 μm。对比试验时应使用粒度相同或近似的试样，对于薄片或薄膜，应使用厚度近似的试样。

4.3.3 状态调节

如果没有其他规定或相关方未作约定，按 GB/T 2918 的规定，测定前试样应在 23℃±2℃和相对湿度 50%±5% 条件下状态调节 3 h。

4.4 操作步骤

4.4.1 校准

应在试验所用的整个温度范围内定期用试剂级或经检验合格的标准物质(见表 1)对温度测量系统进行校准。

表 1 校准用的标准物质 单位为摄氏度

| 名称      | 熔点 <sup>a</sup> | 名称       | 熔点 <sup>a</sup> |
|---------|-----------------|----------|-----------------|
| L-薄荷醇-1 | 42.5            | 对氨基苯磺酰胺  | 165.7           |
| 偶氮苯     | 69.0            | 氢醌       | 170.3           |
| 8-羟基喹啉  | 75.5            | 琥珀酸      | 189.5           |
| 萘磺酸     | 80.2            | 2-氯蒽醌    | 208.0           |
| 联苯酰     | 96.0            | 蒽        | 217.0           |
| 乙酰苯胺    | 113.5           | 邻磺酰苯甲酰亚胺 | 229.4           |
| 安息香酸    | 121.7           | 锡        | 231.9           |
| 非那西汀    | 136.0           | 二氧化锡     | 247.0           |
| 己二酸     | 151.5           | 酚酞       | 261.5           |
| 铟       | 156.4           |          |                 |

<sup>a</sup> 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，应由供方验证。

4.4.2 测定

4.4.2.1 把温度计(4.2.3)和装有试样的毛细管(4.2.2)插入圆柱形金属块空室[4.2.1a)]中，并开始加热。调节控制器[4.2.1d)]，使试样逐渐(以不大于 10℃/min 的速率)加热至试样预期熔点 20℃ 以下。当试样温度到达比预期熔点低大约 20℃ 时，把升温速度调整到 2℃/min±0.5℃ /min。记录试样形状开始改变的温度。按此速度继续加热。记录试样最后残余晶相消失的温度。

4.4.2.2 用第二个试样重复 4.4.2.1 中规定的操作步骤。如果同一操作者对同一样品测得的两个结果之差超过 3℃，应另取两个试样重复上述操作。

4.5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 注明本标准编号；
- b) 使用的方法(方法 A)；
- c) 受试材料的完整鉴别说明；
- d) 试样的形状和大小(或质量)；
- e) 试样的受热历程；

- f) 状态调节条件;
- g) 升温速率;
- h) 连续两次测定的熔融温度和熔融范围(°C),以及它们的算术平均值;
- i) 本标准未规定的任何操作细节,以及试验过程中可能影响试验结果的事故。

## 5 方法 B:偏光显微镜法

### 5.1 原理

试样置于偏光熔点显微镜加热台上,控制一定的升温速率。

观察两个正交偏振器之间双折射完全消失时的温度。该温度即称为部分结晶聚合物的熔融温度。

### 5.2 仪器

#### 5.2.1 偏光显微镜

放大倍数为 50 倍~100 倍,并装有起偏器和检偏器。

#### 5.2.2 显微镜加热台

为一个安装在偏光显微镜台上的绝缘金属块。该金属块应符合以下要求:

- a) 有一个光通路的小孔;
- b) 电加热,配有温度控制器,可控制升降温速率;
- c) 由加热台板和玻璃罩组成一个小空室作为保温和通惰性气体覆盖用;
- d) 靠近光通路小孔[a)]有一个温度计插孔。

#### 5.2.3 温度计

在试验温度范围内经过校准的温度计;或采用具有等效的温度测量设备。

### 5.3 试样

#### 5.3.1 粉末样品

在清洁的载玻片上放 1 mg~2 mg 样品(颗粒尺寸小于 100  $\mu\text{m}$ ),盖上盖玻片。

注:由于不同的加热速率,样品保持熔融状态的时间和温度,以及降温速率,样品之后熔融的结果可能会不一样。

将该组合件(试样、载玻片及盖玻片)放在加热台上,加热试样到略高于其熔点为止。在盖玻片上轻轻加压,使样品形成厚度为 0.01 mm~0.05 mm 的薄膜。关掉加热电源,让试样慢慢冷却至充分结晶。

#### 5.3.2 模制或粒状样品

用超薄切片机切取厚约 0.02 mm 的样品,置于洁净的载玻片上,盖上盖玻片,然后按 5.3.1 规定制备试样。

#### 5.3.3 薄膜或片状样品

剪取 2mg~3mg 样品,置于洁净的载玻片上,盖上盖玻片,然后按 5.3.1 规定制备试样。

将试样预先熔化、制成薄膜测定熔点的优点在于,可以破坏由于结晶聚合物分子取向或存在内应力引起的双折射,而且可以减小测试过程中试样被氧化的可能性。特殊样品需要惰性气体保护[见 5.2.2c)]。由此可提高测试的再现性。如果相关方同意,对粉末状、薄膜或片状样品不预先熔化而直接测试,则应在试验报告中声明此点差别。

#### 5.3.4 状态调节

见 4.3.3。

注:试样在热台上经过预熔后,状态调节的效果可能消失或改变。

### 5.4 试验步骤

#### 5.4.1 校准

见 4.4.1。

#### 5.4.2 测定

将制备好的试样组合件(见 5.3.1, 5.3.2, 5.3.3)放在显微镜加热台(5.2.2)上。打开光源, 调节光源至最大光强度。调节显微镜(5.2.1), 使之聚焦。

调节偏振器以获得暗视场; 结晶物质将在暗视场中出现亮点。调节温度控制器使加热台逐渐(以不高于  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速度)加热到比预测融融温度  $T_m$  (由预先初步试验大致测得)低如下所示的数值温度:

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

当  $150\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T_m \leq 200\text{ }^{\circ}\text{C}$  时, 为  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

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

然后调节温度控制器, 使加热台以  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的速率继续升温。

观察双折射消失并出现完全暗视场时的温度。记下此温度, 作为试样的熔点。

关闭加热台电源并取走玻璃罩、加热台板和试样载玻片。

另取一个试样并重复上述操作步骤。如果同一操作者对同一个样品所测得的两次结果相差大于  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  时, 则应再取两个试样重新测定。

#### 5.5 精密度

经反复试验, 试验重复性限为  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。目前尚未有足够的数据来算出再现性限。

#### 5.6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 注明本标准编号;
- b) 使用的方法(方法 B);
- c) 受试材料的完整鉴别说明;
- d) 试样的形状和大小(或质量);
- e) 试样的受热历程;
- f) 状态调节条件;
- g) 如果适用的话, 对载玻片预先加热的情况描述;
- h) 如果适用的话, 惰性气体的使用及其类型;
- i) 升温速率;
- j) 连续两次测定的单个值( $^{\circ}\text{C}$ )及其平均值;
- k) 本标准未规定的任何操作细节, 以及试验过程中可能影响试验结果的事故。



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
塑料 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  
(熔融温度或熔融范围)  
GB/T 21783—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](http://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7月第一版 2008年7月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-32061 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 21783-2008