

中华人民共和国国家标准

塑料玻璃化温度测定方法 热机械分析法

GB 11998—89

Determination of glass transition temperature of plastics—
Thermomechanical analysis

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用热机械分析法测量塑料玻璃化温度试验方法。

本标准适用于无定形热塑性塑料,亦适用于部分结晶的热塑性塑料,不适用于高填充无定型热塑性塑料体系。

本标准规定的试验方法所测得的结果与用其他方法测得的结果,不能相比较。

2 引用标准

GB 2035 塑料术语及其定义

GB 2918 塑料试样状态调节和试验的标准环境

3 术语、符号

3.1 热机械分析法(TMA)

以一定的加热速率加热试样,使试样在恒定的较小负荷下随温度升高发生形变,测量试样温度-形变曲线的方法。

3.2 玻璃化温度(T_g)

按 GB 2035,无定形或半结晶聚合物从粘流态或高弹态(橡胶态)向玻璃态转变(或相反的转变)称玻璃化转变。发生玻璃化转变较窄温度范围的近似中点称玻璃化温度。

4 仪器

热机械分析仪主要由机架、压头、加荷装置、加热装置、致冷装置、形变测量装置、记录装置、温度程序控制装置等组成(见图1)。

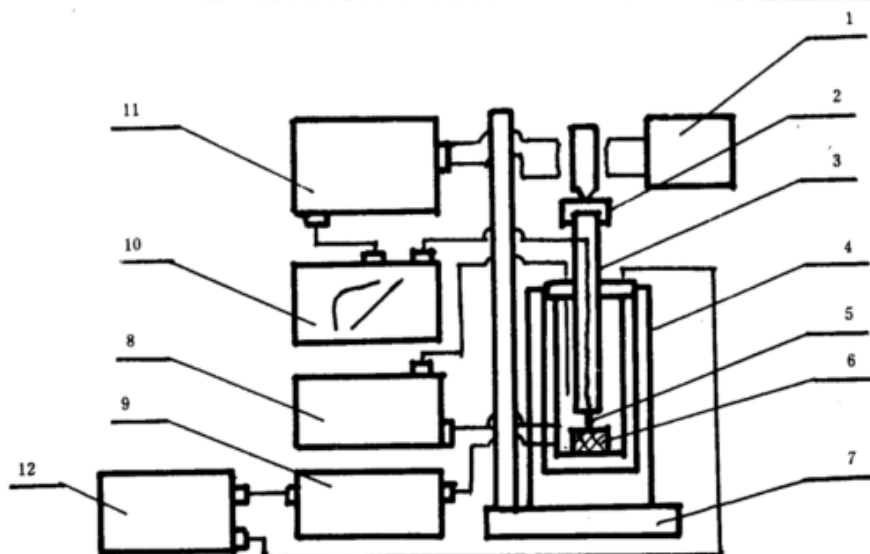


图1 热机械分析仪示意图

1—音频信号源；2—负荷；3—压杆；4—炉子；5—压头；6—试样；7—机架；8—高温程序温度控制器；
9—低温程序温度控制器；10—记录仪；11—形变量转换放大器；12—低温致冷器

- 4.1 机架应为刚性结构，压杆在最大负荷下，在测试温度范围内，在轴线方向不发生变形。
- 4.2 压头的端面应与主轴轴线相垂直，其偏差不大于0.2%，在试验负荷下，压头不应有任何变形和损伤，其直径为 $4.0 \pm 1.0 \text{ mm}$ ，长度为 $10 \pm 1 \text{ mm}$ 。
- 4.3 加荷装置可通过压杆、压头对试样施加所需压强。
- 4.4 加热装置应有程序控制系统，可调节所需要的加热速率，偏差为 $\pm 0.5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$ ，控温精度为 $0.5 \text{ } ^\circ\text{C}$ ，并能将温度变化转变为电信号输送到记录装置。
- 4.5 致冷装置应能迅速使炉子与试样冷却到所需温度（最低可至 $-150 \text{ } ^\circ\text{C}$ ）。
- 4.6 形变测量装置应能感受到探头位移的微小变化，并将这种变化转变为电信号，输送到记录装置。探头每位移 $1 \text{ } \mu\text{m}$ 应至少输出 $1 \text{ } \mu\text{V}$ 的电信号。
- 4.7 记录装置应能记录探头位移和温度的变化，其灵敏度为探头每移动 $1 \text{ } \mu\text{m}$ ，记录图偏移至少 1 mm 。

5 试样

5.1 试样尺寸：

圆柱形试样 $\phi \times L, \text{ mm}; (4.5 \pm 0.5) \times (6.0 \pm 1.0)$ ；

正方柱形试样 $a \times b \times L, \text{ mm}; (4.5 \pm 0.5) \times (4.5 \pm 0.5) \times (6.0 \pm 1.0)$ 。

如用其他尺寸试样，应在报告中注明。

5.2 每次取两个试样为一组。

5.3 试样表面应平整，受检的两端面应平行，并与轴线相垂直，可采用机加工制备。

6 状态调节

试样应在具有鼓风的烘箱中低于玻璃化温度约 $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ 下烘 2 h ，然后放于盛有无水氯化钙干燥器中冷却至室温，再按GB 2918规定的标准环境处理 24 h ，如有特殊要求，按产品标准或供需双方商定的条件处理。玻璃化温度低于室温的试样放在试样架上预测试，待温度低于玻璃化温度约 $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ 时，保持 5 min ，冷却至初始温度，再保持 5 min ，可进行正式测量。

7 试验条件

- 7.1 加热速率为 $1.2 \pm 0.5^\circ\text{C}/\text{min}$ 。
- 7.2 试样承受压强为 $0.4 \pm 0.2\text{ MPa}$ 。
- 7.3 试验环境按 GB 2918 中规定的常温、常湿。
- 7.4 如果试样易受氧化,可用氮气保护。

8 试验步骤

- 8.1 将热机械分析仪接通电源,预热约 15 min。
- 8.2 将状态调节好的试样,放入热机械分析仪试样架上,加上压杆和所需负荷,保持约 15 min,并使达到温度稳定。
- 8.3 开启温度程序控制开关,以规定的升温速率加热试样,记录仪开始记录温度-形变关系曲线。
- 8.4 当温度-形变曲线发生急剧变化后,即可终止试验。

9 试验结果

- 9.1 玻璃化温度 (T_g) 由温度-形变曲线作切线求得(如图 2)。

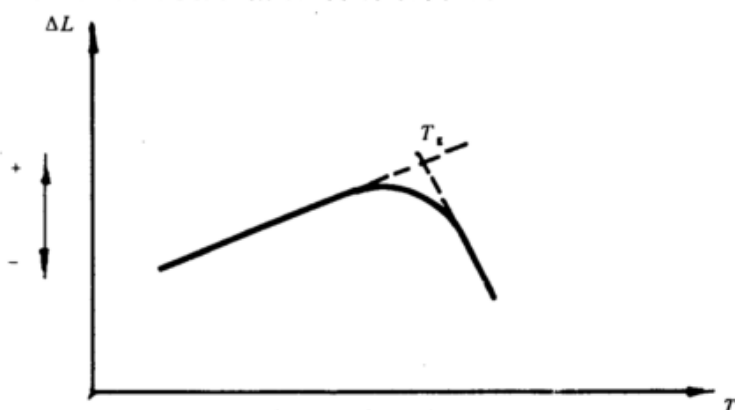


图 2 温度-形变曲线

- 9.2 以两个试样试验结果的算术平均值作为试验结果。
两个试样的结果,相差不得大于 4°C , 否则应重新试验。试验结果修约到整数位。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a. 注明按照本国家标准;
- b. 材料名称、规格、来源及生产厂;
- c. 试验加热速率、试样所受压强及状态调节情况;
- d. 试验结果的单个值与平均值;
- e. 试验日期与试验人员。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由全国塑料标准化技术委员会物理力学分会归口。

本标准由化学工业部晨光化工研究院一分院负责起草。

本标准主要起草人刘民生。

本标准参照采用 IEC TC15A《短时试验方法标准草案56(1988.1)》。

