

ICS 83.080.01
G 31



中华人民共和国国家标准

GB/T 19466.3—2004/ISO 11357-3:1999

GB/T 19466.3—2004/ISO 11357-3:1999

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

Plastics—Differential scanning calorimetry (DSC)—
Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and crystallization

(ISO 11357-3:1999, IDT)

中华人民共和国
国家标准
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
GB/T 19466.3—2004/ISO 11357-3:1999

*
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.bzchs.com
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 15 千字
2004年8月第一版 2004年8月第一次印刷

*
书号:155066·1-21271 定价 10.00 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 19466.3-2004

2004-03-15 发布

2004-12-01 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

参 考 文 献

- [1] Turi, E. A., Thermal characterization of polymeric materials, 2nd Ed., Academic Press, 1996.
- [2] Wunderlich, B., Thermal analysis, Academic Press, 1990.
- [3] Perez, J., Physique et mecanique des polymeres amorphes, Technique et Documentation, Edition Lavoisier(Paris), 1992
- [4] Nakamura, S., et al., Thermal analysis of polymer samples by a round robin method-I; Reproducibility of melting, crystallization and glass transition temperatures, Thermochemica Acta, 136 (1988), pp. 163-178.
- [5] Hatakeyama, T., and Quinn, F. X., Thermal analysis; Fundamentals and applications to polymer science, John Wiley & Sons, 1994.
- [6] For better thermal analysis and calorimetry, edited by J. O. Hill, 3rd Edition, ICTA, 1991
- [7] Nomenclature for thermal analysis, ICTA, 1991.

前 言

GB/T 19466《塑料 差示扫描量热法(DSC)》分为7个部分:

- 第1部分:通则;
- 第2部分:玻璃化转变温度的测定;
- 第3部分:熔融和结晶温度及热焓的测定;
- 第4部分:比热容的测定;
- 第5部分:聚合温度和/或时间及聚合动力学的测定;
- 第6部分:氧化诱导时间的测定;
- 第7部分:结晶动力学测定。

本部分为GB/T 19466的第3部分。

本部分等同采用ISO 11357-3:1999《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》。

本部分等同翻译ISO 11357-3:1999。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改。

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 删除了国际标准的前言;
- c) 把规范性引用文件所列的国际标准换成对应的、被我国等同采用制(修)订的国家标准,并删除了正文中未引用的ISO 472;
- d) 对公式进行了编号;
- e) 把10.1中的术语定义调整到3.5;
- f) 不再把参考文献作为附录,而是作为与附录不同的资料性要素;
- g) 增加了资料性附录A以便参考。

本部分的附录A为资料性附录。

本部分由原国家石油和化学工业局提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会通用方法和产品分会(TC15/SC4)归口。

本部分负责起草单位:中国石油天然气股份有限公司大庆石化分公司研究院。

本部分参加起草单位:中国石油化工股份有限公司北京燕山石化树脂应用研究所、中蓝晨光化工研究院、梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司、德国耐驰仪器制造有限公司上海代表处、中国石油化工股份有限公司北京燕山石化研究院、中国石油化工股份有限公司齐鲁石化树脂加工应用研究所、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、天津联合化学有限公司、中国石油天然气股份有限公司辽阳石化分公司烯烃厂、中国石油化工股份有限公司茂名乙烯公司、上海精密科学仪器有限公司。

本部分主要起草人:包世星、张立军、赵平、王刚、王伟众、史群策。

本部分为首次制定。

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

警示—使用本标准的这部分时,可能会涉及有危险的材料,操作和设备。本标准不涉及与使用有关的所有安全问题的解决办法。本标准的使用者有责任在使用前规定适当地保证人身安全的措施并确定这些规章制度的适用性。

1 范围

GB/T 19466.3 的本部分规定了测定结晶和半结晶聚合物熔融和结晶温度及热焓的试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19466 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注明日期的引用文件,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部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 19466.1—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第1部分:通则(idt ISO 11357-1:1997)

3 术语和定义

GB/T 19466.1 确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

熔融 melting

完全结晶或半结晶聚合物从固态向具有不同粘度的液态的转变阶段。

注:这种转变也可称为熔化,在 DSC 曲线上表现为吸热峰。

3.2

结晶 crystallization

聚合物的无定形液态向完全结晶或半结晶的固态的转变阶段。

注:这种转变在 DSC 曲线上表现为放热峰。对液晶,应把无定形液态用“有序液态”代替。

3.3

熔融焓 enthalpy of fusion

在恒压下,材料熔融所需要的热量,单位,kJ/kg。

3.4

结晶焓 enthalpy of crystallization

在恒压下,材料结晶所放出的热量,单位,kJ/kg。

3.5

特征温度

特征温度如下(见图1)

——外推起始温度 T_{ei} , °C, extrapolated onset temperature

外推基线与对应于转变开始的曲线最大斜率处所作切线的交点对应的温度。

——峰温度 T_p , °C, peak temperature

峰达到的最大值(或最小值)所对应的温度。

——外推终止温度 T_{ef} , °C, extrapolated end temperature

——外推结晶终止温度 T_{efc} 。

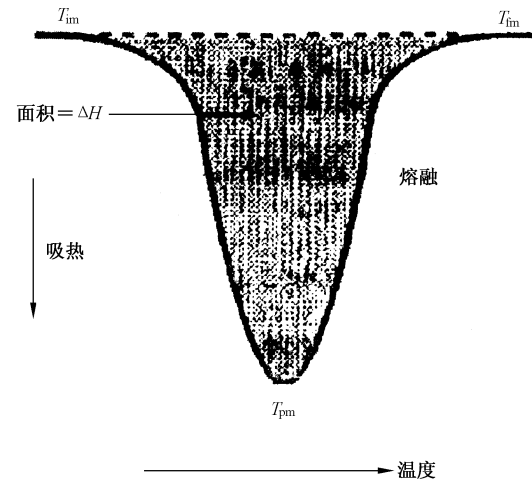


图2 转变焓的测定

10.2 转变焓的测定(见图2)

测量 DSC 曲线上的峰与按 10.1 所作的基线之间的面积。

熔融焓 ΔH_m (或结晶焓 ΔH_c)的值用公式(1)计算,单位为 kJ/kg。

$$\Delta H = \frac{ABT}{W} \times \frac{\Delta H_s W_s}{A_s B_s T_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ΔH ——试样的熔融焓或结晶焓,单位为千焦每千克(kJ/kg);

ΔH_s ——标准样品的熔融焓或结晶焓,单位为千焦每千克(kJ/kg);

A ——试样的峰面积,单位为平方毫米(mm²);

A_s ——标准样品的峰面积,单位为平方毫米(mm²);

W ——试样的质量,单位为毫克(mg);

W_s ——标准样品的质量,单位为毫克(mg);

T ——试样在 Y 轴的灵敏度,单位为毫瓦每毫米(mW/mm);

T_s ——标准样品在 Y 轴的灵敏度,单位为毫瓦每毫米(mW/mm);

B ——试样在 X 轴(时间)的灵敏度,单位为秒每毫米(s/mm);

B_s ——标准样品在 X 轴(时间)的灵敏度,单位为秒每毫米(s/mm)。

注1:现在的仪器可进行这种计算。

注2:当聚合物的固态和液态的比热容存在明显差异的情况下,可使用特殊形状的基线,如 S 形基线,以改进试验的结果。

11 精密度

由于未获得足够的实验室间的数据,本试验方法的精密度尚未知道。在获得这些实验室间数据后,下个版本将增加精密度的说明。

附录 A 给出了制标工作组对两种材料测得的数据,仅供参考。

12 试验报告

见 GB/T 19466.1—2004,第 10 章。其中试验结果的第 1 项应包括下列内容:

——每个峰的转变特征温度 T_{ei} 、 T_{ef} 和 T_p 值,°C,修约到整数位;

——每个峰的焓变 ΔH 值,kJ/kg,修约到小数点后一位。