



中华人民共和国国家标准

GB/T 36800.1—2018/ISO 11359-1:2014

塑料 热机械分析法(TMA) 第1部分:通则

Plastics—Thermomechanical analysis (TMA)—
Part 1: General principles

(ISO 11359-1:2014, IDT)

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 36800《塑料 热机械分析法(TMA)》分为 3 个部分:

- 第 1 部分:通则;
- 第 2 部分:线性热膨胀系数和玻璃化转变温度的测定;
- 第 3 部分:刺入温度的测定。

本部分为 GB/T 36800 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 11359-1:2014《塑料 热机械分析法(TMA) 第 1 部分:通则》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

- GB/T 2918—1998 塑料 试样状态调节和试验的标准环境(ISO 291:1997, IDT);
- GB/T 2035—2008 塑料术语及其定义(ISO 472:1999, IDT);
- GB/T 36800.2—2018 塑料 热机械分析法(TMA) 第 2 部分:线性热膨胀系数和玻璃化转变温度的测定(ISO 11359-2:1999, IDT)。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准化技术委员会通用方法和产品分技术委员会(SAC/TC 15/SC 4)归口。

本部分起草单位:江苏金发科技新材料有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、金发科技股份有限公司、中蓝晨光化工有限公司、广州质量监督检测研究院、国家塑料制品质量监督检验中心(福州)、中华人民共和国青岛出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:叶南飏、夏建盟、李建军、陈敏剑、陈广强、何国山、何芃、匡莉、高建国、梁克俭、赵金月、梁云。

塑料 热机械分析法(TMA)

第1部分:通则

1 范围

GB/T 36800的本部分规定了填充或非填充的热塑性和热固性材料进行热机械分析的一般条件,材料是片材或模塑样品。

热机械分析法是研究试样在恒定负荷作用下,随着温度、时间的不断变化所发生的形变。

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。

ISO 291 塑料 试样状态调节和试验的标准环境(Plastics—Standard atmospheres for conditioning and testing)

ISO 472 塑料 术语和定义(Plastics—Vocabulary)

ISO 11359-2 塑料 热机械分析法(TMA) 第2部分:线性热膨胀系数和玻璃化转变温度的测定[Plastics—Thermomechanical analysis (TMA)—Part 2: Determination of coefficient of linear thermal expansion and glass transition temperature]

ISO 11359-3 塑料 热机械分析法(TMA) 第3部分:刺入温度的测定[Plastics—Thermomechanical analysis(TMA)—Part 3: Determination of penetration temperature]

3 术语和定义

ISO 472界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

热膨胀法 therm dilatometry

物质经受程序温度控制时,在几乎无负荷的条件下测量其尺寸(或体积)与温度关系的一种技术。

注:线性膨胀法(测量尺寸)与体积膨胀法(测量体积)是有区别的。

4 原理

在恒定应力作用下,一定时间内材料的变形量随温度的变化关系或一定温度下其随时间的变化关系。

5 仪器

热机械分析仪包含以下基本配置。

5.1 程序控温加热炉,满足如下要求:

- a) 为测试提供恒定的升温或降温速率;

- b) 满足试验要求的温度范围；
- c) 在某个温度点，温度的波动范围为 $\pm 1\text{ K}$ ；
- d) 温度控制精度为 $\pm 1\text{ K}$ ；
- e) 能控制吹扫气体。

5.2 位移传感器:准确度优于 $\pm 0.1\%$ 。

5.3 测试探头:测试探头是由一种低热膨胀系数的材料制成的(例如二氧化硅、陶瓷、石英玻璃等),一端连着位移传感器,另一端与试样接触,其形状应与测试类型相符。

5.4 加载装置:应能用于压缩、刺入、拉伸、弯曲等测试。

施加在探头上的负荷大小取决于测试类型的要求。有必要确定实际加载于试样的力值。

5.5 冷却装置:能达到并保持一定的低温,过程可控且可重现。

5.6 惰性或氯化气体供给:吹扫气的类型、纯度及流量应满足试验要求。

5.7 千分尺或其他:准确度优于 $\pm 2 \mu\text{m}$ 。

6 试样

从片材或模塑样品上切割试样,确保切割过程中产生的热量不会改变其结构。试样的形状不受限制,但试样厚度应满足测试和样品架的要求。

确保试样的上下表面平行且光滑,如有必要使用砂纸(如 200# 砂纸)磨平。

注:对模塑成型或由几种材料构成的试样表面进行处理(磨平)后,可能会改变试样定向表层的相对含量,从而影响测试结果。

如果试样从模塑样品上切割,记录其

试样按照 ISO 291 中的条件进行调节,如果材料标准有特殊要求,按照要求执行。

目测检测,确保试样的表面或内部没有瑕疵或缺陷,例如气泡、孔或划痕。

7 操作步骤

7.1 校准

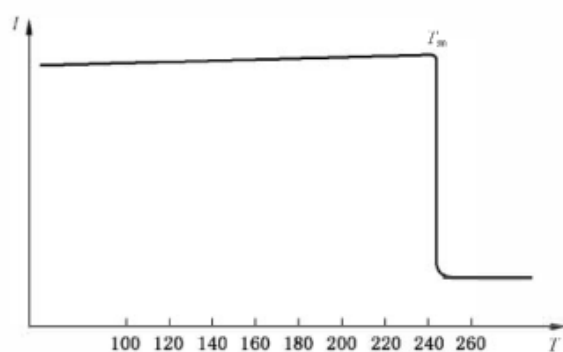
7.1.1 加热炉

使用 2 个或多个金属标准物质校准加热炉(5.1),且校准温度应能包含试样的测试范围。标准物质可以选用经过认证的材料,也可以从表 1 列出的物质中选择,其纯度应不小于 99.99%。由标准物质制备的试样厚度约为 0.1 mm,采用与测试试样相同的条件测试标准物质的熔点。

施加与测试试样相同的负荷,当标准物质熔融时,测量探头(5.3)刺入试样的温度(见图1)。根据ISO 11359-3 确定标准物质的刺入温度。

表 1 金属标准物质

金属	熔点/℃
镓	29.76
铟	156.60
锡	231.93
铅	327.46
锌	419.53



说明:

l ——位移;

T ——温度;

T_m ——熔点。

图 1 熔点的测定

7.1.2 位移传感器

使用校准的千分尺(5.7)或一组校准的测厚仪校准位移传感器(5.2)。

7.1.3 加载装置

使用校准过的标准砝码或校准过的测力计校准加载装置(5.4)。

7.2 空白试验

设定与测试试样相同的条件,不加试样,运行一个空白试验,记录其 TMA 曲线。

使用此空白试验的数据对测试试样的数据进行修正。

7.3 测定

在 ISO 291 规定的某一标准温度下,使用千分尺或卡尺(见 5.7),测量试样测试方向长度 L_0 。

将试样放在样品架上。

TMA 的试验条件和测试程序详见 ISO 11359-2 和 ISO 11359-3,根据以上标准或相关材料标准确定测试温度范围、升温、降温速率以及施加的负荷。

记录位移随温度、时间的变化曲线。

测试结束后,将试样冷却至室温。

8 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 注明参照本部分;
- b) 标明所测试材料或产品的全部信息(批号等);
- c) 测试试样类型、尺寸、前期制备方法和从板材或制件上的取样方向;
- d) 尽可能记录测试试样的信息;
- e) 所用 TMA 设备型号;
- f) 探头的形状和尺寸;

- g) 用于校准的物质及校准结果；
- h) 试验条件；
- i) 试验结果,包括 TMA 曲线(必要时)；
- j) 试验日期。

参 考 文 献

- [1] ICTA, Nomenclature for Thermal Analysis, 1992 (see also Annex A).
 - [2] Turi E. A. Thermal Characterization of Polymeric Materials. Academic Press, New York, 1981.
 - [3] Wunderlich B. Thermal Analysis. Academic Press, New York, 1990.
 - [4] ICTA, For Better Thermal Analysis, Third Edition, 1991.
 - [5] Cammenga H. K., Eysel W., Gmelin E., Hemminger W., Höhne G. W. H., Sarge S. M. The temperature calibration of scanning calorimeters: Part 2: Calibration substances, *Thermochim. Acta*, 1993, 219 p. 333.
 - [6] Sarge S. M., Hemminger W., Gmelin E., Höhne G. W. H., Cammenga H. K., Eysel W. Metrologically based procedures for the temperature, heat and heat flow rate calibration of DSC. *J. Therm. Anal.* 1997, 49 p. 1125.
 - [7] Preston-Thomas H. The International temperature scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia*, 1990, 27 pp. 3-10.
-