

中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T ××××—××××

纺织品 聚苯硫醚纤维与聚四氟乙烯纤维 混合物定量分析 差示扫描量热法 (DSC)

Textiles-Quantitative analysis of polyphenylene sulfide fiber and
polytetrafluoroethylene fiber mixture-Differential scanning calorimetry (DSC)

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分技术委员会（SAC/TC209/SC1）归口。

本文件起草单位：中国纺织科学研究院有限公司、安徽元琛环保科技股份有限公司、中纺院（天津）滤料技术检测有限公司、苏州首页纺织科技有限公司、中纺标（深圳）检测有限公司、山东中康国创先进印染技术研究院有限公司。

本文件主要起草人：彭杰、李瓚、梁燕、金小培、刘飞飞、毛志平、赵金辉。

纺织品 聚苯硫醚纤维与聚四氟乙烯纤维混合物定量分析 差示扫描量热法（DSC）

1 范围

本文件规定了采用差示扫描量热仪测定聚苯硫醚纤维与聚四氟乙烯纤维含量的方法。
本文件适用于聚苯硫醚纤维与聚四氟乙烯纤维的二组分混合物。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 10629 纺织品 用于化学试验的实验室样品和试样的准备

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

差示扫描量热法（DSC） differential scanning calorimetry (DSC)

在程序控温和一定气氛下，测量输给试样和参比物的热流速率或加热功率（差）与温度或时间关系的技术。

[来源：GB/T 6425-2008，3.2.9]

3.2

差示扫描量热曲线（DSC 曲线） differential scanning calorimetry curve (DSC curve)

由差示扫描量热仪测得的输给试样和参比物的热流速率或加热功率（差）与温度或时间的关系曲线图示。曲线的纵坐标为热流速率（heat flow rate）或称热流量（heat flow），单位为 $\text{mW}(\text{mJ} \cdot \text{s}^{-1})$ ；横坐标为温度或时间。

[来源：GB/T 6425-2008，3.2.10]

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 或 J/g 。

[来源：GB/T 19466.3-2004，3.3]

3.4

基线 baseline

DSC曲线上位于反应或转变区域以外，但与该区域相邻的部分。在该部分中，热流速率（热功率）差近于恒定。

[来源：GB/T 19466.1-2004，3.7]

3.5

准基线 virtual baseline

假定反应热和/或转变热为零时，通过反应和/或转变区域所拟合出的基线。通常采用内插或往外推方法在所记录的基线上画出。

[来源：GB/T 19466.1-2004，3.8]

4 原理

在设定条件下，采用差示扫描量热仪测得的聚四氟乙烯（PTFE）纤维熔融焓与其纤维含量成正比。试样中的PTFE纤维熔融焓与作为基准的PTFE纤维熔融焓之比，即为试样中PTFE纤维的含量。

5.1 差示扫描量热仪，主要性能应满足：

- a) 能以20°C/min的速率，等速升温或降温；
- b) 能保持试验温度恒定在±0.5°C内至少60min；
- c) 气体流动速率范围为10 mL/min~50 mL/min，偏差控制在±10%范围内；
- d) 温度信号分辨能力在0.1°C内，噪音低于0.5°C；
- e) 为便于校准和使用，试样量最小为1mg；
- f) 能够自动记录DSC曲线，并能对曲线和准基线间的面积进行积分，偏差小于2%；
- g) 配有一个或多个样品支持器的样品架组件。

5.2 样品皿：用来放置试样和作为参比物，由相同质量的同种材料制成，装试样时称为试样皿，空白不装试样时称为参比皿。在测试条件下，样品皿不与试样和气氛发生物理或化学反应。样品皿应具有良好的导热性能，能够加盖和密封，一般采用铝皿。

5.3 天平：精确至0.1mg。

5.4 气源：符合GB/T 8979的要求，高纯氮，99.999%。

6 试样

6.1 按GB/T 10629取有代表性的足够试样。

6.2 用镊子在样品上随机挑取聚四氟乙烯纤维，挑选部位应具有代表性。使用切片器或者剪刀将其尽量剪碎成粉末状，应避免混入其他杂质。用天平称取5mg~10mg作为1个试样，分别称取3个试样（C₁、C₂、C₃）。

注：聚四氟乙烯纤维一般为白色，直径较聚苯硫醚纤维大。显微镜下观察为扁平状，非圆柱状。

6.3 样品上未挑取聚四氟乙烯纤维部分，使用切片器或者剪刀将其尽量剪碎成粉末状，应避免混入其他杂质。用天平称取5mg~10mg作为1个试样，分别称取3个试样（S₁、S₂、S₃）。

6.4 6.2中的3个试样（C₁、C₂、C₃）和6.3中的3个试样（S₁、S₂、S₃）的质量应保持一致，允差±0.1mg。

7 校准

仪器长时间未使用或超过半年未校准，应先按照 GB/T 19466.1-2004 中第 8 章要求进行校准。

8 操作步骤

8.1 仪器准备

8.1.1 试验前，接通仪器电源，待便电器元件温度平衡后方可进行下一步操作。

注：仪器不能放在风口处，防止阳光直接照射，测量时避免环境温度、气压或电源电压剧烈波动。

8.1.2 使用与校准仪器相同的清洁气体及流速。气体和流速有任何变化，都需要重新校准。一般采用高纯氮或超纯氮，流速一般为 (20 ± 2) mL/min。经有关双方同意，也可采用其他惰性气体，但应在报告中注明。

8.1.3 在未放置样品皿的情况下，按照实际测试条件测定仪器基线。在试验要求的温度范围内，DSC 应是一条直线。当得不到一条直线时，在确认重复性后记录 DSC 曲线作为基线。进行样品测试时，均需将基线扣除。

8.2 将试样放在样品皿内

8.2.1 不应用手直接接触试样或样品皿，应用镊子或戴手套处理。

8.2.2 取两个样品皿（5.2），用天平（5.3）称量其质量，精确至 0.1mg，确保其质量相同。其中一个样品皿作为试样皿，将试样放入其中并加盖压紧密封，再次称量试样皿，精确至 0.1mg，加试样前后皿的质量差作为该试样的质量 W ；另一个样品皿直接压紧密封作为参比皿。

8.2.3 压紧密封后样品皿的底部应平整。

8.3 将样品皿放入仪器内

用镊子或其它合适的工具将试样皿和参比皿放入样品支持器中，确保皿和支持器之间接触良好。盖上样品支持器。

8.4 温度扫描

8.4.1 以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率开始升温并记录，将试样皿加热，以消除试验前的热历史，加热上限温度通常高于熔融外推终止温度 (T_{efm}) 约 30°C 。

8.4.2 保持温度 5min。

8.4.3 以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率进行降温并记录，通常降温至 50°C 。

8.4.4 保持温度 5min。

8.4.5 以 $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率进行第二次升温并记录，加热到高于熔融外推终止温度 (T_{efm}) 约 30°C 后停止。

8.4.6 待仪器冷却至室温。取出试样皿，观察试样皿是否异形和试样是否溢出。

8.4.7 重新称量试样皿，精确至 0.1mg。

8.4.8 如有明显质量损失，应怀疑发生了化学变化，打开试样皿并检查试样。如果试样已降解，舍弃此试样结果，选择较低的加热上限温度重新试验。如果在测试过程中有试样溢出，应及时清理样品支持器组件，并舍弃此试样结果，重新测试。并用 GB/T 19466.1-2004 中第 8 章规定的至少一种标准样品进行温度和能量的校准，确认仪器有效。

注：根据以往经验一般失重超过（1-2）%，认为发生样品分解。

8.4.9 重复步骤 8.2~8.4.8，对另外 5 个试样进行测试。

9 结果计算

9.1 熔融焓值的测定

调整 DSC 曲线图，使峰覆盖的范围能达到满量程的 25%。通过连接峰（熔融是吸热峰，结晶是放热峰）开始偏离基线的两点画一条直线，如下图 1 所示。测量 DSC 曲线上的峰与所做基线之间的面积。

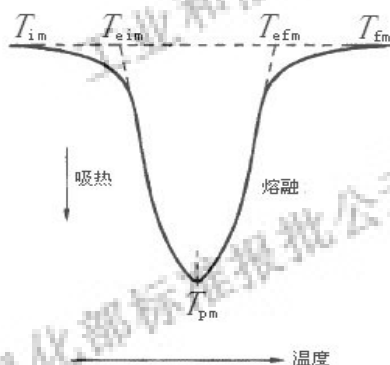


图 1 典型 DSC 曲线图

标引序号说明：

T_{im} —起始温度，由外推起始准基线检出最初偏离热分析曲线的点所对应的温度。

T_{eim} —外推起始温度，基线与转变开始的曲线最大斜率处切线的交点所对应的温度。

T_{pm} —熔融峰温度，峰达到最大(小)值所对应的温度。

T_{efm} —外推终止温度，基线与转变结束的曲线最大斜率处切线的交点所对应的温度。

T_{fm} —终止温度，由外推终止准基线检出最后偏离热分析曲线的点所对应的温度。

熔融焓 ΔH 的值按照公式(1)计算，单位为千焦每千克 (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，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)；

B ——试样在 X 轴（时间）的灵敏度，单位为秒每毫米 (s/mm)；

T ——试样在 Y 轴的灵敏度，单位为毫瓦每毫米 (mW/mm)；

ΔH_s ——标准样品的熔融焓，单位为千焦每千克 (kJ/kg)；

W_s ——标准样品的质量，单位为毫克 (mg)；

W —— 试样的质量，单位为毫克（mg）；

A_s —— 标准样品的峰面积，单位为平方毫米（mm²）；

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

T_s —— 标准样品在 Y 轴的灵敏度，单位为毫瓦每毫米（mW/mm）。

注：一般仪器可自动进行计算。

9.2 熔融焓值的计算

——从 3 个试样（ S_1 、 S_2 、 S_3 ）DSC 曲线上分别读取聚四氟乙烯纤维的熔融焓，取其算术平均值作为试样中聚四氟乙烯纤维的平均熔融焓 $\Delta H_{\text{试样中 PTFE}}$ ，结果精确至 0.1 kJ/kg。

注：DSC 曲线上会有两个独立的熔融峰，峰值出现在较高温度的即为聚四氟乙烯纤维的熔融峰，通过 9.1 计算其熔融焓。

——以 3 个试样（ C_1 、 C_2 、 C_3 ）的熔融焓的算术平均值作为基准试样的平均熔融焓 ΔH_{PTFE} ，结果精确至 0.1 kJ/kg。

9.3 纤维含量的计算

按照公式(2)、公式(3)分别计算试样中聚四氟乙烯纤维、聚苯硫醚纤维的质量百分含量，计算结果按照 GB/T 8170 保留至个位。

$$P_{\text{PTFE}} = \frac{\Delta H_{\text{试样中 PTFE}}}{\Delta H_{\text{PTFE}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$P_{\text{PPS}} = 100\% - P_{\text{PTFE}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

P_{PTFE} —— 试样中聚四氟乙烯纤维的质量百分含量（%）；

$\Delta H_{\text{试样中 PTFE}}$ —— 试样中聚四氟乙烯纤维的平均熔融焓，单位为千焦每千克（kJ/kg）；

ΔH_{PTFE} —— 挑取的聚四氟乙烯纤维（基准试样）的平均熔融焓，单位为千焦每千克（kJ/kg）；

P_{PPS} —— 试样中聚苯硫醚纤维的质量百分含量（%）。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本文件的编号；
- b) 试验日期；
- c) 样品描述；
- d) 试验条件；
- e) 试验结果；
- f) 任何偏离本方法的细节及试验中的异常现象。

参 考 文 献

[1]GB/T 6425-2008 热分析术语

[2]GB/T 19466.3-2004 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

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示