



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22567—2008/IEC 61006:2004

---

## 电气绝缘材料 测定玻璃化转变温度的 试验方法

Electrical insulating materials—  
Methods of test for the determination of the glass transition temperature

(IEC 61006:2004, IDT)

2008-11-07 发布

2009-11-01 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 IEC 61006:2004《电气绝缘材料 测定玻璃化转变温度的试验方法》。

为便于使用,本标准与 IEC 61006:2004 相比做了下列编辑性修改:

——删除了国际标准的“前言”和“引言”;

——对标准主要内容与 IEC 61006:2004 的变化的说明。

——在 IEC 61006:2004 的 5.4 条及 6.3 条中,对标准物质熔点的出处作了标注,并在标准的最后列出了参考文献,在本标准中删除了这部分内容。

——在 IEC 61006:2004 的 5.7 条中有一条文的注,内容为“根据 ISO/FDIS 11403-2<sup>[2]</sup>,推荐重新加热速率为 10 K/min”,在本标准中删掉该内容。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国电器工业协会提出。

本标准由全国电气绝缘材料与系统的评定标准化技术委员会归口(SAC/TC 301)。

本标准起草单位:桂林电器科学研究所。

本标准主要起草人:于龙英。

本标准为首次制定。

# 电气绝缘材料 测定玻璃化转变温度的 试验方法

## 1 范围

本标准规定了测定固体绝缘材料的玻璃化转变温度的试验方法的程序。它适用于无定形材料或含有无定形域的部分结晶材料。在玻璃化转变区域内,这些材料应稳定且不会分解或升华。

## 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 2.1

#### 玻璃化转变 glass transition

在无定形材料或部分结晶材料的无定形域内,材料由粘流态或橡胶态转变成坚硬状态(或反之)的一种物理变化。

注:玻璃化转变通常发生于一个相对狭的温度范围内,类似由液态凝固成玻璃态的过程,但这不是一种一级转变。

在这个温度范围内,不仅硬度及脆度发生急剧变化,而且其他性能,诸如热膨胀系数及热容也发生急剧变化。

这种现象也称为二级转变,橡胶态转变成类似橡胶转变。对于在材料中发生一种以上无定形转变的场合,通常,把其中与分子主链段运动变化有关的转变或把伴随有性能极大变化的转变看作是玻璃化转变。无定形材料的混合物可以有一种以上玻璃化转变,每一种转变都与混合物中的单个组分有关。

### 2.2

#### 玻璃化转变温度 glass transition temperature

$T_g$

发生玻璃化转变的温度范围内的中点处的温度。

注:通过观察某些特定的电气、力学、热学或其他物理性能发生明显变化时的温度。可以很容易地测定玻璃化转变。另外,由于观察时所选取的性能及试验技术细节(例如加热速率、试验频率等),观察到的这个温度可能会有明显差异。因此,观察到的  $T_g$  应认为仅是一种近似值,且仅对某一具体技术及试验条件有效。

### 2.3

#### 差示扫描量热法 differential scanning calorimetry

DSC

当被试材料与参比物处于程序控制温度时,测量输至被试材料及参比物的能量差与温度关系的技术。记录的数据即为差示扫描量热曲线,即 DSC 曲线。

注:本试验记录为差示扫描量热或 DSC 曲线。

### 2.4

#### 差示热分析法 differential thermal analysis

DTA

当置于同一环境下的被试材料及参比物处于程序控制温度时,测量被试材料与参比物之间温差与温度关系的技术。记录的数据即为差热曲线,即 DTA 曲线。

注 1:本试验方法为差热分析或 DTA 曲线。

注 2:有四个与玻璃化转变有关的特征温度(见图 1)。

外推起始温度( $T_i$ ), $^{\circ}\text{C}$ ——转变曲线上,斜率最大的那个点的切线与外推转变前基线的相交点。

外推终止温度( $T_e$ ), $^{\circ}\text{C}$ ——转变曲线上,斜率最大的那个点的切线与外推转变后基线的相交点。

中点温度( $T_m$ ), °C——热曲线上, 对应于外推起始点与外推终止点之间热流差一半的那个点。

拐点温度( $T_i$ ), °C——热曲线上, 对应于原始热曲线一阶导数(对时间求导)曲线的峰的那个点。

这点相当于原始曲线上的拐点。

有时, 还要鉴别另外两个转变点, 其定义如下:

第一偏离温度( $T_o$ ), °C——第一个可测得的偏离外推转变前基线的那个点。

返回基线温度( $T_r$ ), °C——最后偏离外推转变后基线的那个点。

对本标准而言, 取  $T_m$  为玻璃化转变温度  $T_g$ 。通常情况下,  $T_m$  更接近于由膨胀法或其他方法测得的转变。

注: 对于方法 C(第 7 章)而言, 伴随着玻璃化转变的机械损耗因数曲线的峰值温度认为是玻璃化转变温度。

## 2.5

### 热膨胀法 thermodilatometry

在程序控制温度下, 测量承受微小负荷的试样其尺寸与温度关系的技术。

## 2.6

### 热机械分析 thermomechanical analysis

#### TMA

在程序控制温度下, 测量承受非振动负荷的试样其变形与温度关系的技术。

## 2.7

### 动态机械分析 dynamic mechanical analysis

#### DMA

是一种测量在振动负荷或变形下, 材料的储能模量和/或损失模量与温度、频率或时间或其组合的关系。

## 2.8

### 复数储能模量 complex storage modulus

是一个复数, 它等于正弦状态下力学应力与力学应变之比。

## 2.9

### 储能模量 elastic(storage) modulus

复数储能模量的数学实数部分。

## 2.10

### 损耗模量 loss modulus

复数储能模量的数学虚数部分。

## 2.11

### 力学损耗因数 mechanical dissipation factor

损耗模量与储能模量之比。

注: 例如, 如果一种材料承受恒振幅的线性应变  $\epsilon$  的强制正弦振动, 那么, 其力学应力  $\sigma$  按下式确定:

$$\sigma = \underline{E}\epsilon = (E' + jE'')\epsilon$$

式中:

$E$ ——复数储能模量;

$E'$ ——储能模量(在这种情况下为弹性模量);

$E''$ ——损耗模量;

$j$ ——-1 的平方根。

力学损耗因数 =  $E''/E'$ 。

## 3 本试验方法的意义

玻璃化转变温度与被试材料结构的热历史有极大关系。

对无定形材料及半结晶材料,测定玻璃化转变温度可提供有关材料热历史、工艺条件、稳定性、化学反应过程及力学和电气性能方面的重要信息。

例如,玻璃化转变温度可用来指明热固性材料的固化程度。热固性材料的玻璃化转变温度,通常随着固化深入而提高。这种测定对质量保证、规范贯彻及研究是有用的。

#### 4 试验方法

本标准叙述了三种测定玻璃化转变温度的方法。这些方法是根据市场上所能购到的仪器而制定的。仪器的典型工作温度范围为 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim+500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

在描述转变方面,根据具体材料的组分、结构及物理状态,用其中的一种方法可能较另两种方法更有效。

因此,应根据实际要求选用这些方法。

注:玻璃化转变是发生在一定的温度范围内,而且已知玻璃化转变会受到与时间相关的因素的影响,例如加热(冷却)速率。由于这些原因,只有在相同的加热速率下所测得的数据才能比较。

在比较用一种方法测得的玻璃化转变温度与用其他方法测得的玻璃化转变的温度时,应特别注意到这点。

#### 5 方法 A: 差示扫描量热法(DSC)或差示热分析法(DTA)

##### 5.1 概述

a) 差示扫描量热法或差示热分析法提供了一种测定材料热容变化的快速方法。

b) 玻璃化转变是通过材料热容变化而引起的差示热流的吸热漂移来指示。

##### 5.2 影响

增大或减小规定的加热速率,可能会改变测量结果。添加物和/或杂质的存在,会影响转变,尤其是若一种杂质有助于形成固溶体或可混溶于后转变相中的情况下影响更大。若颗粒尺寸对测得的转变温度有影响,那么用于比较的样品的颗粒尺寸应近似相同。测量过程中挥发分的损失(例如,水)可能会影响测量结果。

某些情况下,在温度循环过程中,试样材料可能会与空气反应而导致转变测定错误。

凡存在有这种影响的场合,应采取在真空或在惰性气体保护下进行试验。由于某些材料的降解接近于转变区,因此,应注意区分降解与转变之间差别。

由于材料使用量为毫克量级,这就必须保证试验材料是均质且具有代表性以及质量和形状相似。

##### 5.3 设备

差示扫描热计(DSC)或差示热分析仪(DTA),其加热(或冷却)速率至少达到 $(20\pm 1)\text{K}/\text{min}$ ,能自动记录受试材料与参比物之间的热流差或温度差,并达到要求的灵敏度和精密度。

注: DSC 为主要使用的一种方法。

铝或其他金属制成的高热导器皿作为试样容器。

为方便操作起见,可用一种其热容量近似等于试样热容量的惰性参比物(例如,氧化铝)。

保护试样用的纯度为 99.9% 氮气或其他惰性气体源。如果确知试样不会发生氧化反应,则也可用空气。所采用气体的压力应是可以调节的。

所选用气体的露点应低于最低操作温度。

##### 5.4 校正

按仪器制造厂提供的程序,用下述的一种或一种以上的标准参比物对仪器的温度坐标轴进行校正。参比物的纯度至少为 99.9%,根据试验温度范围加以选择参比物。在用这些材料进行校正时,所采用的加热速率、净化气体及净化气体流速应与试验试样时一致。

下述参比物的熔点可适用于许多试验测量：

参比物	熔点, °C
水银	-38.9
镓	+29.8
钢	+156.6
锡	+232.0
铅	+327.5
锌	+419.6

注：按照上述报导，对于把温度传感器置于试样内的场合，在差示扫描量热法中应把外推起点（见 2.4）作为熔点温度，在差示热分析中，应把熔融吸热峰作为熔点温度。

### 5.5 预防措施

本标准可能涉及到危险的材料、操作及仪器的使用，无论谁使用本标准，使用前都有责任建立相应的安全措施和确定规章条例界限的适用性。

### 5.6 试样

粉状或粒状试样：如果不能按 5.7 所述实行预热循环，则要避免研磨。用研磨或类似工艺减小试样尺寸，由于摩擦，取向或两者兼有，通常会引起热效应从而改变试样的热史。

模塑或压制试样：用切片机、剃刀片、皮下注射器大钢针、纸板打孔器或木塞打孔器（“2 号”或“3 号”）把试样切成合适的尺寸；使试样的厚度、直径或长度正好适合试样容器，而试样的重量则接近于以后的试验程序所要求的重量。

薄膜或片状材料：对厚度大于 0.04 mm 的薄膜，对更薄的薄膜如果使用圆形试样皿，把薄片切成能满足试样容器碎片或冲成圆片。

液体试样：催化过的液态热固性能可直接在试样皿中固化。

注：应报告任何经过机械或热预处理的情况。

### 5.7 程序

- 从被试材料中取出适当质量的试样。多数情况下，10 mg~20 mg 即能满足要求。可应用其热容量与试样热容量非常接近的合适材料作为参比物。
- 开通符合 5.3 要求的净化气流。开始试验并记录起始热循环直至某一足够高的温度以消除试样先前的热史。试验是在  $(20 \pm 1)$  K/min 速率下进行。
- 以至少  $(20 \pm 1)$  K/min 速率急剧降温，使温度降到大大低于所得到的转变温度，通常在 50 K 以下。
- 保持此温度直至趋于稳定状态（通常为 5 min~10 min）。
- 以速率  $(20 \pm 1)$  K/min 重新加热并记录曲线直至所有预期转变完成为止。应报告加热速率。
- 测量中点温度  $T_m$  (°C) 并记其为  $T_g$ 。
- 应至少测试三个试样，以测得值的平均值作为  $T_g$ 。

### 5.8 报告

报告应包括下列内容：

- 被试材料完整的标识和描述，包括来源、制造厂的编码；
- 测试所用仪器的描述；
- 试样形状，制备方法及任何预处理；
- 试样容器的尺寸、几何形状及材质，以及加热、冷却速率；
- 温度校正方法的叙述；
- 试样的测量气氛、气体压力及流动速率、纯度、组分的说明。如果适用的话，还应包括温度；
- 测得的  $T_g$ ；

h) 还应报告任何其他附加反应(例如:交联、热降解、氧化)。如果可能,确定该反应的属性。

## 6 方法 B:热机械分析法(TMA)

### 6.1 概述

本方法应用下述技术测定材料的玻璃化转变温度:

——方法 B1:热膨胀法(膨胀法)

本方法适用于在试验温度范围内具有足够刚性的材料,在传感探头作用下,试样不会出现明显压坑或压缩。

——方法 B2:热机法(针入度法)

本方法适用于在试验温度范围内硬度会发生明显变化的材料,在传感探头作用下,试样会出现明显压坑。它不适用于含填料多的体系。

这两种技术均使用一种热机分析仪或类似装置,当材料处在恒定加热速率时,测定置于试样上方的探头的位移。

记录探头移动与温度的函数关系。

热膨胀法(方法 B1)是一种快速测定在程序控制温度下承受微小负荷的试样其尺寸变化与温度关系的方法。

热膨胀系数曲线上的突变点与玻璃化转变有关。

针入度法(方法 B2)则是监测在程序控制温度下承受负荷的试样其硬度变化与温度关系的方法。

探头位移与温度关系曲线上的突变点与玻璃化转变有关。

### 6.2 设备

设备包含一个试样容器,试样可放置在里面,通过探头移动,检测试样长度或压缩模量的变化。

探头的形状与尺寸应使得在试验温度范围内,对方法 B1 而言,通过探头施加到试样上的负荷对试样既不产生明显压坑也不产生明显压缩,对于方法 B2 而言,对试样产生压坑。

对方法 B1,应用直径 2 mm~5 mm 的平的圆形探头。

对方法 B2,则要求应用类似直径或较之更小的半球形探头。

采用下列方法:

——能检测出因试样的长度或模量变化而引起的探头位移,并能把这些位移转换成适合于输入至记录仪或数据处理系统的信号。这种检测传感元件应能产生至少为 1 mV/ $\mu$ m 探头位移的输出,预计更小的传感范围,必要时要求 $\pm$ 50 mm 的宽度。

——一种能记录试样长度( $\pm$ 50 mm)或探头位置变化与温度( $\pm$ 0.1 K)关系的装置。具有记录纸上每偏移 1 cm 相当于探头位移 1  $\mu$ m 或更佳灵敏度的 X-Y 记录仪或条带记录仪即可符合要求。数字和数据处理仪器,要求有相应的绘图仪或打印绘图仪。

——一种在试验温度范围内以预定速率对试样进行均匀加热的装置。对需要在接近环境温度或低于环境温度下进行测量的场合,应该有对炉子和试样预冷的措施。要求加热和冷却速率至少达到 10 K/min。

——测量试样温度的装置。

——一种用于干燥惰性气体,例如氮气或氦气(以后者为佳,由于其具有较高的热导率),净化试样环境的装置,所选择的气体的露点应低于最低操作温度。

### 6.3 校正

以相同于试验试样用的加热速率、净化气体及净化气体流速,应用一种或一种以上纯度等于或大于 99.9% 的标准参比物,在试验温度范围内对仪器的温度坐标进行校正。

应用一个加载 50 mN(5 g)的晶体试样探头,加载于参比材料上,以相同于测试试样时的速率加热。当加热通过其熔点时,观察针入外推起熔点进行温度校正,校正至 $\pm$ 1.0 K。

可以应用下述参比物：

参比物	熔点, °C
水银	-38.9
镓	+29.8
钢	+156.6
锡	+232.0
铅	+327.5
锌	+419.6

按照仪器制造厂推荐的方法,用已知厚度的标准试样,对探头位移测量系统及记录系统进行校正。作为本标准用,推荐标准厚度为 300 μm~600 μm。

#### 6.4 预防措施

本标准可能涉及到危险的材料、操作和设备的使用,无论谁使用本标准,使用前都有责任建立相应的安全措施和确定规章条例界限的适用性。

#### 6.5 试样

试样可以按收货或经预处理的状态进行分析。若试验前已经对试样进行过某种条件处理,那么应把这种处理记入报告。

试样厚度最好用 1 mm~3 mm。也可用超过这范围的试样,但应予以报告。厚度小于 6 μm 的试样不宜采用。要求试样表面光滑且平行。

#### 6.6 程序

将厚度为 1 mm~3 mm 的试样装入探头下的试样容器内。试样温度传感器的放置应使之与试样接触或尽可能接近试样(视仪器制造厂的推荐而定)。按 6.2 选择探头。

对软材料,当温度超过玻璃化转变温度  $T_g$  时,会引起压坑,在这种情况下,如果用膨胀法(方法 B1)进行试验,可能要在探头与试样的上表面之间垫上一块薄的金属圆片(如铝片),实际上相当于增大探头直径,从而避免探头往下压陷。

把试样容器装入加热炉内。冷却或加热试样前,开通干燥的惰性纯净气体。如果试验是在接近环境温度或低于环境温度下进行,则至少应使试样及炉子冷却到比试验的最低温度低 30 K。供冷却用的冷却剂不应直接与试样接触。

方法 B1:施加 5 mN~10 mN 力于传感探头上,以保证探头与试样接触。也可施加其他量的负荷,但应在报告中注明。

方法 B2:施加 50 mN~1 000 mN 于传感探头上。

开动记录仪,选取相应的灵敏度。

注:为了获得这方面信息,可能需要用一个类似的试样进行预分析。

在所要求的温度范围内,以(10±1)K/min 的恒定加热速率对试样加热。也可用其他加热速率,但要在报告中注明。

位移曲线上斜率的急剧变化,表明材料从一种状态转变成另一种状态。把曲线上两线性部分外推所得交点的对应的温度定为玻璃化转变温度(见图 2 或图 3)。

如果有明显的残余应力存在(在玻璃化转变附近的一种突然的不可逆的畸变),那么到较该温度约高 20K 时就停止加热。然后降温返回到起始状态并重新加热试验。报告由第二次试验测得的玻璃化转变以及进行热处理的情况(见图 4)。

应至少试验 3 个试样。以测得值的平均值报告  $T_g$ 。不应把某些试样重复试验得到的结果当作新试样单独试验的结果。

#### 6.7 计算

按下述步骤确定玻璃化转变温度：



- a) 沿膨胀曲线或针入曲线的低于转变温度部分作切线。
- b) 沿膨胀曲线或针入曲线的高于转变温度部分作切线。
- c) 把两切线交点对应的温度报告为玻璃化转变温度  $T_g$ 。

## 6.8 报告

报告应包括下列内容：

- 对试验材料的说明,包括制造厂名称、批号及化学成分(已知时)。
- 试验方法、试样制备,包括任何机械、热或环境处理。
- 若试验时的材料是一种复合材料,则应说明试样相对于原始部分的方位或相对于定向纤维填料方向的方位。
- 试样尺寸。
- 玻璃化转变温度  $T_g$ 。
- 所用的热机分析仪的说明。
- 纯净气体、流速及冷却媒质(如果使用)。
- 所用探头形状及负荷的细节。
- 测得的探头位移曲线。
- 加热速率。

## 7 方法 C: 动态机械分析法(DMA)

### 7.1 概述

本方法是应用动态力学分析仪测定固体绝缘材料玻璃化转变温度。

将已知几何形状的试样置于机械振动中,振动频率既可以是固定频率也可以是固有共振频率。测量试样的力学损耗因数与温度关系(可以是等温的也可以是变温)。力学损耗因数曲线是表征试样的粘弹特性。通常把在某一特殊温度下粘弹性急剧变化称之为转变区。

注: 测量力学损耗因数的具体方法,取决于所用仪器的运行原理。

这些方法专供测试那些具体弹性模量从 0.5 MPa~100 MPa 的材料。也可能会超过这个弹性模量范围,这要视所用仪器而定。

### 7.2 影响

增大或减小规定的加热速率会改变测量结果。

由于转变温度与试验频率有关,因此,振动频率应予以规定(转变温度随频率增加而增大)。可利用预先确定频率变换因子使之折算到参照频率下的转变温度。作为本试验用,应该在 1Hz 下测量(或报告)玻璃化转变温度。

由于试验过程不发生热膨胀,因此,要注意使试样夹紧。

### 7.3 方法与设备

#### 7.3.1 设备

设备应具有能安装一个截面均匀的试样,使得在力学振动系统中充当弹性单元和耗散单元的作用。这种类型的仪器通常称为动态力学分析仪。

#### 7.3.2 方法

- 共振系统:
  - 自由衰减扭转振动
  - 强制恒振幅振动
  - 弯曲振动
- 非共振系统,固定频率:
  - 强制恒振幅扭转振动

- 强制恒振幅拉伸振动
- 强制恒振幅压缩振动
- 强制恒振幅弯曲振动

注：对共振系统，振动频率是试样性能的函数并与温度有关。

### 7.3.3 设备的组成

所有设备应由下列部分组成：

- 夹持装置：夹具结构应能夹紧试样而不滑动。
- 振动变形(应变)：一种对试样施加振动变形(应变)的装置。对自由振动装置，施加这种变形后可以再释放；而对强制振动装置，则是连续施加这种变形(应变)。
- 检测器：是一种或一些测定相关的和独立的试验参数的装置。例如，力(应力)，变形(应变)、振动频率及温度。温度测量应准确至 0.5 K，频率测量应准确至±1%，力的测量应准确至±1%。
- 温度控制仪及炉子：是一种控制试样温度的装置。它可以通过加热(分段或直线上升)、冷却(分段或直线下降)或保持恒温环境来加以控制。
- 净化用的干燥氮气或其他惰性气体源。
- 卡尺或其他测量长度用的装置，其测量准确度应达到试样尺寸的±1%。

### 7.4 校正

- 冰水           0.0 °C
- 钢             156.6 °C

#### 7.4.1 温度

以相同于试验试样时采用的加热速率(线性温度程序或恒温)，按仪器制造厂推荐方法，用上述物质中的任何一种或两种，对仪器温度轴进行校正。

#### 7.4.2 其他参数

对于在测定模量和损耗因数时需要用的其他参数，应按照制造厂推荐的方法进行校正。

### 7.5 预防措施

当加热试样至接近其分解点时，可能会释放出有毒或腐蚀性或两者兼有的排出物，这些排出物对人体及仪器可能有害。

### 7.6 试样

试样尺寸或形状应按仪器制造厂推荐。

当使用少量试样时，应使试样能代表该种材料。

由于动态力学试验仪的类型繁多，因此本方法中对试样尺寸不作规定。在多数情况下，业已发现，尺寸为 0.75 mm×10 mm×50 mm 的试样较为适用且方便。

注 1：重要的是试样尺寸的选择要与受试材料的模量及测量设备能力相一致。例如，厚的试样适用于低模量材料的测量，而薄的试样则适用于高模量材料。

### 7.7 程序

测量试样的长度、宽度及厚度，准确至±1%。

最大的应变振幅应在材料的线性粘弹范围内。

注：推荐应变小于 1%。

选取试验频率使其尽可能接近 1 Hz 是具有实际意义的。试验频率可以是固定的，也可以是变化的，这要取决于试验设备。

注 2：作为本试验用，应报告在 1 Hz 下的分析结果。

从欲试的最低温度至最高温度，变化试样温度，同时测量试样的弹性及阻尼性能。

注 3：最好以分段递增或以足够慢速率在整个温度范围内进行试验，使得温度沿整个试样保持均衡状态。达到均

衡的时间取决于具体试样的质量和夹具排列。业已发现,以 1 K/min~2 K/min 或以每段递增 2 K~5 K 并保持 3 min~5 min 的温度程序速率是合适的。从 2 个或 2 个以上的速率对试样进行试验并比较所测得的结果,可以观察到加热速率对测试结果的影响。

注 4: 所要求的玻璃化转变温度测量准确度将取决于力学损耗因数随被试的试样温度的变化速率。

经验表明,在转变区内,试样温度应读到 $\pm 0.5$  K。

除非其他规定,一般测试 3 个试样。

## 7.8 计算

按仪器制造厂操作说明书提供的公式,计算力学损耗因数曲线。绘制力学损耗因数与试样温度关系图。

应用测得的试样长度、宽度及厚度的平均值。

取力学损耗因数曲线最大处的温度作为玻璃化转变温度  $T_g$  (见图 5)。

注 1: 玻璃化转变是发生在一个温度范围内并已知受到与时间相关的因素的影响。例如加热速率及振动频率。由于这些原因,只有在相同的温度程序、振动频率下得到的数据才能比较作为本试验用,取 1 Hz 作为参照频率。

注 2: 利用预先确定的频率变换因子  $k$ , 可将  $T_0$  值与其他频率下测得的值进行比较:

$$\theta_i = \theta_0 - k(\lg f_0 - \lg f_i) = \theta_0 - k \lg(f_0/f_i)$$

式中:

$\theta_i$ ——在  $f_i$  下的玻璃化转变温度;

$\theta_0$ ——在观察频率下测得的玻璃化转变温度;

$k$ ——频率变换因子;

$f_0$ ——观察到的振动频率(Hz);

$f_i$ ——参照频率(Hz)。

举例说明:若频率变换因子为频率每改变 10 倍为 8 K(即  $k=8$  K),当观察频率  $f_0=15$  Hz 时,观察的温度  $\theta_0=100$  °C,则  $f_i=1$  Hz 时:

$$\begin{aligned} \theta_i &= [100 - 8 \lg(15/1)]^\circ\text{C} \\ &= (100 - 8 \times 1.18)^\circ\text{C} \\ &= 90.6^\circ\text{C} \end{aligned}$$

计算 1 Hz 时的  $\theta_i$  并报告其为  $T_g$ 。

## 7.9 报告

报告应包括下述内容:

- 被试材料的完整标识与描述。包括来源及制造厂商编码。
- 试验方法的说明。例如,自由衰减扭转共振(见 7.4.2)。
- 试样尺寸。
- 校正方法的说明。
- 试样的环境气氛说明:气体成分、纯度及使用速率。
- 试验前试样状态调节的细节。若对试样进行某一种热处理以得到最佳分析,则应在报告中记录这种处理。
- 温度程序,包括起始及最终温度以及线性温度变化速率或阶段升温的时间间隔和升温度数。
- 原始试验数据。
- 被试试样的数量。
- 用作计算力学损耗因数曲线的公式。
- 力学损耗因数与试样温度的关系图。
- 把力学损耗因数画在纵坐标上,按阻尼增加方向,曲线朝上挠曲。纵坐标应清晰标明名称及测量单位。

——把温度画在横坐标上,从左至右递增。横坐标应清晰标明名称及测量单位。

——1 Hz 下的  $T_g$  平均值。

对于在 1 Hz 以外的其他频率下测量,应报告原始观察到的温度( $\theta_0$ )、振动频率( $f_0$ )及所用频率的变换因子( $k$ )。

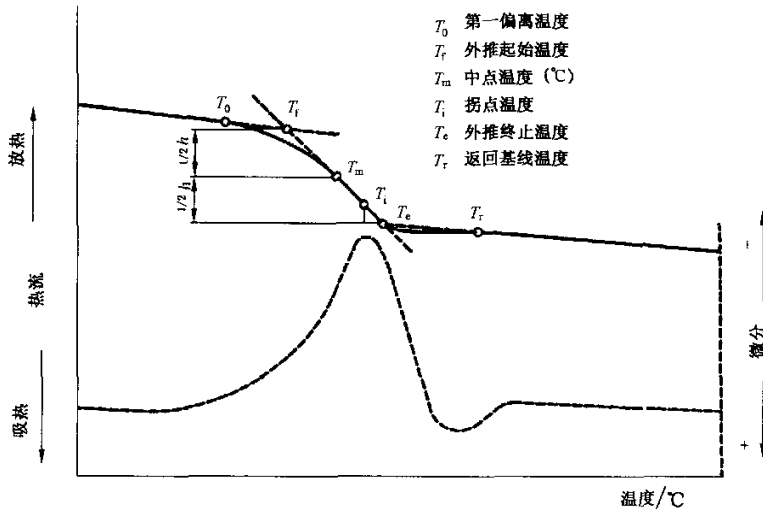


图 1 差示扫描量热法(DSC):与玻璃化转变有关的特征转变点

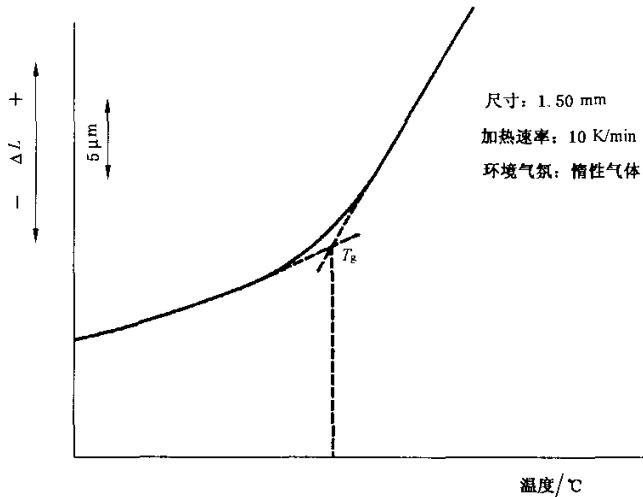


图 2 热机械分析(TMA)(膨胀法):玻璃化转变温度  $T_g$  的测定

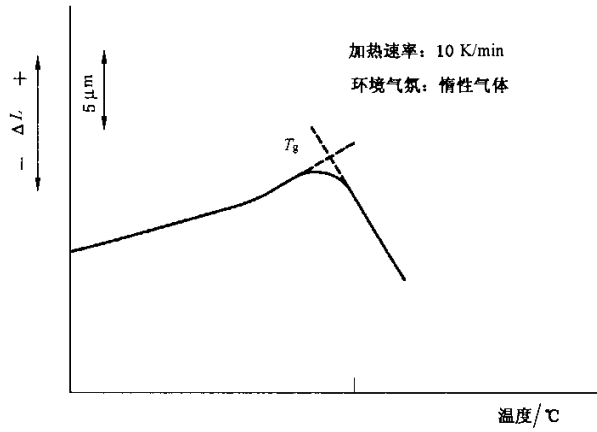


图3 热机械分析(TMA)(针入度法):玻璃化转变温度  $T_g$  的测定

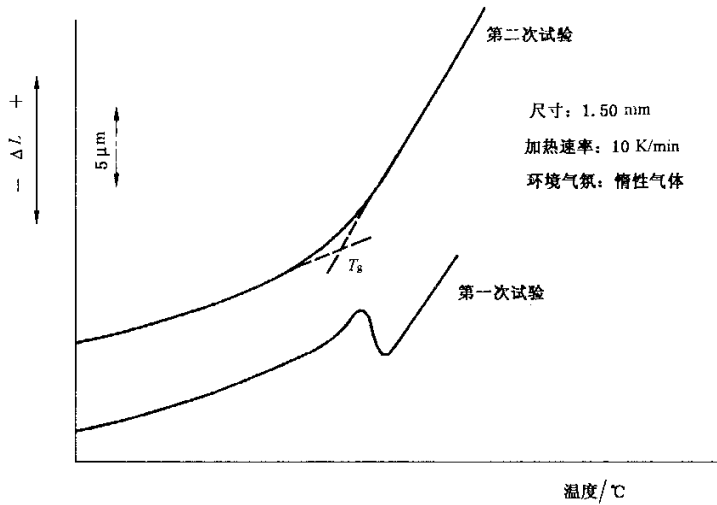


图4 热机械分析(TMA)(膨胀法):玻璃化转变温度  $T_g$  的测定(第二次试验)

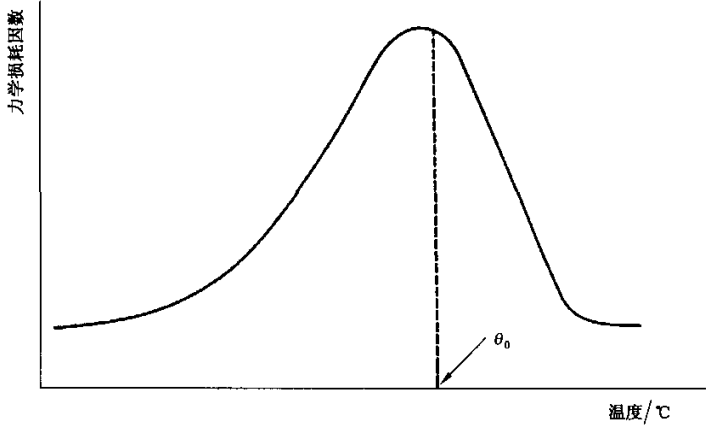


图 5 典型的力学损耗因数曲线

附录 A  
(资料性附录)  
图解计算法

图 A.1 是储能模量与温度关系图, 曲线的拐点 ( $T_g$  对应区域) 表示玻璃化转变区域。可以观察到储能模量的减小 (这些情况表示材料储存能量)。储能模量的下降显示试样刚性硬性下降, 下降的发生是由于试样在玻璃化状态软化。在更高的温度下, 储能模量达到一个最小值,  $T_g$  可由图解计算而得, 即曲线上两切线的交点的横坐标值。

该方法可适用于热固性、热塑性塑料及复合材料等范围很广的材料。

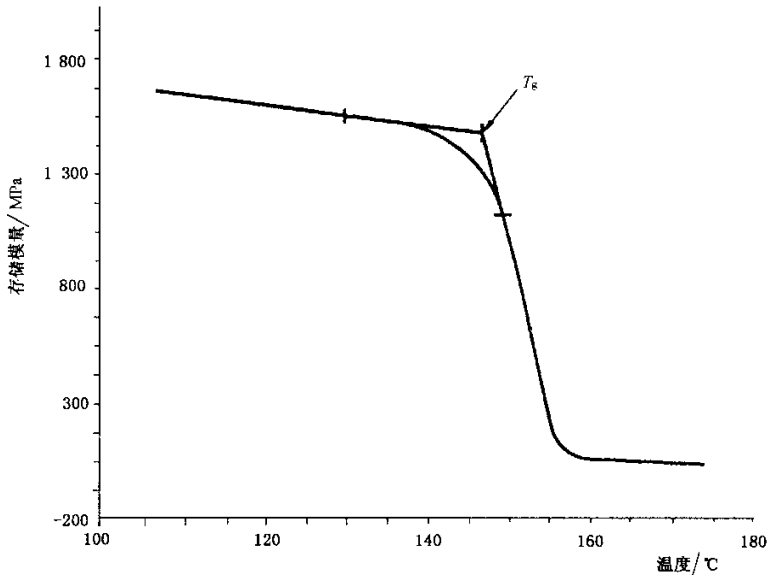


图 A.1 动态机械分析(DMA): 玻璃化转变温度  $T_g$  的测定