

HX

中国化学纤维工业协会标准

HX/T 50010—2015

聚苯硫醚/聚四氟乙烯滤料纤维含量分析 -差示扫描量热法 (DSC)

Quantitative analysis of PPS/PTFE-Differential Scanning Calorimetry (DSC)

2015 - 12 - 22 发布

2016 - 02 - 01 实施

中国化学纤维工业协会

发布

前 言

本标准由中国化学纤维工业协会提出；

本标准由上海市纺织工业技术监督所归口；

本标准起草单位：中纺院（天津）滤料技术检测有限公司、中纺院（天津）科技发展有限公司、福建龙净环保股份有限公司、南京际华三五二一环保科技有限公司、中国纺织科学研究院、中国化学纤维工业协会

本标准主要起草人：王颖、张静静、李瓚、陈奎续、于淼涵、宋丹、马肖、阙昶兴、金小培、李鑫、万蕾、李德利、吕佳滨

聚苯硫醚/聚四氟乙烯滤料纤维含量分析

—差示扫描量热法（DSC）

1 范围

本方法规定了滤料纤维含量分析方法。

本方法适用于以聚苯硫醚纤维和聚四氟乙烯纤维为材质的过滤材料。

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。

GB/T 6719	袋式除尘器技术要求
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	塑料 差示扫描量热法(DSC)第1部分：通则
GB/T 19466.3	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
JB/T 11261	燃煤电厂锅炉尾气治理袋式除尘器用滤料

3 术语和定义

GB/T 6719、GB/T 8979、GB/T 10629、GB/T 19466.1、GB/T 19466.3、JB/T 11261中确立的术语和定义适用于本文件。

4 原理

消除热历史后，滤料试样 DSC 曲线的聚四氟乙烯 (PTFE) 熔融峰焓值与 PTFE 纤维含量成正比。以试样中抽出的纯 PTFE 纤维为基准，两者焓值之比即为 PTFE 纤维含量。

5 仪器和材料

5.1 差示扫描量热分析仪（Differential scanning calorimetry DSC）

主要性能如下：

- 能以20℃/min的速率，等速升温或降温；
- 能保持试验温度恒定在±0.5℃内至少10min；
- 气体流动速率范围在10 mL/min~50 mL/min，偏差控制在±10%范围内；
- 温度信号分辨能力在0.1℃内，噪音低于0.5℃；
- 为便于校准和使用，试样量最小为1mg；
- 仪器能够自动记录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%；
- 配有一个或多个样品支持器的样品架组件。

5.2 样品皿

用来装试样和参比样，由相同质量的同种材料制成。在测试条件下，样品皿不与试样和气氛发生物理或化学变化。样品皿应具有良好的导热性能，能够加盖。

5.3 天平

称量，精确至 0.1mg。

5.4 标准样品

参见附录B。

5.5 气源

分析级，符合 GB/T 8979 的要求。

6 试样

6.1 按GB/T 10629规定取实验室样品，使其具有代表性，并足以提供全部所需试样。

6.2 拆分滤料，剥离基布后取非迎尘面；

6.3 从 6.2 的试样中剪取部分试样，使其具有代表性，并足以提供全部所需试样。用镊子随机抽取聚四氟乙烯纤维（作为基准试样），剪碎；

6.4 将 6.2 试样中未抽取聚四氟乙烯纤维的剩余部分，混合后剪碎；

6.5 6.3 和 6.4 中试样的剪碎程度，按照 GB/T 19466.1 第 6 章中固体试样的取样要求。

7 试验条件及试样状态调节

7.1 试验条件

试验前，接通仪器电源至少 1 小时，以便电器元件温度平衡。

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

测试前，在所测试温度范围内进行基线校正。

7.2 试样状态调节

按照 GB/T 19466.1 中 7.2 要求。

8 校准

按照 GB/T 19466.1-2004 中第 8 章要求。

9 操作步骤

9.1 仪器准备

9.1.1 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 20ml/min ($1 \pm 10\%$)。经有关双方同意，也可采用其他惰性气体，但须在报告中注明。

9.1.2 在未放置样品皿的条件下，调节到实际测量的条件。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。

9.2 将试样放在样品皿内

9.2.1 不能用手直接处理试样或样品皿，要用镊子或戴手套处理。

9.2.2 用两个相同的样品皿，一个做试样皿，另一个做参比皿（可用空样品皿或不空的样品皿）。

9.2.3 除非材料的标准另有规定，样品皿中的试样量为 5mg~10mg。称量试样，精确至 0.1mg。

9.2.4 样品皿的底部应平整，且皿和试样支持器之间接触良好。

9.3 将样品皿放入仪器内

用镊子或其它合适的工具将样品皿放入样品支持器中，确保试样和皿之间、皿和支持器之间接触良好。盖上样品支持器的盖。

9.4 温度扫描

9.4.1 以 20°C/min 的速率开始升温并记录，将试样皿加热到足够高的温度，以消除试验前的热历史，通常高于熔融外推终止温度 (T_{efm}) 约 30°C。

9.4.2 保持温度 5min。

9.4.3 以 20°C/min 的速率进行降温并记录，通常为 50°C。

9.4.4 保持温度 5min。

9.4.5 以 20°C/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。

9.4.6 将仪器冷却至室温。取出试样皿，观察试样皿是否异形或溢出。

9.4.7 重新称量试样皿，精确至 ±0.1mg。

9.4.8 如有任何质量损失，应怀疑发生了化学变化，打开皿并检查试样。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。并用至少一种标准样品进行温度和能量的校准，确认仪器有效。

9.4.9 按照 9.2~9.4 步骤重复试验。

10 结果表示

10.1 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。

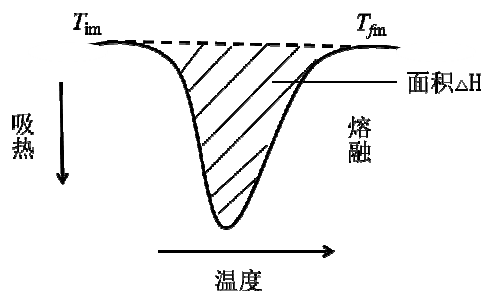


图 1 熔融焓的测定

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 1: 现在仪器可自动进行这种计算;

注 2: 当纤维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。

10.2 熔融焓值的计算

试样纤维及抽取的聚四氟乙烯纤维 (基准试样) 先分别测试三次。若熔融焓值的极差 $\leq 2.4 \text{kJ/kg}$, 计算其平均值。若其熔融焓值的极差 $> 2.4 \text{kJ/kg}$, 增加测试次数, 总次数不超过 5 次。

10.3 滤料纤维含量的计算

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。

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

$$W_{\text{PPS}} = 1 - W_{\text{PTFE}} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- W_{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} —— 抽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);
- W_{PPS} —— 试样中聚苯硫醚纤维的质量百分含量。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本方法的编号及试验日期;
- b) 样品描述;
- c) 试验环境;

- d) 试验条件;
- e) 测试试验结果;
- f) 任何偏离本方法的细节及试验中的异常现象。

附录 A
(资料性附录)
标准样品

表 A.1 各种标准样品的转变或熔融温度及熔融焓

标准样品	转变点或熔点温度(平衡温度)/°C	熔融焓/(J/g)	标准样品编号
环己烷(转变)	-83 ^a	—	NIST GM757
水银(熔融)	-38.9	11.47	NIST SRM2225
1,2-二氯乙烷(熔融)	-32 ^a	—	NIST GM757
环己烷(熔融)	7 ^a	—	NIST GM757
苯基醚(熔融)	30 ^a	—	NIST GM757
邻三联苯(熔融)	58 ^a	—	NIST GM757
联二苯(熔融)	69.2	120.2	NIST SRM2222
硝酸钾(转变)	127.7	—	NIST GM758
铟(熔融)	157	28.42	NIST GM758
过氯酸钾(转变)	299.5	—	NIST GM758、GM759
锡(熔融)	231.9	60.22	NIST SRM2220、GM758
铅(熔融)	327.5	23.16	—
锌(熔融)	419.6	107.38	NIST SRM2221a
硫酸银(转变)	430	—	NIST GM758、GM759
石英(转变)	573	—	NIST GM759、GM760
硫酸钾(转变)	583	—	NIST GM759、GM760
铬酸钾(转变)	665	—	NIST GM759、GM760
碳酸钡(转变)	810	—	NIST GM760
碳酸锶(转变)	925	—	NIST GM760
注: NIST(the US National Institute of Standard and Technology)—美国国家标准与技术学会			
^a 峰温			