



中华人民共和国国家标准

GB/T 1633—2000
idt ISO 306:1994

热塑性塑料维卡软化温度(VST)的测定

Plastics—Thermoplastic materials—
Determination of Vicat softening temperature (VST)

2000-07-31 发布

2001-03-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等同采用 ISO 306:1994《塑料—热塑性材料—维卡软化温度(VST)的测定》，对 GB/T 1633—1979(1989年)《热塑性塑料软化点(维卡)试验方法》进行了修订。

本标准与 GB/T 1633—1979(1989年)的主要差异是：

1. 在液体加热介质的基础上增加了空气或氮气加热部分，用来测定维卡软化温度较高的试样。
2. 试验的初始温度由低于维卡软化温度 50℃改成初始温度 20~23℃，经预试验证明该材料在其他起始温度不会引起试验误差，也可采用其他起始温度。
3. 对测温仪器控温精度的要求由 1℃提高至 0.5℃以内。
4. 置于压针头下试样放入加热装置中 5 min 后，压针头位置稳定加砝码并调零；原标准为置于压针头下的试样放入加热装置加砝码，5 min 后调零。
5. 试样厚度由 3~6 mm(或机械加工 3~4 mm)改为 3~6.5 mm。
6. 压针头长由 3~5 mm 改为 3 mm。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 1633—1979(1989年)。

本标准由中华人民共和国原化学工业部提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会塑料树脂产品分会(TC 15/SC 4)归口。

本标准负责起草单位：大庆石油化工总厂。

本标准参加起草单位：晨光化工研究院、燕山石化树脂研究所、上海石化塑料厂、北京化工研究院、上海制笔化工厂、北京塑料研究所、辽阳石化化纤公司化工三厂、大庆石油化工总厂化工三厂、大庆石油化工总厂塑料厂等。

本标准起草人：徐永宁、张连贵、李宏宇。

本标准于 1979 年 9 月首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各个国家标准化团体(ISO 成员)的世界性联合组织。国际标准的制定工作由 ISO 各技术委员会进行。凡对技术委员会已确定的项目感兴趣的每个成员团体,都有权派代表参加该技术委员会,与 ISO 有联系的政府或非政府的国际组织也可参加其工作。ISO 与国际电工委员会(IEC)在所有电工技术标准化方面密切协作。

技术委员会将采纳的国际标准草案提交给各成员团体进行投票表决,至少有 75% 成员团体投票表决表示赞成时,才能作为国际标准公布。

国际标准 ISO 306 是由 ISO/TC 61 塑料技术委员会 SC2 力学性能分技术委员会制定的。

本第三版经技术审核将取消并代替第二版 ISO 306:1987。

中华人民共和国国家标准

热塑性塑料维卡软化温度(VST)的测定

GB/T 1633—2000
idt ISO 306:1994

代替 GB/T 1633—1979(1989)

Plastics—Thermoplastic materials—

Determination of Vicat softening temperature (VST)

1 范围

本标准规定了四种测定热塑性塑料维卡软化温度(VST)的试验方法。

A₅₀法——使用 10 N 的力,加热速率为 50°C/h

B₅₀法——使用 50 N 的力,加热速率为 50°C/h

A₁₂₀法——使用 10 N 的力,加热速率为 120°C/h

B₁₂₀法——使用 50 N 的力,加热速率为 120°C/h

本标准规定的四种方法仅适用于热塑性塑料,所测得的是热塑性塑料开始迅速软化的温度。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291:1997)

GB/T 9352—1988 热塑性塑料压塑试样的制备(neq ISO 293:1986)

GB/T 11997—1989 塑料多用途试样的制备和使用(eqv ISO 3167:1983)

GB/T 17037.1—1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 1 部分:一般原理及多用途试样和长条试样的制备(idt ISO 294-1:1996)

ISO 2818:1994 塑料机械加工试样的制备

3 原理

当匀速升温时,测定在第 1 章中给出的某一种负荷条件下标准压针刺入热塑性塑料试样表面 1 mm 深时的温度。

4 仪器

仪器主要包括:

4.1 负载杆,装有负荷板,固定在刚性金属架上,能在垂直方向上自由移动,金属架底座用于支撑负载杆末端压针头下的试样(见图 1)。

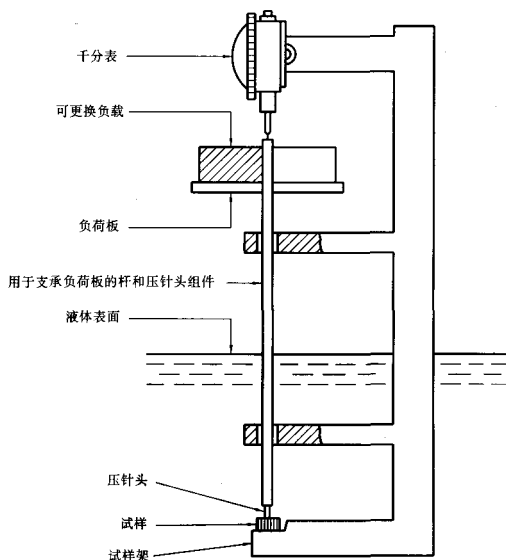


图1 VST测定仪示意图

荷载杆和金属架构件应具有相同的膨胀系数,部件长度的不同变化,会引起试样表观变形读数的误差。

用低膨胀系数的刚性材料(如瓦镍铁合金或硅硼玻璃)制备的试样,对每台仪器包括其使用的温度范围做空白试验进行校正,并对每个温度确定一个校正项。如果校正项为 0.02 mm 或更大,应注意其代数符号,并通过代数方法将其加到表观针入度上,将此校正项应用于每项试验中。建议使用低膨胀合金制造的仪器。

4.2 压针头,最好是硬质钢制成的长为 3 mm ,横截面积为 $1.000\text{ mm}^2 \pm 0.015\text{ mm}^2$ 的圆柱体。固定在荷载杆的底部,压针头的下表面应平整,垂直于荷载杆的轴线,并且无毛刺。

4.3 已校正的千分表(或其他适宜的测量仪器),能够测量压针头刺入试样 $1\text{ mm} \pm 0.01\text{ mm}$ 的针入度,并能将千分表的推力记为试样所受推力的一部分。

注

1 在此类型的仪器中,千分表弹簧力向上,要从负荷中减去;如果这种力向下,应加到负荷上。

2 在整个冲程过程中,由于千分表弹簧上所施加的力明显地变化,所以要在整个冲程中测定这个力。

4.4 荷载板,装在荷载杆上,中央加有适合的砝码,使加到试样上的总推力,对于 A_{50} 和 A_{120} 达到 $10\text{ N} \pm 0.2\text{ N}$,对于 B_{50} 和 B_{120} 达到 $50\text{ N} \pm 1\text{ N}$ 。荷载杆、压针头、荷载板千分表弹簧组合向下的推力应不超过 1 N 。

4.5 加热设备,盛有液体的加热浴或带有强制鼓风式氮气循环烘箱,加热设备应装有控制器,能按要求以 $50\text{ C/h} \pm 5\text{ C/h}$ 或 $120\text{ C/h} \pm 10\text{ C/h}$ 匀速升温。在试验期间,每隔 6 min 温度变化分别为 $5\text{ C} \pm 0.5\text{ C}$ 或 $12\text{ C} \pm 1\text{ C}$,应认为加热速率符合要求。

调节仪器使其在达到规定的压痕时,自动切断加热器并发出警报。

4.5.1 加热浴,盛有试样浸入的液体,并装有高效搅拌器,试样浸入深度至少为 35 mm ;确定选择的液体在使用温度下是稳定的,对受试材料没有影响,例如膨胀或开裂等现象。

当使用加热浴时,将测得靠近试样液体的温度作为维卡软化温度(VST)(见 7.5)。

液体石蜡、变压器油、甘油和硅油都是合适的传热介质,也可以使用其他液体。

4.5.2 烘箱,能使空气或氮气以 60 次/min 的速度在烘箱内循环。每台烘箱的容积不少于 10 L,箱内空气或氮气以 1.5~2 m/s 的速度垂直于试样表面流动。

试验结果取决于循环空气或氮气与试样间的热传递速度。因试样相对较小以及试样下表面与试样架接触的原因,所以空气或氮气的温度不应作为 VST,而将靠近压针头的负载杆上或试样架上的传感器所示的温度作为 VST。

初始校准时,应通过试验证明,传感器所显示的温度与放在空白试样附近附加校正传感器所显示的温度差在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 范围内。

商业用烘箱常常装有适合的空气或氮气循环装置。如果没有,必须通过装配垂直于试样表面的定向循环气流板,以保证热传递速度。

4.6 测温仪器

4.6.1 加热浴,部分浸入型玻璃水银温度计或测量范围适当的其他测温仪器,精度在 0.5°C 以内。应按照 7.2 要求的浸入深度校正玻璃水银温度计。

4.6.2 与空气或氮气烘箱相匹配的测温仪器,精度在 0.5°C 以内。将传感器(热电偶或 Pt100)放在靠近压针头负载杆或试样架的适当位置。

5 试样

5.1 每个受试样品使用至少两个试样,试样为厚 3~6.5 mm,边长 10 mm 的正方形或直径 10 mm 的圆形,表面平整、平行、无飞边。试样应按照受试材料规定进行制备。如果没有规定,可以使用任何适当的方法制备试样。

5.2 如果受试样品是模塑材料(粉料或粒料),应按照受试材料的有关规定模塑成厚度为 3~6.5 mm 的试样。没有规定则按照 GB/T 9352、GB/T 17037.1 或 GB/T 11997 模塑试样。如果这些都不适用,可以遵照其他能使材料性能改变尽可能少的方法制备试样。

5.3 对于板材,试样厚度应等于原板材厚度,但下述除外:

a) 如果试样厚度超过 6.5 mm,应根据 ISO 2818 通过单面机械加工使试样厚度减小到 3~6.5 mm,另一表面保留原样。试验表面应是原始表面。

b) 如果板材厚度小于 3 mm,将至多三片试样直接叠合在一起,使其总厚度在 3~6.5 mm 之间,上片厚度至少为 1.5 mm。厚度较小的片材叠合不一定能测得相同的试验结果。

5.4 所获得的试验结果可能与制备试样所用的模型条件有关,虽然此依从关系并不常见。当试验的结果依赖于模型条件时,经有关方面商定后可在试验前采用特殊的退火或预处理步骤。

6 状态调节

除非受试材料有规定或要求,试样应按 GB/T 2918 进行状态调节。

7 操作步骤

7.1 将试样水平放在未加负荷的压针头下。压针头离试样边缘不得少于 3 mm,与仪器底座接触的试样表面应平整。

7.2 将组合件放入加热装置中,起动搅拌器,在每项试验开始时,加热装置的温度应为 $20\sim 23^\circ\text{C}$ 。当使用加热浴时,温度计的水银球或测温仪器的传感部件应与试样在同一水平面,并尽可能靠近试样。如果预备试验表明在其他温度开始试验对受试材料不会引起误差,可采用其他起始温度。

7.3 5 min 后,压针头处于静止位置,将足量砝码加到负荷板上,以使加在试样上的总推力,对于 A_{50} 和 A_{120} 为 $10\text{ N}\pm 0.2\text{ N}$,对于 B_{50} 和 B_{120} 为 $50\text{ N}\pm 1\text{ N}$ 。然后,记录千分表的读数(或其他测量压痕仪器)或将

仪器调零。

7.4 以 $50\text{C}/\text{h} \pm 5\text{C}/\text{h}$ 或 $120\text{C}/\text{h} \pm 10\text{C}/\text{h}$ 的速度匀速升高加热装置的温度；当使用加热浴时，试验过程中要充分搅拌液体；对于仲裁试验应使用 $50\text{C}/\text{h}$ 的升温速率。

对某些材料，用较高升温速率 ($120\text{C}/\text{h}$) 时，测得值可能高出维卡软化温度达 10C 。

7.5 当压针头刺入试样的深度超过 7.3 规定的起始位置 $1\text{mm} \pm 0.01\text{mm}$ 时，记下传感器测得的油浴温度，即为试样的维卡软化温度。

7.6 受试材料的维卡软化温度以试样维卡软化温度的算术平均值来表示，如果单个试验结果差的范围超过 2C ，记下单个试验结果，并用另一组至少两个试样重复进行一次试验。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 受试材料的完整标识；
- b) 使用的方法 (A_{50} 或 A_{120} ； B_{50} 或 B_{120})；
- c) 由一层以上试样制成的复合试样应注明厚度和层数；
- d) 试样制备方法；
- e) 使用的传热介质；
- f) 状态调节和退火方法；
- g) 材料的维卡软化温度 (VST)，以 C 表示。（如果两次测定后，单个测定结果之差大于 7.6 中规定的范围，应报告单个测定结果）。在试验中或从仪器中移出后，记录试样的任何异常特征；
- h) 试验日期及检验人员。