

GB/T ××××—×××× 《塑料 快速差示扫描量热法（FSC）芯片
量热法》

编制说明

（征求意见稿）

中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院

行业标准制定工作组

二〇二五年四月

《塑料 快速差示扫描量热法

（FSC）芯片量热法》

行业标准编制说明

一、工作简况

1. 目的和意义

快速差示扫描量热法（FSC）是一种热分析技术，用于研究材料的热性质和热反应。研究 FSC 的重要性体现在以下几个方面：

热性质分析：FSC 可以测量材料的热容、热导率和热膨胀等热性质。这些性质对于了解材料的热行为、热稳定性和热传导等方面非常重要。研究 FSC 可以帮助深入了解材料的热性质，为材料设计和应用提供基础数据。

热反应分析：FSC 可以用于研究材料的热反应行为，如热分解、热氧化、热聚合等。通过测量样品在不同温度下的热流变化，可以确定材料的热反应动力学、反应活化能等参数。研究 FSC 可以帮助了解材料的热稳定性、反应机理和反应动力学等方面。

材料性能评估：FSC 可以用于评估材料的热稳定性、热导率和热膨胀等性能。这对于材料的选材、工艺优化和性能改进非常重要。研究 Flash DSC 可以帮助了解材料的热性能，为材料设计和应用提供指导和参考。

新材料开发：FSC 可以用于评估新材料的热性质和热反应行为。对于新材料的热性质和热稳定性的了解可以帮助设计和改进新材料的性能。FSC 可以为新材料的开发提供实验数据和分析方法。

总之，研究快速差示扫描量热法对于快速测量热性质、研究快速热反应、评估材料热稳定性和推动新材料开发具有重要的目的和意义，可以为材料科学、化学工程、能源研究等领域提供有力的实验手段和热学数据支持。

然而，由于 FSC 试验涉及多个实验参数，并且不同实验参数的选择将会引起实验结果的显著差异，并且该项技术相对较新，目前国内尚不存在相关的测试标准。故若要将该方法在科研及产业领域中推广，需先建立相关试验测定标准。

2. 任务来源

根据国标委发【2024】18 号《国家标准化管理委员会关于下达 2024 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》下达了编号为 20240955-T-606，《塑料 快速差示扫描量热法（FSC）芯片量热法》行标制定任务，由中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院负责主要起草工作，标准计划完成时间是 2025 年。该标准全国塑料标准化技术委员会石化塑料树脂产品分会（SAC/TC15/SC1）技术归口。

3. 标准制定工作内容

3.1 国内外有关标准情况调研

本次调研的相关标准如下：

- 1、ISO 11357-1: 2016 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 1: General principles
- 2、ISO 11357-2: 2020 ISO 11357-2:2020 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) -Part 2: Determination of glass transition temperature and step height
- 3、ISO 11357-3: 2018 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting crystallization
- 4、ISO 11357-3: 2013 Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) -Part 5: Determination of characteristic reaction-curve temperatures and times, enthalpy of reaction and degree of conversion
- 5、GB/T 19466.1—2004 塑料 差示扫描量热法（DSC）第1部分：通则
- 6、GB/T 19466.2—2004 塑料 差示扫描量热法（DSC）第2部分：玻璃化转变温度的测定
- 7、GB/T 19466.3—2004 塑料 差示扫描量热法（DSC）第3部分：熔融和结晶温度和热焓的测定
- 8、GB/T 19466.5—2004 塑料 差示扫描量热法（DSC）第5部分：特征反应曲线温度、时间，反应焓和转化率的测定
- 9、ISO 23976-2021: Plastics — Fast differential scanning calorimetry (FSC) — Chip calorimetry

3.2 仪器情况调研

本方法基于的测试设备为快速差示扫描量热仪，这是一种可在超高速率下测量样品的热性能的先进研究设备，目前仅由瑞士梅特勒提供。

3.3 标准的制定过程

（1）2024年10月召开项目工作会，讨论标准文本和工作方案。全国塑料标准化技术委员会通用方法和产品分会(SAC/TC15/SC4)于2024年10月22日，在四川省成都市召开了《塑料 快速差示扫描量热法（FSC）芯片量热法》国家标准修订工作组会议。本次会议由全国塑料标准化技术委员会陈敏剑秘书长主持，参与单位共24家，参会人数34人，参会名单见附件1。会上由牵头单位对该项标准主要内容进行汇报，与会专家进行了讨论，形成纪要如下：

1) 会上成立标准工作小组

本标准由中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院牵头制定，其他起草单位有中蓝晨光化工研究设计院有限公司、四川大学高分子学院、梅特勒-托利多（上海）有限公司、吐鲁番干热中心、浙江新和成特种材料有限公司等。

2) 会上确定了该标准的验证试验方案。

由于 FSC 技术的制样过程的特殊性以及实验过程参数众多的独特性，我们难以对设备校准步骤进行验证。经过调研和前期试验，发现试样质量是影响试验结果的主要因素，故我们选择该变量进行重点验证。选定一种牌号的样品，制备质量有明显差异的试样，并对其进行不同速率的升降温试验。之后进行数据整合，对比不同质量试样，在不同升降温速率下的熔融温度、结晶温度、熔融焓值以及玻璃化转变温度等；同时也将对比质量相近试样在不同设备下的结果差异。

(2) 2024年11月~2025年1月,对国内现有仪器和仪器的性能验证情况进行调研。

(3) 2025年2-3月, 由项目牵头单位石化院根据研究工作方案收集和准备试验所用样品, 并进行分发。

(4) 2025年4月, 由参加单位进行试验。牵头起草单位石化院组织完成了征求意见稿的撰写和修改。

(5) 2025年5月, 形成试验报告和征求意见稿,由秘书处组织, 协助起草单位将征求意见稿(草案)分发至委员、观察员单位广泛征求意见。

二、标准编制原则和主要内容的确定

1 标准编制原则

本标准在全面借鉴国际先进标准的同时, 充分考虑我国标准体系要求及标准使用的便利性。本标准等同采用国际标准 ISO 23976:2021, Plastics — Fast differential scanning calorimetry (FSC) — Chip calorimetry。

在编写方面符合 GB/T 1.1《标准的结构和编写》、GB/T 20000《标准化工作指南》和 GB/T 20001《标准编写规则》及其他相关标准的要求, 并与我国有关的法律、法规和相关标准保持协调一致。

2 标准内容的确定

1、标准范围: 本文件描述了非绝热快速差示扫描量热法(通常缩写为 FSC)的测试特性, 规定了对热流速率变化的快速物理和化学过程进行定性和定量分析的方法。本文件适用于聚合物, 聚合物共混物和复合材料的快速动力学效应的热分析。

2、规范性引用文件: 将引用的国际标准都转化为相应的国家标准。

3、术语和定义: 除了引用 GB/T 19466.1、GB/T 19466.2、GB/T 19466.3、GB/T 19466.5 给出了玻璃化转变温度、熔融和结晶温度、熔融焓、反应焓等定义外, 还增加本方法所需 6 个术语与定义: 芯片传感器、芯片量热法、样品、试样、参比和附加热容。

4、方法概述: 应用 FSC 对试样进行等温结晶试验。由于 FSC 技术的制样过程的特殊性以及实验过程参数众多的独特性, 难以对设备校准步骤进行验证。经过调研和前期试验, 发现试样质量是影响试验结果的重要因素, 故选择该变量进行重点验证。验证步骤如下: 选定样品, 制备质量有明显差异的试样, 在合适的方法计算试样质量后, 对其进行不同速率的升降温试验。之后进行数据整合, 对比不同质量试样, 在不同升降温速率下的熔融温度、结晶温度、熔融焓值以及玻璃化转变温度等; 同时也将对比质量相近试样在不同设备下的结果差异。

5、仪器和材料: 仪器对标准样品和气源的要求, 与 GB/T 19466.1 的要求基本一致。

6、试样: 规定了试样质量和取样要求。试样需非常少量(通常为 10 ng 量级, 不超过 1 μg)。使用仪器配备的制样工具切取厚度不超过 10 μm 的试样。试样应具有样品代表性, 其厚度和质量应适配于测试条件和仪器或所使用的芯片传感器。

7、试样状态调节和试验条件: 按照 GB/T 19466.1 规定进行状态调节。

8、校准：包括芯片量热仪性能校准、温度校准、温度对称性校准、热量和热流速率的校准。

芯片量热仪性能校准：在进行任何测量之前，应根据加热和冷却模式以及环境（冷却附件、吹扫气体类型和流速）对带有空传感器的仪器进行扫描速率能力的性能检查。每次测试环境条件发生变化时，都应重复此性能检查。

温度校准：应选择经过认证或经过其他方式确认性质的校准材料。在 GB/T 19466.1 中可以找到合适的校准材料，但也可以根据需要使用其他校准材料。

温度对称性校准：应在需要的扫描速率内验证芯片传感器加热和冷却之间的温度校准的对称性。芯片传感器外推峰值起始温度的对称行为意味着在加热模式下建立的校正因子也适用于冷却模式，只是符号相反。如果验证不满足该规律，则应获得单独的校正因子和单独的校正因子矩阵用于冷却。

热量和热流速率校准：由于无法直接测定试样质量，因此无法直接校准热流速率，而只能在确定试样质量后进行校准。

9、操作步骤：仪器准备，该步规定了如下试验要求：接通仪器电源至少 60 min，使仪器达到温度平衡。需先使用实际测量中使用的相同吹扫气和气体流速进行仪器校准，气体和流速有任何变化，都需要重新校准。保护气流量和吹扫气流量可根据不同型号仪器正常运行需要进行设定，一般为氮气气氛，推荐流量为 20 mL/min。样品制备：利用仪器配套的工具将样品切割为质量、尺寸都符合要求的试样，并用工具放置于已完成校准的芯片传感器上相应有效区域，整个切割和放置过程都需在显微镜下完成。之后，以 1K/s 的升温速率加热至熔点以上 40℃，进行样品的预熔融。制样过程中应特别注意避免对试样造成污染。如果试样是通过切割从较大的碎片中取出的，则应注意防止加热、聚合物取向或任何其他可能改变试样性能的影响，应避免可能改变试样的热历史的操作，如研磨等。完成制样后，关闭样品舱，氮气吹扫至少 10min 后，按照仪器使用规则和所需程序进行设定、测试。

三、 主要试验验证分析

由于 FSC 技术的制样过程的特殊性以及实验过程参数众多的独特性，我们难以对设备校准步骤进行一一验证。经过调研和前期试验，发现试样质量是影响试验结果的主要因素，故我们选择该变量进行重点验证。选定一种牌号的样品，制备质量有明显差异的试样，并对其进行不同速率的升降温试验。之后进行数据整合，对比不同质量试样，在不同升降温速率下的熔融温度、结晶温度、熔融焓值以及玻璃化转变温度等；同时也将对比质量相近试样在不同设备下的结果差异。

具体试验步骤如下：

- 1.对仪器进行程序设定，并设置实验参数，（不同升降温速率）
- 2.样品制备：两样品应具有明显质量差异。
- 3.启动温度程序，并根据需要记录热流速率数据与温度或时间的关系。
- 4.测量终止后，应重新检查试样的正确定位，如果试样或参比样品在传感器有效区域内扩散或（部分）移动到传感器有效区域之外，则应重复测试。建议在测试前后对试样进行摄影记录。
- 5.选取合适速率下的热流曲线，按照熔融比热法，结合 DSC 实验结果，分别确定样品的质量。

6.得到样品的不同升降温速率下熔融温度、结晶温度、熔融焓值以及玻璃化转变温度。

按照试验验证方案规定的验证试验项目要求，5家参编单位参与验证试验，验证试验样品为管材用聚丙烯专用料。目前验证试验数据还在陆续收集中。

四、 国外标准采用情况及与国外产品对比情况

等同采用国际标准 ISO 23976:2021，Plastics — Fast differential scanning calorimetry (FSC) — Chip calorimetry。

五、 作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议作为推荐性标准。

建议标准实施日期为：自发布起6个月。

六、 与有关的现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

本标准的制定符合国家相关的产业振兴规划和现行的法律、法规。因本标准系在国内外首次制定，故其不涉及与相关标准的关系，也不涉及知识产权等问题。

七、 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、 贯彻实施标准的措施和建议

建议在相关行业会议上介绍该标准的内容，使业内各企业熟悉该标准。

九、 修订或废止其他有关标准的建议及说明

无。

十、 其它应予说明的事项

无。

标准编制工作组

2025年4月