

中华人民共和国国家标准

物质热稳定性的热分析试验方法

GB/T 13464—92

Thermal analysis test methods for
thermal stability of materials

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用差热分析仪和(或)差示扫描量热计评价物质热稳定性的热分析方法所用的试样和参比物、试验步骤和安全事项等一般要求。

本标准适用于在惰性或反应性气氛中、在 $-50\sim 1\,000^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内有焓变的固体、液体和浆状物质热稳定性的评价。

2 术语

2.1 物质热稳定性

在规定的条件下,物质受热(氧化)分解而引起的放热或着火的敏感程度。

2.2 焓变

物质在受热情况下发生吸热或放热的任何变化。

2.3 焓变温度

物质焓变过程中的温度。

3 方法原理

本方法是用差热分析仪或差示扫描量热计测量物质的焓变温度(包括起始温度、外推起始温度和峰温)并以此来评价物质的热稳定性。

4 仪器和材料

4.1 仪器

差热分析仪(DTA)或差示扫描量热计(DSC);程序升温速率在 $2\sim 30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 范围内,控温精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$,温差或功率差的大小在记录仪上能达到 $40\%\sim 95\%$ 的满刻度偏离。

4.2 样品容器

坩埚:铝坩埚、铜坩埚、铂坩埚、石墨坩埚等,应不与试样和参比物起反应。

4.3 气源

空气、氮气等,纯度应达到工业用气体纯度。

4.4 冷却装置

冷却装置的冷却温度应能达到 -50°C 。

4.5 参比物

在试验温度范围内不发生焓变。典型的参比物有煅烧的氧化铝、玻璃珠、硅油或空容器等。在干燥器中储存。

国家技术监督局1992-06-01批准

1992-12-01实施

5 试样

5.1 取样

对于液体或浆状试样,混匀后取样即可;对于固体试样,粉碎后用圆锥四分法取样。

5.2 试样量

试样量由被测试样的数量、需要稀释的程度、Y轴量程、焓变大小以及升温速率等因素来决定,一般为1~5 mg,最大用量不超过50 mg。如果试样有突然释放大量潜能的可能性,应适当减少试样量。

6 试验步骤

6.1 仪器温度校准按附录A进行,校准温度精度应在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 范围内。

6.2 将试样和参比物分别放入各自的样品容器中,并使之与样品容器有良好的热接触(对于液体试样,最好加入试样重量20%的惰性材料,如氧化铝等)。将装有试样和参比物的样品容器一起放入仪器的加热装置内,并使之与热传感元件紧密接触。

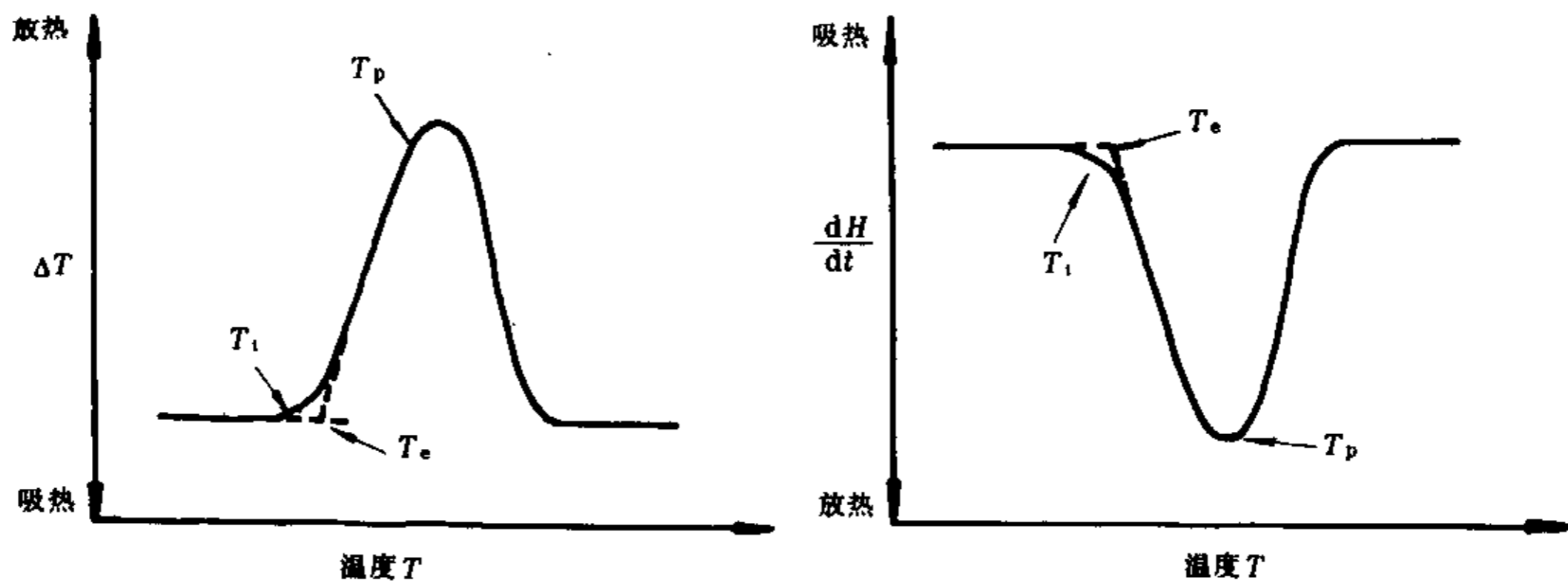
6.3 接通气源,并将气体流量控制在10~50 mL/min的范围内(如果在静止状态下进行测量,则不需要通气)。

6.4 根据所用试样的性质来确定试验温度范围。

6.5 按4.1条的要求调整Y轴量程。

6.6 启动升温控制器,控制升温速率在10~30 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的范围内,记录温差 ΔT (或功率差 dH/dt)与温度 T 的关系曲线,即DTA曲线(或DSC曲线)(如图1a、1b)。

6.7 如果以10~30 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率进行测量而不能将峰分辨开时(如图2a、2b),可以采用低于10 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率。



a 典型的 DTA 放热曲线

b 典型的 DSC 放热曲线

图 1