

ICS 75.080

E 30

SH

中华人民共和国石油化工有限公司行业标准

NB/SH/T 0859—2013

化学物质热稳定性的测定 热分析法

Standard test method for the thermal stability of chemicals by thermal analysis

2013-06-08 发布

2013-10-01 实施

国家能源局 发布

前 言

本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM E537 -07 《差示扫描量热法测定化学物质热稳定性的标准》。

本标准与 ASTM E537 -07 的技术性差异及其原因如下：

- 本标准增加了用差热分析法（DTA）测试化学物质热稳定性的试验方法，并推荐了设备和条件，DTA 是我国石化行业最常用的化学物质热稳定性试验方法之一；
- 本标准删除了关于带压力的试验以及相关的定义、方法等，我国已有现行的石化行业标准对带压力的试验进行规范；
- 本标准将温度范围由 ASTM E537 -07 的 27℃ ~ 527℃ 修改为 27℃ ~ 1200℃，以满足对分子筛、高岭土等化合物热分析的需要；
- 本标准增加了 DTA 曲线和焓变的定义（见第 3 章）；
- 本标准增加了典型的 DTA 曲线的示意图（见图 2）；
- 本标准删除了测定起始温度的相关内容，目前我国一般采用外推起始温度和峰值温度来评价化学物质的热稳定性；
- 本标准增加了用差热分析法和差示扫描量热法测定化学物质的峰值温度的试验条件、步骤和精密度，在石化行业中峰值温度是最常用的热稳定性评价指标之一；
- 本标准中热分析仪的校正方法增加了 GB/T 13464 的方法（见第 9 章）；
- 本标准用高聚物、润滑油、润滑脂、高岭土、分子筛、钢和锌代替 ASTM E537 -07 中的叠氮化合物验证了焓变和外推起始温度的精密度，这些石化行业中常用化学物质更具有实际意义和代表性（见第 15 章）；
- 本标准增加了钢和锌试样，其具有外推起始温度和焓变的标准值，计算了实验室内和实验室间的偏差，删除了 ASTM E537 -07 中不具有标准值的叠氮化合物的相关内容（见 15.4）；
- 本标准增加了附录 A（资料性附录），给出了在 27℃ ~ 1200℃ 温度范围内的峰值温度精密度的计算结果。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会（SAC/TC280/SC1）归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准参加起草单位：中国石油化工股份有限公司催化剂长岭分公司、中国计量科学研究院、国家化学建筑材料测试中心。

本标准主要起草人：周莉、邹亢。

化学物质热稳定性的测定 热分析法

1 范围

- 1.1 本标准规定了采用差示扫描量热法（DSC）确定微量试样发生焓变的近似温度和焓值的方法，以及采用差热分析法（DTA）确定微量试样发生焓变的近似温度的方法。
- 1.2 本标准适用于以固体、液体或浆状形式存在的试样。
- 1.3 本标准适用于在惰性气体或活性气体中进行的试验，温度范围为 27℃ ~ 1200℃。
- 1.4 本标准采用国际单位制 [SI] 单位。
- 1.5 本标准的应用可能涉及某些有危险性的材料、操作和设备，但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本标准前有责任制定相应的安全和防护措施，并确定相关规章限制的适用性。特殊的安全注意事项见第 8 章。

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，仅所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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法（GB/T 6379.2—2004，ISO 5725.2:1994，IDT）

GB/T 13464 物质热稳定性的热分析试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

DSC 曲线 DSC curve

在差示扫描量热仪上记录的以热流（ Δq ）为纵坐标，以温度或时间为横坐标的连续变化的曲线（见图 1）。

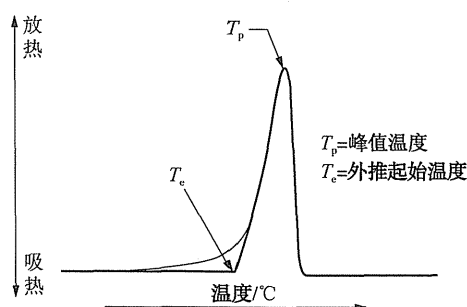


图 1 典型的 DSC 放热曲线及外推起始温度和峰值温度