



中华人民共和国国家标准

GB/T 29189—2012

GB/T 29189—2012

碳纳米管氧化温度及灰分的热重分析法

Thermo gravimetric analysis (TGA) for determination of oxidation temperature and ash content of carbon nanotubes

中华人民共和国
国家标准
碳纳米管氧化温度及灰分的
热重分析法
GB/T 29189—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

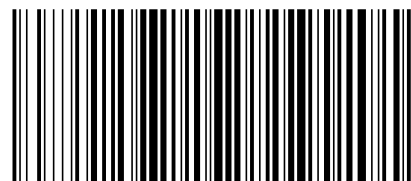
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013年4月第一版 2013年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46611 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29189-2012

2012-12-31 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 C
(资料性附录)

碳纳米管 TGA,DTG 典型曲线

C.1 经纯化处理的多壁碳纳米管 TGA,DTG 和 DTA 曲线见图 C.1。测试条件如下：
样品质量:3.89 mg;加热速度:5 °C/min;气氛:干燥空气,100 mL/min。

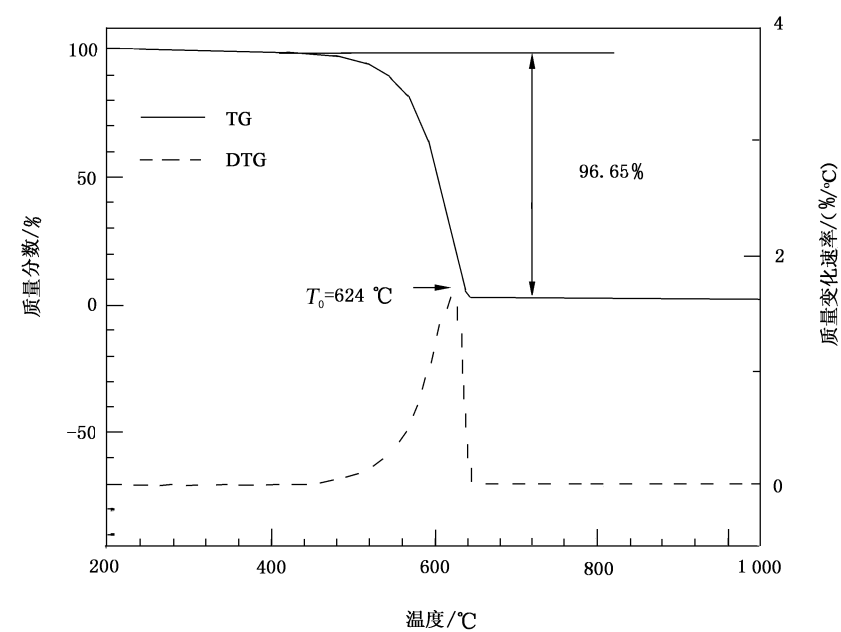


图 C.1 经纯化处理的多壁碳纳米管 TGA,DTG 和 DTA 曲线

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)提出并归口。

本标准起草单位:中国科学院物理研究所、国家纳米科学中心。

本标准主要起草人:李静波、江潮、陈景然、饶光辉。

附录 A
(规范性附录)
热重分析仪温度校正

A.1 适用范围

本试验方法适用于热重分析仪温度校正。

A.2 试剂、材料

干燥空气,露点: $< -43\text{ }^{\circ}\text{C}$; 钢(In,纯度 $>99.999\%$); 石英(SiO_2 , $>99.95\%$,粉末); 碳酸锶(SrCO_3 , $>99.95\%$,粉末); α -氧化铝($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, $>99.95\%$,粉末)。

A.3 校正条件

A.3.1 工作室气氛:流动干燥空气。

A.3.2 流速:100 mL/min(见 7.2.1)。

A.3.3 程序升温速率:5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (见 7.2.3)。

A.3.4 参比物: $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。

A.4 校正步骤

A.4.1 打开气源,启动仪器,调节工作室干燥空气流量为 100 mL/min,于 40 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 5 min;

A.4.2 低温段温度标定:取约 10 mg 钢作为样品,参比物 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 约 10 mg,在升温速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的条件下进行热分析测试。钢的 DTA 曲线有唯一的吸热峰,吸热峰的外推起始温度应为 $156.6\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3.0\text{ }^{\circ}\text{C}$;

A.4.3 中温段温度标定:取约 20 mg 石英作为样品,参比物 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 约 10 mg,在升温速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的条件下进行热分析测试。石英的 DTA 曲线在 571 $^{\circ}\text{C}$ 附近存在吸热峰,吸热峰的外推起始温度应为 $571.0\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 4.0\text{ }^{\circ}\text{C}$;

A.4.4 高温段温度标定:取约 10 mg 碳酸锶作为试样,参比物 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 约 10 mg,在升温速率 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的条件下进行热分析测试。碳酸锶的 DTA 曲线在 928 $^{\circ}\text{C}$ 附近存在吸热峰,吸热峰的外推起始温度应为 $928.0\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 4.0\text{ }^{\circ}\text{C}$;

A.4.5 根据所测得的标样的实际反应温度,依据所用仪器的操作规范校正仪器温度。

碳纳米管氧化温度及灰分的热重分析法

1 范围

本标准规定了空气气氛下测量碳纳米管氧化温度及灰分的热重分析法的原理、使用仪器、试样准备、测量步骤、数据处理和测试报告等内容。

本标准适用于利用热重分析法测定碳纳米管空气氧化特性及碳纳米管灰分含量。

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 6425—2008 热分析术语

GB/T 19619 纳米材料术语

3 术语和定义

GB/T 19619 和 GB/T 6425—2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

碳纳米管氧化温度 oxidation temperature of carbon nanotubes

T_0

碳纳米管在空气气氛下质量损失速率为最大值 $[|dm/dT|_{\max}]$ 时所对应的温度。

3.2

灰分含量 ash relative content

R_{res}

碳纳米管充分氧化后热分析仪坩锅中残余物质的质量与碳纳米管初始质量的比。

4 原理

碳纳米管热重分析是指碳纳米管试样在空气气氛中,随温度变化其物理和(或)化学变化引起试样质量的变化,用热分析仪记录试样质量与温度的关系,即热重(TGA)曲线。求质量对温度的微分得到质量变化速率 $(|dm/dT|)$ 随温度的变化关系,即微分热重(DTG)曲线。试样在空气气氛下质量损失速率最大值 $[|dm/dT|_{\max}]$ 所对应的温度定义为所测试样的氧化温度,碳纳米管充分氧化后所剩残余物的质量与碳纳米管初始质量的比定义为碳纳米管的灰分含量。

5 仪器

5.1 热重分析仪:推荐使用卧式热重(TGA)热分析仪。卧式热重分析仪可避免竖式分析仪中的烟囱效应。要求天平灵敏度优于 1 μg ,测温范围高于 1 000 $^{\circ}\text{C}$,DTA 灵敏度优于 0.01 $^{\circ}\text{C}$,量热精度 $\pm 2\%$,