SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2427—2010

进出口化学品熔融温度及熔融温度范围的测定　差示扫描量热法

Determination of melting temperature and melting temperature range of chemicals for import and export by differential scanning calorimetry

2010-03-02 发布　　2010-09-16 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

食品伙伴网http://www.foodmate.net

前　言

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中山大学。

本标准主要起草人：陈谷峰、方永康、李政军、陈强、林宏雄、张艺、翟翠萍、郑建国。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

进出口化学品熔融温度及熔融温度范围的测定　差示扫描量热法

警告——使用本标准时，可能会涉及有危险的材料、操作和设备。本标准不涉及与使用有关的所有安全问题的解决办法。本标准的使用者有责任在使用前规定适当地保证人身安全的措施并确定这些规章制度的适用性。

1　范围

本标准规定了差示扫描量热法测定进出口化学品熔融温度及熔融温度范围的方法。

本标准适用于固液相转变具有明显热效应的化学品熔融温度及熔融温度范围的测定。

本标准不适用于分解温度低于熔融温度的物质及爆炸品。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6425　热分析术语

GB/T 19466.3　塑料　差示扫描量热法　第3部分：熔融和结晶温度及热焓的测定（GB/T 19466.3—2004，ISO 11357-3:1999，IDT）

JJG 936　示差扫描热量计

3　术语和定义

GB/T 6425 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

差示扫描量热法　differential scanning calorimetry；DSC

在程序控温和一定气氛下，测量输给试样和参比物的热流速率或加热功率（差）与温度或时间关系的技术。

3.2

差示扫描量热曲线　differential scanning calorimetry curve

DSC曲线　DSC curve

由差示扫描量热仪测得的输给试样和参比物的热流速率或加热功率（差）与温度或时间的关系曲线图示。曲线的纵坐标为热流速率（heat flow rate）或称热流量（heat flow），单位为 mW（$mJ \cdot s^{-1}$）；横坐标为温度或时间，单位为℃或 t。一般习惯规定，曲线向上为正，表示放热效应；向下为负，表示吸热效应。

3.3

熔融温度　melting temperature

在本标准规定的程序下，由所测得的 DSC 曲线确定的一组特征温度（通常是熔融外推始点温度或熔融峰温），用于表示物质从固体状态向不同黏度的液态转变时的温度。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

3.4

熔融温度范围　melting temperature range

在本标准规定的程序下，由所测得的DSC曲线确定的熔融初始点温度 T_i 和熔融终点温度 T_f 之间的间隔，用于表示物质从固体状态开始熔融到完全熔化的温度范围，表示为：$T_i \sim T_f$，单位为℃。

3.5

特征温度　characteristic temperatures

3.5.1

初始点　initial point

T_i；t_i

由外推起始准基线可检知最初偏离DSC曲线的点。

3.5.2

外推始点　extrapolated onset point

T_{ei}；t_{ei}

外推起始准基线与DSC曲线峰的起始边或台阶的拐点或类似的辅助线的最大线性部分所做切线的交点。

3.5.3

峰　peak

T_p；t_p

DSC曲线与准基线差值最大处。

3.5.4

外推终点　extrapolated end point；extrapolated final point

T_{ef}；t_{ef}

外推终止准基线与DSC曲线峰的终止边或台阶的拐点或类似的辅助线的最大线性部分所做切线的交点。

3.5.5

终点　end point；final point

T_f；t_f

由外推终止准基线可检知最后偏离DSC曲线的点。

3.6

基线　baseline

无试样存在时产生的信号测量轨迹；当有试样存在时，系指试样无（相）转变或反应发生时，DSC曲线近似为零的区段。

3.6.1

仪器基线　instrument baseline

无试样和参比物，仅有相同质量和材料的空坩埚测得的DSC曲线。

3.6.2

试样基线　specimen baseline

仪器装载有试样和参比物，在反应或转变区外测得的DSC曲线。

3.6.3

准基线　virtual baseline

假定反应或转变热为零，通过反应或转变区画的一条推测的线。假定热容随温度的变化呈线性，利用一条直线内插或外推试样基线来画出这条线。如果在反应或转变过程热容没有明显变化，便可由峰的起点和终点直接连线画出基线；如果出现热容的明显变化，则可采用S形基线。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

4 原理

化学品当发生固液相转变时，通常伴随热量的吸收。差示扫描量热法能在规定的气氛及程序温度控制下，检测出输给试样在此过程中和参比物的热流速率或加热功率(差)随温度或时间的变化关系，根据所记录的DSC曲线确定化学品的熔融温度及熔融温度范围。

5 仪器

5.1 差示扫描量热仪

a) 能够进行程序温度控制，能以0.5 ℃/min～20 ℃/min的速率等速升温或降温；
b) 温度信号分辨能力在0.1 ℃内，噪声低于0.5 ℃；
c) 能自动记录DSC曲线，能对曲线进行数据分析；
d) 气体流动速率范围可控制在10 mL/min～100 mL/min，偏差不大于±10%；
e) 配备氮气(纯度99.99%以上)或其他分析级惰性气体，气体通入仪器前应采用过氯酸镁或分子筛干燥处理。

5.2 样品皿

用于装试样和参比物。样品皿应具有良好的导热性能，顶部能加盖密封，底部平整且与差示扫描量热仪放置试样和参比物的支持器接触良好，能承受在测量过程中产生的过压，而且在整个试验温度范围内不发生任何相态变化，不与试样、参比物及气氛发生任何反应。通常情况下采用铝制样品皿，特殊试样可采用铂金或陶瓷样品皿。刚买回来的样品皿测试前应先进行清洗。如铝制样品皿可先用丙酮浸泡涮洗数次，再经高温烘干后密封干燥保存备用。

5.3 分析天平

称量准确度为±0.01 mg。

6 试样

试样可为粉末、颗粒、细粒或细片状。测试前可对试样进行机械或热处理(如研磨、筛分、破碎或加热熔融消除热历史等)，在报告中则应详细描述对试样的处理。如未经申明，将以收到试样时的状态进行测量而不作任何预处理。

7 校准

按JJG 936对仪器的温度指示值进行校准。校准时所采用的条件如加热速率、仪器灵敏度、气氛及流速等应与试验时对应的条件保持一致。

8 试验步骤

接通仪器电源，开启气瓶，预热平衡时间不少于20 min。

仪器长时间没有使用或对于熔融温度易受微量水分影响的样品，测试前应将两个具有相同质量的空样品皿放置在样品支持器上，按实际测量的条件，加热到120 ℃以上，并保持在该温度3 min以上。所记录的DSC曲线应是一条直线。如果不是，应按JJG 936进行全面校准。

用分析天平在样品皿中称取0.5 mg～10 mg的试样，精确到0.01 mg。对于可能存在危险的物质，首次试验称样量应尽可能少。称样时，使试样层尽可能的薄，尽可能覆盖样品皿底部，应避免样品皿顶部边缘留有试样。用盖将样品皿密封。检查密封后的样品皿底部是否平整，如果不是或已变形，应重新制样。再次称量密封后的样品皿，精确到0.01 mg。

可选用空样品皿或与试样相当质量的α-Al_2O_3或铂片作为参比物。首次使用的α-Al_2O_3参比物应在1 000 ℃下进行2 h焙烧处理。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

小心将试样和参比物的样品皿分别置于相应的洁净支持器上。在开始升温操作之前，用惰性气体预先吹扫清洁 5 min。以快速加热的方式将试样加热到低于其预期熔融温度 50 ℃时稍作停留，然后调节气体流速为 50 mL/min，以 10 ℃/min 的速率加热试样，直到试样全部熔化为止。未知试样预期熔融温度时，可使用 10 ℃/min 的速率加热试样。经利益相关方一致同意，也可采用其他加热速率或气体流速，在报告中应予注明。对于熔融温度受热历史影响的聚合物试样，应按 GB/T 19466.3 进行测试。

测试过程中，当 DSC 曲线出现熔融终点温度后即可停止试验，以防试样在更高温度下受热分解。试验结束后，重新称量试样和皿，精确到 0.01 mg。如有显著质量损失，应怀疑试验在测试过程中发生了化学或物理变化，打开皿检查试样。如果试样发生反应，舍弃该试验结果，选择较低的上限温度重新试验。

按仪器制造商的软件操作说明处理数据。

重复进行两次试验，取其平均值。平行试验结果相差大于 1 ℃时应重新进行试验。

9 结果表示

由试验得到的 DSC 曲线确定熔融温度及其范围。根据特征温度的定义，参见附录 A，按仪器制造商的软件操作说明在 DSC 曲线上标示出每个熔融特征温度，结果修约到整数位，并报告以下值：

——熔融初始点温度 T_i，单位为摄氏度(℃)；

——外推熔融始点温度 T_{ei}，单位为摄氏度(℃)；

——熔融峰温度 T_p，单位为摄氏度(℃)；

——外推熔融终点温度 T_{ef}，单位为摄氏度(℃)；

——熔融终点温度 T_f，单位为摄氏度(℃)。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

a) 试样的全部资料信息(如名称、成分、来源、外观等)；

b) 所用 DSC 仪器类型；

c) 所用样品皿类型；

d) 所用参比物；

e) 所用气氛及流速；

f) 试样质量；

g) 试样质量变化情况；

h) 程序温度参数，应包括起始加热温度、升温速率及最终温度；

i) 试验结果的平均值；

j) 本标准编号；

k) 试验日期。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

附　录　A
（资料性附录）
熔融特征温度的标定示例

熔融特征温度的标定示意图如图 A.1 所示。连接峰开始偏离基线的两点画一条基线。DSC 曲线峰的起始边及终止边最大线性部分所做的切线与基线分别交于 T_{ei} 及 T_{ef}。

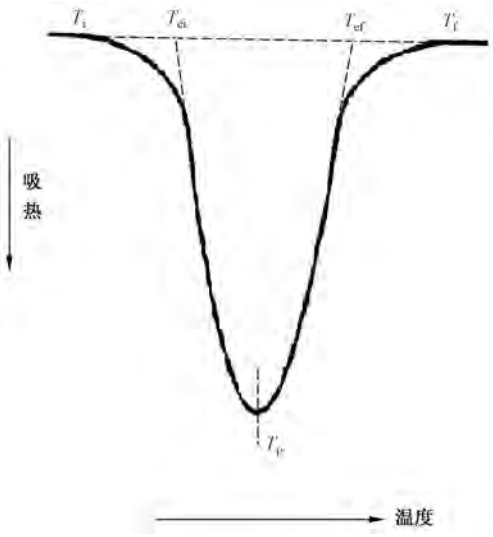


图 A.1　熔融特征温度的标定示意图

食品伙伴网http://www.foodmate.net

SN/T 2427—2010

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口化学品熔融温度及
熔融温度范围的测定 差示扫描量热法
SN/T 2427—2010
*
中 国 标 准 出 版 社 出 版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2010 年 6 月第一版 2010 年 6 月第一次印刷
印数 1—1 600
*
书号:155066·2-20939 定价 16.00 元



食品伙伴网http://www.foodmate.net