ICS 77.040.99
H 21

中华人民共和国国家标准

GB/T 1425—1996

贵金属及其合金熔化温度范围的测定 热分析试验方法

Determination of melting temperature range for precious metals and their alloys —Testing method of thermal analysis

1996-11-04 发布　　1997-04-01 实施

国家技术监督局　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

前　言

本标准参考国外相应的有关标准，结合我国的实际情况，对 GB 1425—78 进行修订而成的。

为了与国际上惯用的有关术语相一致，在修订中摒弃了“熔流点”一类俗称，而采取“熔化温度范围”(temperature range of melting)、“固相线温度”(solidus temperature)、“液相线温度”(liquidus temperature)等术语。作为温度标定使用的“标准物质”，为了与国际上有关标准相一致，更重要的还在于以'90 国际温标为基准，采用了一组由 ITS-90 定义的固定点和“第二类参考点”相应的物质作为“标定物质”，对使用的仪器设备进行温度标定，而与此相关的内容作为本标准的附录，置于标准的附录 A 中；对标准中仪器产生的热滞后温度修正所需的“热阻”值的确定方法，作为本标准的提示附录放在附录 B 中。

本标准从生效之日起，代替 GB 1425—78。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由中国有色金属工业总公司昆明贵金属研究所负责起草。

本标准主要起草人：刘雄。

中华人民共和国国家标准

贵金属及其合金熔化温度范围的测定 热分析试验方法

GB/T 1425—1996

Determination of melting temperature range for precious metals and their alloys —Testing method of thermal analysis

代替 GB 1425—78

1 范围

1.1 本标准规定了采用差热分析仪(DTA)或差示扫描量热计(DSC)测定贵金属及其合金熔化温度范围的方法。

本标准适用于熔化开始时呈现"一致性熔化过程"为特征的贵金属及其合金的固相线温度及液相线温度的测定。

1.2 本标准也适用于其余类型贵金属合金的液相线温度、其他种类金属合金的相应特征温度以及能呈现明显峰形的固相转变温度的测定。

1.3 本标准的试验温度范围取决于所采用的仪器,通常为室温～1 500℃。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6425—86 热分析术语

GB 8170—87 数值修约规则

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 一致性熔化过程 congruent melting process

在熔化过程中,液态和固态的组分比例均保持不变并相一致。如纯金属、纯净稳定化合物以及共晶合金(包括亚共晶或过共晶体系在熔化初期的共晶转变)等的熔化均属此类过程。

3.2 热阻 thermal resistance

物体阻碍热量流过能力的一种量度参数,其值等于物体两相对表面间的温度差除以热流率。该参数是定量描述测温热偶和试样之间存在热滞后状态的一个物理量,以 R_θ 表示,其量纲为℃/mW。

3.3 熔化温度范围 melting temperature range

开始熔化温度 T_i 和终了熔化温度 T_f(又称液相线温度)之间的间隔,表示为:T_i～T_f,单位为℃。

3.3.1 固相线温度 T_i solidus temperature T_i

由熔化过程中第一个峰(以"一致性熔化过程"为其特征)的外推始点温度 T_e 给出(见图 1),即 $T_i=T_e$,单位为℃。

3.3.2 液相线温度 T_f liquidus temperature T_f

国家技术监督局1996-11-04批准 1997-04-01实施

需要全本请访问 www.ertongbook.com

由熔化过程中最后一个峰值(若为单峰,则此峰既为第一个峰,也是最后一个峰)的峰温 T_p(见图 1)和按附录 B 中得到的热滞后修正值 L_c 给出,由公式 $T_f=T_p-L_c$ 确定,单位为℃。

3.4 除上述术语外,其他热分析术语应符合 GB 6425 的规定。

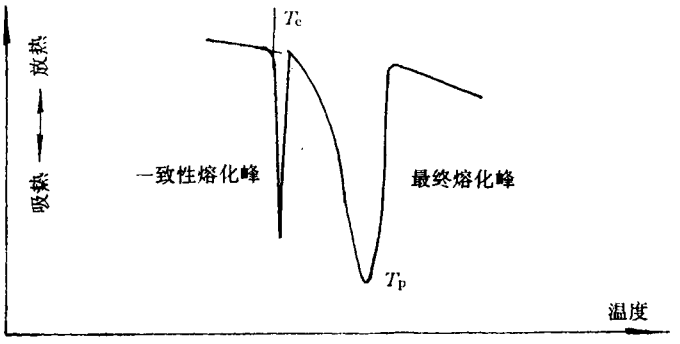


图 1 金属合金熔化过程的典型热分析曲线示意图

4 方法原理

贵金属及其合金当发生固-液相转变时,必然伴随熔化潜热的吸收。差热分析法(DTA)和差示扫描量热法(DSC)能在程序控制温度下,检测出试样在此过程中与参比物的温差和内能的变化情况。因此,采用 DTA 和 DSC 对试样的整个熔化过程进行动态扫描试验,可方便、准确地测定出试样的熔化温度范围。

5 测试仪器

5.1 热分析仪器

可采用下述两种仪器中的任意一种进行试验。

5.1.1 差热分析仪(DTA):最大加热速率不低于 10℃/min,具有足够的精度和调整机构,使试样熔化时试样与参比物温差产生的熔化峰,能自动记录在记录图纸的 10%～90%分度范围内。温度曲线的读数精度为:低于 300℃时不低于±0.5℃,300℃～700℃时为±1℃;高于 700℃～1 500℃时为±2℃。

5.1.2 差示扫描量热计(DSC):最大加热速率不低于 10℃/min,具有足够的精度和调整机构,使试样熔化时输入到试样和参比物间的能量差产生的熔化峰,能自动记录在记录图纸的 10%～90%分度范围内。温度曲线的读数精度为:低于 300℃时不低于±0.5℃,300℃～700℃时为±1℃,高于 700℃～1 500℃时为±2℃。

5.2 分析天平

最大称量大于 20 mg,感量低于 0.01 mg。

5.3 试样皿

由铝或其他高导热金属、硼硅酸盐玻璃、熔融氧化铝、熔融石英等材质制成,要求其(或坩埚)在整个试验温度范围内不发生任何相态变化,不与参比物或试样发生任何反应。

6 试样制备

6.1 试样应具有代表性。

6.2 在不影响试验的前提下,可采用振动填装、成型、挤压等方式提高试样与试样皿之间的热传导能力。

6.3 未经申明,试样将以收到时的状态进行测量,而不作任何预处理。

6.4 若要求分析前对试样进行机械或热方面的处理，则应在报告中注明相应的处理方式、过程及条件；对于某些热处理，还应记录处理前后的质量损失情况。

6.5 试样不应被稀释。在仪器灵敏度和基线稳定性允许的情况下，建议采用较少量的试样进行试验。

7 试验程序

7.1 标定

7.1.1 在标定的温度范围，选用附录 A 中的标定物质，对仪器的温度指示值进行校准。

7.1.2 标定时所选用的仪器灵敏度、加热速率、环境气氛、气体流速、曲线记录速度等条件应与试验时对应的条件相一致。

7.1.3 在某标定物质定点温度下，仪器温度指示的修正值由附录 A 中对应熔化温度与标定曲线熔化峰的外推始点温度的差值确定。

7.1.4 仪器标定周期按所选用设备的要求进行。

7.2 试验测定

7.2.1 接通热分析仪器电源，仪器预热时间不少于 20 min。

7.2.2 用分析天平，称取质量为 2～20 mg 的试样放于相应的试样皿中，称量精度为 0.01 mg。

7.2.3 根据试样情况，选用 α-Al_2O_3 或铂片作为参比物。为确保参比物的“热中性”特征，首次使用的参比物，应在不低于 1 000℃温度下进行 2 h 焙烧处理。

7.2.4 将盛有试样和参比物的坩埚，分别置于洁净支架上的相应位置，并详细记录试样的填装情况。

7.2.5 在整个试验过程中，试样的环境气氛应保持一致。

若为“大气”环境，则规定为等压自发对流状态；若采用惰性保护气氛，将样品室冲洗干净后，供给气体的流量应不大于 50 mL/min(在 1atm. 下)。

对精度更高的测量，应控制气氛的湿度。若为“大气”，应使用过氯酸镁等物质进行干燥；若为其他气氛，也应作类似的干燥处理。

7.2.6 选择适宜的仪器灵敏度，使试样熔化过程中产生的相应熔化峰，能记录于记录图纸的 10%～90%分度范围内。

7.2.7 采用快速加热的方式，将试样先加热到低于开始熔化温度约 50℃时作少许停留，然后再以 10℃/min 的速率加热试样，直至试样全部熔化为止。

对未知试样，推荐使用 10℃/min 的加热速率。

采用其他加热速率时，在报告中应予注明。

7.2.8 试验结束后，重新称重试样，记录其质量变化情况。

7.2.9 每一试样至少应作两次试验。

7.2.10 为了避免“过冷”现象对测定结果的影响，在通常情况下，规定试验只在加热条件下进行。

8 试验结果表述

8.1 根据试验得到的热分析曲线，确定开始熔化峰的外推始点，测量其相应温度作为开始熔化温度 T_i。

8.2 测量出上述同一熔化曲线的最后一个峰的峰温 T_p。

8.3 对 8.2 条中确定的 T_p 值按附录 B 进行热滞后修正，求出 L_c。

8.4 按下式计算终了熔化温度 T_f：

$$T_f = T_p - L_c \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：T_f——液相线温度，℃；

T_p——最后一个峰值的峰温，℃；

L_c——热滞后温度修正值，℃。

8.5 由于仪器、测量、试验条件等因素的影响，热分析得到的最终数据以整数度数报告，各数值的修约按 GB 8170 进行。

9 试验报告

9.1 试验报告应包括下列内容：

a) 试样的名称、成分、来源；

b) 试样的(加工、热处理)状态；

c) 试样的尺寸(或形状、粒度)、质量；

d) 试样的填装、安置情况；

e) 测量分析方法和使用的仪器型号、名称；

f) 加热速率(℃/min)；

g) 气氛种类、成分、纯度、气压、流量、湿度等；

h) 参比物名称、成分、来源、状态；

i) 使用的样品皿的材质；

j) 注明在制样、装机、测量及数据处理等各个阶段出现的各种异常情况；

k) 给出最终试验结果：

开始熔化温度 T_i，℃；

终了熔化温度 T_f，℃；

l) 本标准编号；

m) 试验人员及日期。

附 录 A
（标准的附录）
标定物质及其熔化温度

标定物质	ITS-90 定点类型	熔化温度，℃
汞	固定点	−38.834 4
水	第二类参考点(冰点)	0.00
二苯醚	第二类参考点(三相点)	26.87
苯甲酸	第二类参考点(三相点)	122.37
铟	固定点	156.598 5
锡	固定点	231.928
铋	第二类参考点	271.442
镉	第二类参考点	321.108
铅	第二类参考点	327.502
锌	固定点	419.527
锑	第二类参考点	630.755
铝	固定点	660.323
银	固定点	961.78
金	固定点	1 064.18
铜	固定点	1 084.62
镍	第二类参考点	1 455
钴	第二类参考点	1 495
钯	第二类参考点	1 554
铂	第二类参考点	1 769
铑	第二类参考点	1 963
铱	第二类参考点	2 447

注

1 某些物质具有几种不同的结晶形态(例如锡)，诸标定物质在其熔化之后应废弃，不再使用。

2 某些物质(例如镉)，在其熔化温度下具有较高的蒸汽压，对人体和仪器设备有害，应予注意。

3 熔化温度采用 ITS-90 国际温标规定的定点温度。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

附 录 B
（提示的附录）
热阻测定热滞后温度修正方法

B1 根据需测热阻的温度范围，选择附录 A 中的一种高纯金属（纯度高于 99.99%），采用与测定试样时相同条件，测出其熔化吸热峰（见图 B1）。

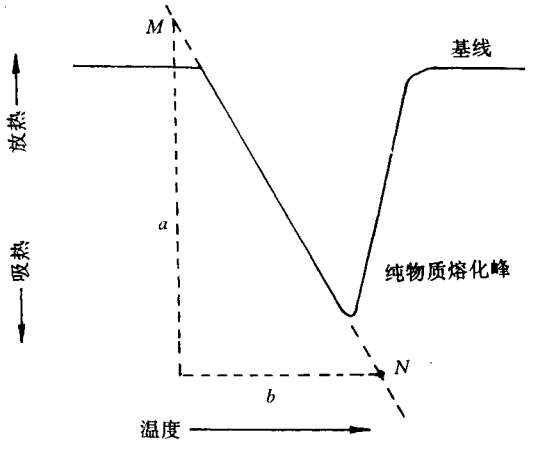


图 B1 高纯物质熔化峰的示意图

B2 延长熔化峰前沿的直线段，在其上任取便于测量横、纵坐标差的两点 M、N。

B3 测出 M 和 N 两点间横坐标差的绝对值 b，纵坐标差的绝对值 a。

对于 DSC 曲线，a 的单位为 mW；b 的单位为℃；

对于 DTA 曲线，a 的单位为℃；b 的单位为℃。

B4 将 a、b 的值代入公式(B1)中即可求出热阻 R_o 的数值。

$$R_o = b/a \qquad \cdots\cdots (B1)$$

式中：R_o——热阻，在 DSC 情况下，其单位为℃/mW；

在 DTA 情况下为无量纲量值。

B5 热滞后修正值按公式(B2)计算：

$$L_c = S \times H \times R_o \qquad \cdots\cdots (B2)$$

式中：L_c——热滞后修正值，℃；

S——试验时的仪器灵敏度，DSC 时为 mW/cm；DTA 时为℃/cm；

H——熔化过程中最后一个峰的峰高，cm；

R_o——热阻，DSC 时为℃/mW；DTA 时为无量纲量值。

B6 每次热阻应作两次测量，测定周期按仪器有关规定执行。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
**贵金属及其合金熔化温度范围的测定
热分析试验方法**
GB/T 1425—1996
*
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
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经售
版权专有　不得翻印
*
开本 880×1230　1/16　印张 3/4　字数 14 千字
1997年6月第一版　1997年6月第一次印刷
印数 1—1 000
*
书号:155066·1-13664　定价 10.00 元
*
标 目 309—06

GB/T 1425-1996