ICS 81.060.01
Y 24

中华人民共和国国家标准

GB/T 6297—2002

陶瓷原料差热分析方法

Standard test method for differential thermal analysis of row materials of ceramic

2002-06-13 发布　　2002-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

前　　言

本标准是对GB/T 6297—1986《日用陶瓷原料差热分析方法》的修订。

本标准自实施之日起，同时代替GB/T 6297—1986。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国陶瓷标准化中心归口。

本标准起草单位：中国轻工业陶瓷研究所、九江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：潘芷孙、李锋、陈本兴、姜明、章茂森。

中华人民共和国国家标准

陶瓷原料差热分析方法

GB/T 6297—2002

代替 GB/T 6297—1986

Standard test method for differential thermal analysis of row materials of ceramic

1 范围

本标准规定了差热分析中的条件、步骤及方法。

本标准适用于陶瓷原料。

2 方法提要

记录试样与惰性物料在相同条件下的受热过程中，随时间或温度变化所产生的温度差，从而获得差热曲线，根据曲线对物质进行分析鉴定。

3 仪器设备及性能要求

3.1 差热分析仪

3.1.1 温度控制系统应能使炉温按给定的速率均匀稳定地升温或降温，并保证其速率有良好的直线性。

3.1.2 温度记录仪的精度不得低于 0.5 级。

3.1.3 空白试验：即试样和参比样为 α-Al_2O_3（或烧结氧化镁），在量程为 100 μV/满量程时，基线漂移允许在±5%以内。应经常用空白试验来检查差热基线，以判断仪器是否符合上述标准。

3.2 坩埚若干个。

3.3 分析天平一台，感量万分之一克。

3.4 玛瑙研钵一只，刚玉研钵一只。

3.5 筛网孔为 0.154 mm 的标准筛一只。

4 仪器的温度标定及分辨率检查

4.1 温度标定

4.1.1 选择表 1 提供的标准物质（无标准物质时可用不低于化学纯试剂代替），细度参照样品细度。

4.1.2 进行温度标定时，用 α-Al_2O_3（或烧结氧化镁）作参比样，制法见 5.1.2，试样应在干燥器内干燥 24 h 以上。

表 1 标准物质的温度标准

物质	平衡温度/℃	DTA 平均温度/℃	
		起始温度点	峰温度点
KNO_3	127.7	128±5	135±6
In	157	154±6	159±6
Sn	231.9	230±5	237±6

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2002-06-13 批准　　2002-12-01 实施

表 1(完)

物质	平衡温度/℃	DTA 平均温度/℃	
		起始温度点	峰温度点
$KClO_4$	299.5	299±6	309±8
Ag_2SO_4	430	424±7	433±7
SiO_2	573	571±5	574±5
K_2SO_4	583	582±7	588±6
K_2CrO_4	665	665±7	673±6
$BaCO_3$	810	808±8	819±8
$SrCO_3$	925	928±7	939±9

4.2 仪器分辨率的检查

取不低于化学纯度的二氧化硅与硫酸钾,按质量比为 4∶1 的比例均匀混合后作差热曲线,仪器应能明显地分辨出两个热效应的反应峰。

5 试样及参比样的制备

5.1 试样制备

5.1.1 按四分取样法则,取试样约 15 g 在实验室风干后,再从中取约 2 g 用玛瑙钵研细至全部通过孔径为 0.151 mm 的标准检验筛,然后将已研细的试样置于盛有适量硝酸镁[$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$]饱和溶液的干燥器内平衡至少四天。

5.1.2 烧结温度低、熔点低、收缩大、反应前后热容变化较大及热效应过大的试样,可用适量的 α-Al_2O_3(或烧结氧化镁)加以稀释,稀释时应均匀混合。

5.2 参比样制备

用 α-Al_2O_3(或烧结氧化镁)作参比样,将不低于化学纯的 α-Al_2O_3(或烧结氧化镁)置于电炉内,于 1 450℃以上高温焙烧 2 h～3 h 然后用刚玉研钵研细至全部通过孔径 0.154 mm 的标准筛,保存在磨口瓶内备用。

6 操作步骤

6.1 根据仪器所需样品量的多少,称取适量的参比样分次装入参比样坩埚,每次添加后将坩埚在工作台上轻轻地震敲数次,以使其装填致密。

6.2 按试样量装入坩埚后的体积与参比样的体积基本相等的原则,取适量的试样,并按照装参比样同样的方式装入试样坩埚,若试样反应前后热容变化较大,引起明显基线漂移时,可按 5.1.2 的方法进行处理,以减弱上述影响。

6.3 仪器的程序控温速率,可在 5℃/min～20℃/min 的范围内选定,一般取 10℃/min。

6.4 根据仪器的类型和试样热效应的强烈程度调整差热量程,以保证能完整地记录热效应的反应峰形。

6.5 根据仪器的类型和分辨率的高低,确定仪器的走纸速度。

6.6 按仪器的操作规程启动仪器。

6.7 记录差热曲线。

7 结果分析

将试样的差热曲线与其标准(或纯矿)的曲线进行对比,也可结合同试样的其他分析测试结果,根据曲线的特征,吸热与放热峰的温度和峰的形状等,对试样作出分析鉴定。

8 报告内容

报告内容应包括以下项目：

a）试样的编号、名称、送样单位、用量及试验前后的状态描述；

b）所用参比样的名称及来源，若试样经稀释，则应注明稀释介质的种类与比例；

c）仪器型号、坩埚材质、差热电偶的材质与形状；

d）程序控温速率、差热量程和走纸速度；

e）试验气氛，如是动态应注明气体流量；

f）试样的差热曲线；

g）差热曲线的分析结果；

h）其他需要说明的情况。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国
国家标准
陶瓷原料差热分析方法
GB/T 6297—2002
*
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:68523946 68517548
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
*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8千字
2002年10月第一版 2002年10月第一次印刷
印数 1—1 000
*
书号:155066·1-18777 定价 8.00元
网址 www.bzcbs.com
*
科目 618—404

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

GB/T 6297-2002