ICS 77.040.99

H21  

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-201X



有色金属材料 比热容试验

差示扫描量热法

**Nonferrous metal materials- Specific Heat Capacity testing-**

**Differential Scanning Calorimetry**

（送审稿）

 201X－XX－XX 发布 201X－XX－XX实施 

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

[1 范围 1](#_Toc494391768)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc494391769)

[3 术语和定义 1](#_Toc494391770)

[4 方法提要 1](#_Toc494391771)

[5 仪器及材料 1](#_Toc494391772)

[6 样品 2](#_Toc494391773)

[7 校准 2](#_Toc494391774)

[8 试验程序 2](#_Toc494391775)

[9 计算 3](#_Toc494391776)

[10 试验报告 4](#_Toc494391777)

前 言

本标准是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准主要起草单位：

本标准主要起草人：

# 有色金属材料 比热容试验

# 差示扫描量热法

# 1 范围

本标准规定了采用差示扫描量热法测定有色金属材料比热容的试验方法。

本标准适用于检测有色金属材料比热容的温度范围为室温~700℃，可根据仪器的类型进行扩展。

# 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 热分析术语

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 936-2012 示差扫描热量计检定规程

# 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

比定压热容 specific heat capacity at constant pressure

*C*p

在恒定压力下，单位质量的样品单位温升所吸收的热量，为比定压热容，简称比热容。

[GB/T 6425 ，3.5.6.5]

# 4 方法提要

在程序控制温度范围内，通过测量样品、标准蓝宝石与仪器基线之间的热流差或功率差随温度变化的曲线（热流曲线图），计算出样品的比热容。

# 5 仪器及材料

5.1差示扫描量热仪

仪器应配备：炉体、温度传感器、差动传感器、温度控制器、气体流量控制器、数据采集系统等。若进行低温试验，应配备液氮冷却或机械制冷装置。

5.1.1炉体

炉体能够以恒定的速率加热或冷却样品和参比物及保持两者恒温。

5.1.2温度传感器

温度传感器的分辨率不低于0.01℃。

5.1.3差动传感器

能检测到样品和参比物之间至少1 μW的热流差。

5.1.5温度控制器

10℃/min～20℃/min范围之内升温速率变化的精度为0.1℃/ min，恒温段的精度为0.1℃。

5.2天平

十万分之一天平。

5.3坩埚

测试的最高温度＜600℃，使用铝坩埚、铜坩埚或铂坩埚等其他高导热性的坩埚；最高温度≥600℃，使用铂坩埚和铂+氧化铝双层坩埚。

5.4蓝宝石标样

人工合成片状蓝宝石(**α**-Al2O3)。

5.5吹扫气体

氮气或其它惰性气体，气体纯度应为体积分数99.99%及以上。

# 6 样品

6.1 为保证样品产生的热流或热功率信号与标样的接近，即样品的比热容与质量的乘积与标样比热容（已知）与质量（已知）接近，表示为*C*p(S)\*ms≈*C*p(RM)\*mRM。测试前，应预估样品在室温下的比热容，计算出所需要的样品质量。

6.2建议选择的样品形状与标样的一致，蓝宝石标样一般为圆片状，因此建议样品加工成片状。

6.3对于片状样品的制备和加工，应使用线切割等机加工手段。制备的样品表面应最大程度地与坩埚底部接触。样品表面应光滑、洁净，不应有机械损伤。

6.4由于测试的样品质量是毫克级的，样品成分的不均匀或取样位置不同会对结果产生影响。建议加测平行样或多次测量取平均值。

6.5 对水汽敏感或氧化敏感的材料，测试前应采取相应的措施避免吸水或氧化。

# 7 校准

7.1按照JJG 936-2012检定规程中的方法进行校准，选择至少两种熔融温度处于或接近待测温度范围的标准物质。校准的试验步骤与样品的保持一致。

7. 2温度的校准

7.2.2对仪器温度的示值误差进行检验，第1，2次仪器测得的标准物质熔融温度的平均值与标准物质标准值之差不大于±3℃；

7.2.2对仪器温度的重复性进行检验，第1，2次仪器测得的标准物质熔融温度之差不大于1℃。

7.3热流的校准

7.3.1对仪器热流的示值误差进行检验，第1，2次仪器测得的标准物质熔化热焓的平均值与标准物质标准值之差不大于±8%；

7.3.2对仪器热流的重复性进行检验，第1，2次仪器测得的标准物质熔化热焓之差不大于2%。

# 8 试验程序

8.1基线（空白）的测量

8.1.1称取两套“坩埚＋盖子”的质量，尽可能地保持质量匹配。

8.1.2将两套空白的坩埚放入设备中，使用氮气或其它惰性气体以10mL/min~50mL/min速率吹扫炉腔。

8.1.3先以较慢的速率将温度加热或冷却到初始温度，初始温度应高于室温20℃（高温试验）或低于最低测试温度20℃（低温试验），保温10min~15min；再以10℃/min速率将样品从初始温度加热到最终设定温度，保温10min~15min。前后两段保温时间一致。可以使用其它升温速率，但应在报告中注明。

8.1.4基线测量结束后，将温度降至室温。

8.2 蓝宝石标样的测量

8.2.1称量10mg～100mg的标样，精确到±0.01mg。

8.2.2把标样放入测试坩埚内。

8.2.3按照8.1.3-8.1.4继续操作。

8.3 待测样品的测量

8.3.1称量20 mg~150mg的样品，精确至±0.01mg。

8.3.2把待测样品放到与标样相同的坩埚内。

8.3.3空白样品坩埚和样品使用的坩埚相同，将简化计算。若使用两种不同的样品坩埚，应对两个不同样品坩埚的质量差异进行修正。请参考9.3。

8.3.4重复8.1.3~8.1.4步骤。

8.4每次开机测试前，均需进行基线及蓝宝石标样的测试，测试完成后的同一天内可连续进行多个样品的测试；隔天进行测试时，需要重新测试基线和蓝宝石标样。

# 9 计算

9.1测量蓝宝石标样与基线在某一温度点*T*的距离，记为*D*RM；测量样品与基线在某一温度点*T* 的距离，*D*S。见图1。



图中：*D*S *——*样品与基线在某一温度点*T* 的距离

*D*RM *——*蓝宝石标样与基线在某一温度点*T*的距离

图1 样品的热流曲线示意图

9.2样品和蓝宝石标样使用相同的坩埚，且与空白坩埚间的质量差≤0.1%*m*S的样品质量，比热容的计算公式，见公式（1）：

…………………………………(1)

式中：

*C*p(S) *——*样品的比热容，单位为焦耳每克开尔文（J/(g·K)）；

*C*p(RM) *——*蓝宝石标样的比热容，单位为焦耳每克每开尔文（J/(g·K)）；

*D*S*——*给定温度下样品热分析曲线与样品坩埚曲线之间的垂直距离，单位为毫瓦（mW）；
*D*RM*——*给定温度下蓝宝石热分析曲线与样品坩埚曲线之间垂直距离，单位为毫瓦 （mW）；

*m*S*——*样品的质量，单位为毫克（mg）；

*m*RM*——*标样的质量，单位为毫克（mg）。

9.3若样品与蓝宝石使用非同一坩埚，样品坩埚*m*cs与蓝宝石坩埚*m*cRM之间的质量差为△*m*，则比热容的计算公式，见公式（2）：

………………………(2)

式中：

*C*p(c)*——*坩埚材质的比热容，单位为焦耳每克开尔文（J/(g·K)）；

△*m ——*样品坩埚*m*cs与蓝宝石坩埚*m*cRM之间的质量差, 单位为毫克（mg）。

# 10 试验报告

报告应包含以下内容:

a) 本标准的编号；

b) 样品的相关信息（如材料的名称、牌号、形状规格、状态、标识等）；

c) 坩埚的类型；吹扫气的成分、流量及纯度；

d) 测试仪器的名称和类型；

e) 注明试验条件，如升温速率、保温时间；

f) 某一温度下的比热容，例如：

*C*p(100℃)为100℃下的比热容；

g) 试验结果按照GB/T 8170进行数值修约，保留到小数点后第三位。