

## 中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0589.3—2020  
代替 JY/T 014—1996

### 热分析方法通则 第 3 部分：差示扫描量热法

General rules of analytical methods for thermal analysis—  
Part 3: Differential scanning calorimetry

2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



## 目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 测试方法原理	2
5 测试环境要求	3
6 试剂或材料	3
7 仪器	3
8 样品	5
9 分析测试	5
10 结果报告	6
11 安全注意事项	8
参考文献	9





## 前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

JY/T 0589《热分析方法通则》分为以下部分：

- 第 1 部分：总则；
- 第 2 部分：差热分析；
- 第 3 部分：差示扫描量热法；
- 第 4 部分：热重法；
- 第 5 部分：热重-差热分析和热重-差示扫描量热法；
- ……

本部分为 JY/T 0589 的第 3 部分。

本系列标准中第 1 至 5 部分代替 JY/T 014—1996《热分析方法通则》，本部分代替 JY/T 014—1996 中差示扫描量热法部分内容。与 JY/T 014—1996 相比，本部分除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准的适用范围(见第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了术语和定义(见 3.1-3.7)；
- “测试方法原理”部分，增加了“差示扫描量热法原理”、“热流式 DSC 仪的工作原理”和“功率补偿式 DSC 仪的工作原理”部分内容(见第 4 章)；
- 增加了“测试环境要求”部分内容(见第 5 章)；
- “试剂或材料”部分，修改了“参比物”和“标准物质”部分的内容，增加了 DSC 测试“参比物”的内容(见 6.1)，增加了“DSC 坩埚”部分内容(见 6.4)；
- “仪器”部分，增加了“热流式 DSC 仪的结构框图”和“功率补偿式 DSC 仪的结构框图”(见 7.1.2、7.2.1)，并完善了各组成部分的介绍，增加了“数据采集及处理系统”、“仪器辅助设备”、“校准”部分的内容；(见 7.1.2、7.2.2、7.4)；删除了“计算机系统”、“记录及显示”部分的内容(见 1996 年版 6.1.5、6.1.6)；
- 完善了“样品”部分的内容(见第 8 章)；
- “分析测试”部分，将原版本中的“温度校正和热量校正”部分内容(见 1996 年版 8.2.1、8.2.3)移至“仪器部分”(见 7.4)；增加了“测试条件的选择”部分内容(见 9.2)；结合大多数实验室在用仪器的特点和操作流程重新编写了“实施步骤”部分的内容(见 9.3)；
- “结果报告”部分，增加了“DSC 曲线特征物理量的表示方法”、“DSC 曲线的规范表示”部分的内容(见 10.1、10.4)；原版本中“测试报告”(见 1996 年版 9.2)标题改为“分析结果的表述”并完善了内容(见 10.3)；
- 修改并扩充了“安全注意事项”部分的内容(见第 11 章)；
- 增加了参考文献(见参考文献)。

本部分由中华人民共和国教育部提出。

本部分由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本部分起草单位：中国科学技术大学、西南科技大学、北京大学、浙江大学、山东理工大学。

本部分主要起草人：丁延伟、郭宝刚、章斐、陈林深、白玉霞、常伟伟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- JY/T 014—1996。

## 引 言

物质在一定的温度或时间范围变化时,会发生某种或某些物理变化或化学变化,这些变化会引起物质的温度和热焓等物理性质不同程度的改变,使用热分析技术可以研究这些与温度或时间有关的物理性质的变化。

热分析技术是在程序控制温度和一定气氛下,测量物质的物理性质随温度或时间变化的一类技术。按测量的物理性质不同,已发展成为相应的热分析技术。JY/T 0589 的本部分规范了热分析方法中的常用的差示扫描量热法,可作为教育行业实验室使用差示扫描量热仪进行分析测试的标准依据和检验检测机构资质认定的立项依据。



# 热分析方法通则

## 第3部分：差示扫描量热法

### 1 范围

JY/T 0589 的本部分规定了使用差示扫描量热法的测试方法原理、测试环境要求、试剂或材料、仪器、测试样品、测试步骤、结果报告和安全注意事项。

本部分适用于通用的差示扫描量热仪对物质进行热分析。

### 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 8170—2008 数值修约规则与极限的表示与判定

JY/T 0589.1—2020 热分析方法通则 第1部分:总则

JY/T 0589.2—2020 热分析方法通则 第2部分:差热分析

### 3 术语和定义

GB/T 6425—2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了GB/T 6425—2008 中的某些术语和定义。

#### 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。

[GB/T 6425—2008,定义 3.2.9]

#### 3.2

**热流式差示扫描量热法** heat flux-type differential scanning calorimetry

按程序控温改变试样和参比物温度时,测量与试样和参比物温差相关的热流速率与温度或时间关系的技术。

#### 3.3

**功率补偿式差示扫描量热法** power compensation-type differential scanning calorimetry

在程序控温并保持试样和参比物温度相等时,测量输给试样和参比物的加热功率(差)与温度或时间关系的技术。

[GB/T 6425—2008,定义 3.2.9.2]

#### 3.4

**差示扫描量热仪** differential scanning calorimeter

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仪器。

[GB/T 6425—2008, 定义 3.3.4]

### 3.5

**功率补偿式差示扫描量热仪 power compensation-type differential scanning calorimeter**

在程序控温下,当出现热效应时,为保持试样和参比物的温度近乎相等需做功率补偿,该仪器是测量输给两者加热功率差的仪器。

[GB/T 6425—2008, 定义 3.3.4.1]

### 3.6

**热流式差示扫描量热仪 heat flux-type differential scanning calorimeter**

在程序控温下,测量与试样和参比物温差成比例流过热敏板的热流速率的仪器。

### 3.7

**差示扫描量热曲线 differential scanning calorimetric 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。曲线的纵坐标为称热流(heat flow);横坐标为温度或时间。得到的曲线图中吸/放热效应以曲线吸/放热标识所示方向为准。

## 4 测试方法原理

差示扫描量热法(DSC)是在程序控制温度和一定气氛下,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一种技术。

DSC 仪通过测量试样端和参比端的热流速率或加热功率(差)随温度或时间的变化过程来获取试样在一定程序控制温度下的热效应信息。与 DTA 仪相比,DSC 仪具有较高的灵敏度和精确度。常用的 DSC 仪主要有热流式和功率补偿式两种类型。

### 4.1 热流式 DSC 仪的工作原理

热流式 DSC 仪在仪器结构上与 DTA 仪十分相似,不同之处在于前者在程序控制温度下对置于同一均热块上的试样和参比物进行加热,通过气相和匀热片(通常为康铜片)两个途径把热传递给试样坩埚和参比坩埚。由高灵敏度热电偶测试装有试样与参比物的坩埚的温度,测得试样与参比物间的温度差( $\Delta T$ )与温度或时间的关系,然后通过热流方程将  $\Delta T$  换算为热流差,获得热流差与时间或温度间的关系,即为热流式 DSC 曲线。

热通量式 DSC 利用串接的热电偶(堆)精确测量试样和参比物温度,灵敏度和精确度高,用于精密热量测定,这种 DSC 也属于热流式 DSC。

### 4.2 功率补偿式 DSC 仪的工作原理

功率补偿式 DSC 仪在工作时保持试样和参比物的温度相同,当试样的温度改变时,测量输给试样和参比物之间的加热功率(差)随温度或时间的变化。仪器的试样和参比物的支持器是各自独立的元件,除仪器的试样端和参比物端均有热电偶外,还各自装有单独的加热器,且存在两个控制回路。其中一个控制回路控制温度,使试样和参比物以预先设定的温度控制程序控温;而另一个控制回路用来补偿二者之间的温度差。仪器测定的是维持试样和参比物处于相同温度所需要的能量。

在功率补偿式 DSC 仪的工作过程中,无论试样产生任何热效应,试样和参比物都处于动态零位平衡状态,即二者之间的温度差  $\Delta T$  等于 0。仪器根据试样发生热效应而形成的试样和参比物间温差的方向来提供电功率,以使温差低于额定值(通常小于 0.01 K)。当试样产生任何热效应时,在试样和参比物之间存在温度差。此时放置于它们下面的一组差示热电偶即产生温差电势,经信号放大后输入功率补偿放



大器,功率补偿放大器自动调节补偿加热丝的电流,使试样和参比物之间的温度差趋于零,始终维持两者温度相同,该过程中补偿的功率转换为热量即为试样的热效应。功率补偿式 DSC 仪通过记录补偿的电功率的变化即可得功率补偿式 DSC 曲线。

## 5 测试环境要求

为了使 DSC 仪器能在最佳状态下工作,放置仪器的环境应满足 JY/T 0589.1—2020 中第 5 章的要求。

## 6 试剂或材料

### 6.1 参比物

DSC 测试时所选用的参比物通常为空白(即直接使用空坩埚),也可根据需要需要使用其他物质作为参比物。使用 DSC 仪测试时所选用的参比物见 JY/T 0589.1—2020 中 6.1。

### 6.2 标准物质

#### 6.2.1 DSC 仪标准物质

用于 DSC 仪温度和热量校正的标准物质与 DTA 仪相同,见 JY/T 0589.2—2020 中 6.2。

### 6.3 气氛气体

使用 DSC 仪测试时的气氛气体见 JY/T 0589.1—2020 中 6.3。

### 6.4 坩埚

常用于 DSC 测试的坩埚主要有铝坩埚和铂坩埚。还可以根据需要选用氧化铝坩埚、石英坩埚、镍坩埚、铜坩埚、银坩埚、合金坩埚等。坩埚的选择原则见 JY/T 0589.1—2020 中 6.4.2。

DSC 测试中常用铝坩埚,使用时在加入试样后通常要加盖密封。对于在测试前后以及测试过程中始终为固态且在测试过程中没有气体产生的试样通常使用固体铝坩埚;对于在测试前或测试过程中为液态的试样通常使用液体铝坩埚;对于在测试中有挥发气体产生的试样则需要在坩埚密封后在盖子上扎孔。

## 7 仪器

常用 DSC 仪主要分为热流式 DSC 仪和功率补偿式 DSC 仪两种。

### 7.1 热流式 DSC 仪

#### 7.1.1 热流式 DSC 仪的结构框图

热流式 DSC 仪的结构框图如图 1 所示。

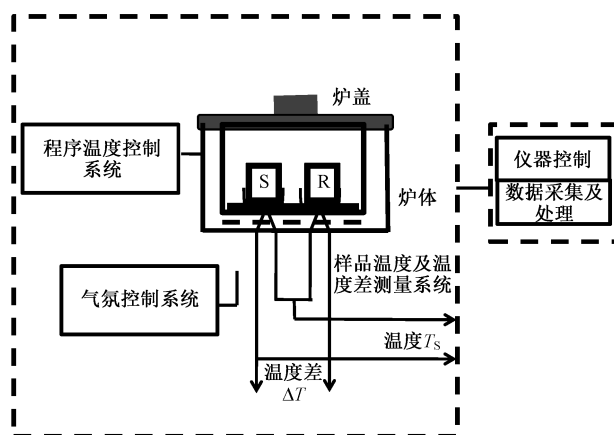


图 1 热流式 DSC 仪结构框图

### 7.1.2 热流式 DSC 仪的结构组成

热流式 DSC 仪主要由仪器主机(主要包括程序温度控制系统、炉体、支持器组件、气氛控制系统、试样温度及温度差测定系统等部分)、仪器辅助设备(主要包括自动进样器、压力控制装置、光照、冷却装置、压片装置等)、仪器控制和数据采集及处理各部分组成。

## 7.2 功率补偿式 DSC 仪

### 7.2.1 功率补偿式 DSC 仪的结构框图

功率补偿式 DSC 仪的结构框图如图 2 所示。

### 7.2.2 功率补偿式 DSC 仪的结构组成

功率补偿式 DSC 仪主要由仪器主机(主要包括程序温度控制系统、炉体、支持器组件、气氛控制系统、温度及温度差测定系统、功率补偿系统等部分)、仪器辅助设备(主要包括自动进样器、压力控制装置、光照、冷却装置、压片装置等)、仪器控制和数据采集及处理各部分组成。

## 7.3 仪器性能

DSC 仪器性能应满足相关的检定规程或校准规范的要求。

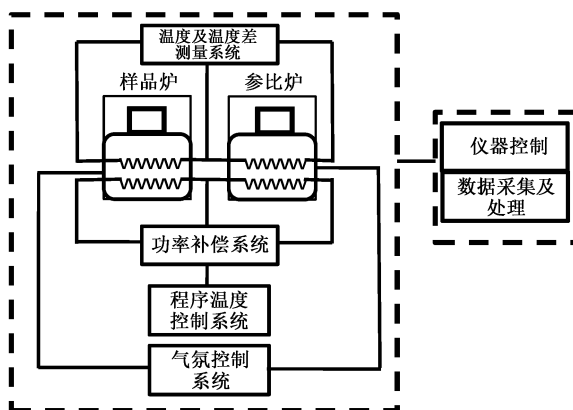


图 2 功率补偿式 DSC 仪结构框图

## 7.4 校准

### 7.4.1 基本要求

- a) 应定期对检测用 DSC 仪进行校准。
- b) 校准时,应按照仪器相应的检定规程或校准规范使用相应标准物质分别对仪器的温度和热量进行校正,结果应符合 7.3 所列的技术指标。
- c) 进行温度和热量校正时,应根据热效应产生的温度范围选择相应的标准物质。测试温度范围较宽时,通常使用一种以上的标准物质进行校正。
- d) 由于校正会受到试样状态及用量、升温速率、坩埚、气氛气体的种类和流量等因素的影响,因此以下校正应与测试条件一致。

### 7.4.2 DSC 仪温度校正

DSC 仪的温度校正方法同 DTA 仪,见 JY/T 0589.2—2020 中 7.4.2。

### 7.4.3 DSC 仪热量校正

DSC 仪的热量校正方法同 DTA 仪,见 JY/T 0589.2—2020 中 7.4.3。

### 7.4.4 仪器需校准的几种情形

需及时对 DSC 仪校准的情形见 JY/T 0589.1—2020 中 7.4.2。

## 8 样品

### 8.1 样品的一般要求

用于 DSC 仪测试的样品的一般要求见 JY/T 0589.1—2020 中 8.1。

### 8.2 固体样品

取样前应使样品保持均匀和具有代表性,并使试样的形状和大小适应 DSC 仪坩埚的要求。

### 8.3 液体样品

应在搅拌均匀后直接取样,并按仪器要求把试样置于合适的 DSC 仪坩埚中。

### 8.4 特别说明

对分析前进行过热处理的样品需做特别说明,见 JY/T 0589.1—2020 中 8.4。

## 9 分析测试

### 9.1 前期准备工作

测试开始前需要对 DSC 仪的外观和各部件进行工作正常性检查,若检查时发现外观异常、关键部件受到损坏或污染,应及时进行温度和热量校正。

### 9.2 测试条件的选择

9.2.1 根据 DSC 仪的要求和样品性质,选择合适的试样用量进行测试,并确定是否选用参比物和稀释剂。对于系列样品和重复测试的样品,每次使用的试样应尽量装填一致、松紧适宜,以得到良好的重现

性。DSC 仪在测试时一般用空坩埚作为参比物,参比坩埚的状态(主要指坩埚材质、性状、是否加盖、是否扎孔等)应与试样坩埚相同。

9.2.2 根据测试需要选用合适的气氛气体的种类、流量或压力、以及与温度范围相应的冷却附件等。

9.2.3 根据测试要求设定温度范围、升(降)温速率等温度控制程序参数。进行温度调制 DSC 测试时,应根据所用仪器的控制软件的要求,输入温度调制的参数。

9.2.4 坩埚的作用是测试时用于盛载试样的容器,在实验过程中用到的坩埚在测试条件下不得与试样发生任何形式的化学作用。坩埚的选择原则见 JY/T 0589.1—2020 中 6.4.1。DSC 测试的铝坩埚为一次性使用,不宜重复使用。

9.2.5 对于较快的转变,测试时数据采集的时间间隔应较短;对于耗时较长的测试,数据采集时间间隔适当延长。

### 9.3 实施步骤

#### 9.3.1 开机

按照所用 DSC 仪的操作规程开机、启动气氛控制系统以及冷却附件,使仪器处于待机状态。

#### 9.3.2 试样称量和加载

根据需求和样品性质用差减法称取置于试样坩埚内的适量试样的质量(精确到 $\pm 0.01$  mg),加盖后用密封装置密封坩埚,使试样与坩埚紧密接触。在特殊需求下也可不加盖密封(如光固化、氧化诱导期等)。打开炉体,将试样坩埚和参比坩埚分别置于试样支持器和参比物支持器上,关闭炉体。

用到参比物时,参比物的称量和加载过程同试样。

#### 9.3.3 设定气氛条件

根据 DSC 测试条件的需要,选择合适的气氛气体和流量,平衡后准备测试。

#### 9.3.4 输入实验信息

在 DSC 仪的分析软件中根据需要输入待测试的样品名称、样品编号、试样质量、坩埚类型、气氛种类及流速、文件名、送样人(送样单位)等信息。

对于带有自动进样装置的 DSC 仪,需要输入试样坩埚和参比坩埚的编号信息。

#### 9.3.5 设定温度控制程序

在软件中根据需要设定合适的温度范围和温度控制程序。温度调制程序设定参考本部分标准中 9.2.3。

#### 9.3.6 异常现象的处理

DSC 实验过程中的异常现象处理见 JY/T 0589.2—2020 中 9.3.6。

#### 9.3.7 关机

测试结束后需要关闭仪器时,按照 JY/T 0589.1—2020 中 9.3.7 的要求进行关机。

## 10 结果报告

### 10.1 DSC 曲线特征物理量的表示方法

由 DSC 曲线可确定转变过程的特征温度或特征时间和热量变化等信息。应从以下几个方面描述 DSC 曲线:



### 10.3 分析结果的表述

10.3.1 结果报告应将测试数据结合 DSC 曲线来表示。

结果报告中可包括的内容见 JY/T 0589.1—2020 中 10.3.1。

10.3.2 DSC 曲线中,横坐标中自左至右表示物理量的增加,纵坐标中自下至上表示物理量的增加。对于 DSC 曲线而言,曲线中沿吸/放热方向表示热流的增加(见图 3 和图 4)。

10.3.3 对于单条 DSC 曲线,特征转变过程不多于两个(包括两个)时,应在图中空白处标注转变过程的特征温度或时间、热量等信息;当特征转变过程多于两个时,应列表说明每个转变过程的特征温度或时间、热量等信息。使用多条曲线对比作图时,每条曲线的特征温度或时间、热量等信息应列表说明。

### 10.4 DSC 曲线的规范表示

作图时:

- a) DSC 曲线的纵坐标用归一化后的热流表示,常用的单位为  $\text{mW}/\text{mg}$  或  $\text{W}/\text{g}$ 。
- b) 对于线性加热/降温的测试,横坐标为温度,单位常用  $^{\circ}\text{C}$  表示。进行热力学或动力学分析时,横坐标的单位一般用  $\text{K}$  表示。
- c) 对于含有等温条件的 DSC 曲线横坐标应为时间,纵坐标中增加一列温度。只需显示某一温度下的等温曲线时,则不需要在纵坐标中增加一列温度。
- d) 应在图的显著位置(通常为左上角)用向上或向下的箭头注明 DSC 曲线的吸放热方向。

### 10.5 数值的表示方法

DSC 仪测试的物理量的表示方法应符合要求,数据计算应符合 GB/T 8170—2008 的规定。

## 11 安全注意事项

进行 DSC 实验时的安全注意事项见 JY/T 0589.1—2020 中第 11 章。

参 考 文 献

- [1] GB/T 13464—2008 物质热稳定性的热分析试验方法
- [2] GB/T 22232—2008 化学物质的热稳定性测定 差示扫描量热法
- [3] GB/T 9174—2012 物质恒温稳定性的热分析试验方法
- [4] GB/T 19466.1—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第1部分 通则
- [5] GB/T 19466.2—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第2部分 玻璃化转变温度的测定
- [6] GB/T 19466.3—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第3部分 熔融和结晶温度及热焓的测定
- [7] GB/T 19267.12—2008 刑事技术微量物证的理化检验 第12部分:热分析法
- [8] JIS K0129—2005 热分析通则

