

# 中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0589.5—2020  
代替 JY/T 014—1996

## 热分析方法通则 第 5 部分：热重-差热分析和热重- 差示扫描量热法

General rules of analytical methods for thermal analysis—  
Part 5: Simultaneous thermogravimetric-differential thermal analysis  
and thermogravimetric-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 .....	2
6 试剂或材料 .....	3
7 仪器 .....	3
8 样品 .....	4
9 分析测试 .....	5
10 结果报告 .....	6
11 安全注意事项 .....	7
参考文献 .....	8





## 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 5 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 中热重-差热分析和热重-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 3.1-3.8)；
- 扩充了“测试方法原理”部分内容，单独介绍了热重-差热分析和热重-差示扫描量热法原理(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“标准物质”的定义，并添加了“气氛气体”和“坩埚”部分的内容(见 6.1-6.3)；其中“坩埚”部分列举了“坩埚的选择原则”和“TG-DTA 和 TG-DSC 坩埚”内容(见 6.3.1)；
- “仪器”部分，增加了“TG-DTA 仪的结构组成”、“TG-DTA 仪的结构框图”和“TG-DSC 仪的结构组成”(见 7.1.1、7.1.2)，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 7.1-7.3)；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，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“特征物理量的表示方法”、“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：浙江大学、中国科学技术大学、北京大学、西南科技大学、山东理工大学、华南理工大学。

本部分主要起草人：陈林深、丁延伟、章斐、霍冀川、王丽娜、曾小平。

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、质量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热重-差热分析和热重-差示扫描量热法,可作为教育行业实验室使用热重-差热分析仪和热重-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5部分：热重-差热分析和热重-差示扫描量热法

### 1 范围

JY/T 0589 的本部分规定了使用热重-差热分析和热重-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热重-差热分析仪和热重-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  
 JY/T 0589.3—2020 热分析方法通则 第3部分：差示扫描量热法  
 JY/T 0589.4—2020 热分析方法通则 第4部分：热重法

### 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

**热分析联用技术 multiple thermal analytical techniques**

在程序控温和一定气氛下，对一个试样采用两种或多种热分析技术。

#### 3.2

**热分析同时联用技术 simultaneous thermal analytical techniques**

在程序控温和一定气氛下，对一个试样同时采用两种或多种热分析技术，是一种常见的热分析技术。

#### 3.3

**热重-差热分析 thermogravimetric-differential thermal analysis; TG-DTA**

在程序控温和一定气氛下，同时测量试样的质量和输入到试样与参比物的温度差随温度或时间关系的技术。

#### 3.4

**热重-差示扫描量热法 thermogravimetric-differential scanning calorimetry; TG-DSC**

在程序控温和一定气氛下，同时测量试样的质量和输入到试样与参比物的热流差随温度或时间关系的技术。

### 3.5

**热重-差热分析仪 thermogravimetric-differential thermal analyzer**

**TG-DTA 仪**

在程序控温和一定气氛下,同时测量试样的质量和输入到试样与参比物的温度差随温度或时间关系的一类热分析仪器。

### 3.6

**热重-差示扫描量热仪 thermogravimetric-differential scanning calorimeter**

**TG-DSC 仪**

在程序控温和一定气氛下,同时测量试样的质量和输入到试样与参比物的温度差,通过定量标定,将温度变化过程中两侧热电偶实时量到的温度差信号转换为热流信号差的一类热分析仪器。

### 3.7

**热重-差热分析曲线 thermogravimetric-differential thermal analytical curves**

**TG-DTA 曲线 TG-DTA curves**

由 TG-DTA 仪测得的试样的质量和试样与参比物的温度差随温度或时间变化的多条热分析曲线。

### 3.8

**热重-差示扫描量热曲线 thermogravimetric-differential scanning calorimetric curves**

**TG-DSC 曲线 TG-DSC curves**

由 TG-DSC 仪测得的试样的质量和试样与参比物的热流差随温度或时间变化的多条热分析曲线。

## 4 测试方法原理

TG-DTA 和 TG-DSC 方法是在程序控温和一定气氛下,对一个试样同时进行 TG 和 DTA、TG 和 DSC 的技术,在同一次测量中利用同一试样可同时得到试样的质量与热效应等相关的信息。

### 4.1 TG-DTA 法原理

将 TG 与 DTA 结合为一体,在同一次测量中利用同一样品可同步得到试样的质量变化及试样与参比物的温度差的信息。常用的 TG-DTA 仪主要有水平式和上皿式两种结构形式。测试时将装有试样和参比物的坩埚置于与称量装置相连的支持器组件中,在预先设定的程序控制温度和一定气氛下对试样进行测试,在测试过程中通过热天平实时测定试样的质量,同时通过支持器组件的温差热电偶测量试样与参比物的温度差随温度或时间的变化信息,获得 TG-DTA 曲线。

### 4.2 TG-DSC 法原理

在仪器构造和原理上与 TG-DTA 联用相类似。将 TG 与 DSC 结合为一体,在同一次测量中利用同一试样可同步得到试样的质量变化及试样与参比物的热流差的信息。常用的 TG-DSC 仪主要有水平式和上皿式两种结构形式。试样坩埚与参比坩埚(一般为空坩埚)置于同一导热良好的传感器盘上,两者之间的热交换满足傅立叶热传导方程。通过程序温度控制系统使加热炉按照一定的温度程序进行加热,通过定量标定,将温度变化过程中两侧热电偶实时量到的温度差信号转换为热流差信号,对温度或时间连续作图后即得到 DSC 曲线。同时整个传感器(样品支架)连接在高精度的天平上,参比端不发生质量变化,试样本身在升温过程中的质量由热天平进行实时测量,对温度或时间作图后即得到 TG 曲线。

## 5 测试环境要求

为了使 TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪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 章的条件要求。

## 6 试剂或材料

### 6.1 参比物

使用 TG-DTA 仪和 TG-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

用于温度校正和量热校正标准物质见 JY/T 0589.2—2020 中 6.2。

用于质量校正的标准物质见 JY/T 0589.3—2020 中 6.2。

### 6.3 气氛气体

使用 TG-DTA 仪和 TG-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 TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪测试的坩埚主要有氧化铝坩埚和铂坩埚。根据需要还可以选择石英坩埚、镍坩埚、铜坩埚、银坩埚、合金坩埚等。铝坩埚一般不用于 TG-DTA 和 TG-DSC 测试。坩埚的选择原则见 JY/T 0589.1—2020 中 6.4.2。

## 7 仪器

### 7.1 TG-DTA 仪的结构

#### 7.1.1 TG-DTA 仪的结构框图

图 1 为上皿式 TG-DTA 仪的结构框图。

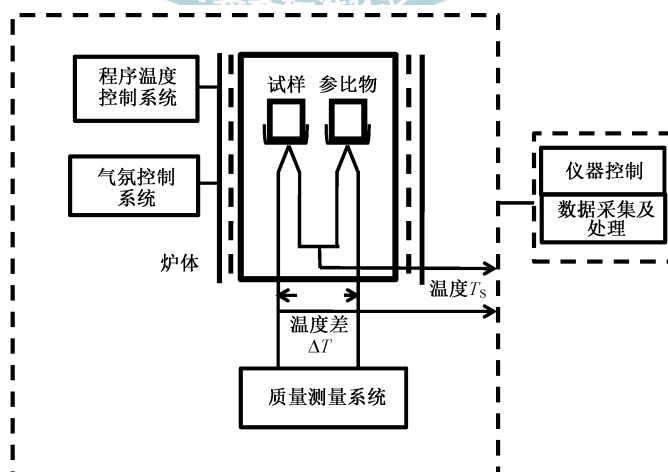


图 1 上皿式 TG-DTA 仪结构框图

#### 7.1.2 TG-DTA 仪的结构组成

TG-DTA 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、质量测量系统等部分)、仪器辅助设备(主要包括自动进样器、压力控制装置、光照、冷

却装置等)、仪器控制和数据采集及处理各部分组成,支持器组件平衡地置于加热炉中间,以保持热传递条件一致。

## 7.2 TG-DSC 仪的结构

TG-DSC 仪与 TG-DTA 仪相似,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、质量测量系统等部分)、仪器辅助设备(主要包括自动进样器、压力控制装置、光照、冷却装置等)、仪器控制和数据采集及处理各部分组成,支持器组件平衡地置于加热炉中间,以保持热传递条件一致。仪器输出的温度差信号通过定量标定,将测量过程中两侧热电偶实时量到的温度信号差转换为热流信号差,得到 DSC 曲线。

## 7.3 仪器性能

### 7.3.1 TG-DTA 仪的仪器性能

TG-DTA 仪的仪器性能应满足相关的检定规程或校准规范的要求。

### 7.3.2 TG-DSC 仪的仪器性能

TG-DSC 仪的仪器性能应满足相关的检定规程或校准规范的要求。

## 7.4 校准

### 7.4.1 基本要求

校准的基本要求如下:

- a) 检测用 TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪应定期进行校准;
- 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、热量和质量进行校正,结果应符合 7.3 所列的技术指标;
- c) 进行温度、热量和质量校正时,应根据质量变化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,应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、试样支架、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 温度校正

TG-DTA 仪和 TG-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 热量校正

TG-DTA 仪和 TG-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 质量校正

TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪的质量校正方法同 TG 仪,见 JY/T 0589.3—2020 中 7.4.3。

### 7.4.5 仪器需校准的几种情形

TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪需及时校准的情形见 JY/T 0589.1—2020 中 7.4.2。

## 8 样品

### 8.1 样品的一般要求

用于 TG-DTA 仪和 TG-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 TG-DTA 仪和 TG-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 TG-DTA 仪和 TG-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 TG-DTA 仪和 TG-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、热量和质量校正。

### 9.2 测试条件的选择

9.2.1 根据 TG-DTA 仪和 TG-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,以获得良好的重现性。试样量一般不宜超过坩埚体积的三分之一,对仪器有潜在损害的样品,试样量应根据需要适当减少。TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪参比坩埚的状态(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。

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。

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,数据采集时间间隔宜适当延长。

### 9.3 实施步骤

#### 9.3.1 开机

按照所用 TG-DTA 仪和 TG-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 设定气氛条件

根据 TG-DTA 仪和 TG-DSC 仪测试条件的需要,选择合适的气氛气体和流量,平衡后准备测试。

#### 9.3.3 试样称量和加载

按照以下步骤完成试样称量和加载:

9.3.3.1 打开炉体,将空试样坩埚和参比坩埚分别置于试样和参比支持器上,关闭炉体。平衡后,并将天平归零扣除坩埚的质量。对于只有试样支架的同步热分析仪,不需要参比坩埚。

9.3.3.2 打开炉体,取出坩埚,取适量试样放入试样坩埚中并置于试样支持器上(位置应接近),关闭炉体。平衡后,由 TG-DTA 和 TG-DSC 仪读取试样的初始质量。

9.3.3.3 特殊情况下,可选择在样品坩埚上加带孔的盖子或加盖密封。

#### 9.3.4 输入实验信息

在 TG-DTA 和 TG-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 TG-DTA 和 TG-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 TG-DTA 和 TG-DSC 仪的软件中根据需要设定温度范围和温度控制程序。

#### 9.3.6 异常现象的处理

9.3.6.1 测试结束后如发现试样与试样坩埚或容器有反应等相互作用迹象,则不采用此数据,需更换合适的坩埚重新进行测试。

9.3.6.2 测试结束后发现试样溢出坩埚或容器污染到支持器组件时,应停止测试。支持器组件恢复工作后,应对 TG-DTA 和 TG-DSC 仪进行温度和质量校正,校正结果符合要求后方可继续进行测试工作。

#### 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

TG-DTA 曲线和 TG-DSC 曲线的分析结果的表述与单一的 TG 曲线、DTA 曲线和 DSC 曲线相同。

#### 10.1 特征物理量的表示方法

##### 10.1.1 TG 曲线特征物理量的表示方法

TG-DTA 曲线和 TG-DSC 曲线中的 TG 曲线特征物理量的表示方法见 JY/T 0589.4—2020 中 10.1。

##### 10.1.2 DTA 曲线特征物理量的表示方法

TG-DTA 曲线中的 DTA 曲线特征物理量的表示方法见 JY/T 0589.2—2020 中 10.1。

##### 10.1.3 DSC 曲线特征物理量的表示方法

TG-DSC 曲线中的 DSC 曲线特征物理量的表示方法见 JY/T 0589.3—2020 中 10.1。

#### 10.2 数据处理

10.2.1 TG-DTA 曲线和 TG-DSC 曲线中的 TG 曲线的数据处理见 JY/T 0589.4—2020 中 10.2。

10.2.2 TG-DTA 曲线中的 DTA 曲线的数据处理见 JY/T 0589.2—2020 中 10.2。

10.2.3 TG-DSC 曲线中的 DSC 曲线的数据处理见 JY/T 0589.3—2020 中 10.2。

#### 10.3 分析结果的表述

10.3.1 TG-DTA 曲线和 TG-DSC 曲线中的 TG 曲线的分析结果表述见 JY/T 0589.4—2020 中 10.3。

10.3.2 TG-DTA 曲线中的 DTA 曲线的分析结果表述见 JY/T 0589.2—2020 中 10.3。

10.3.3 TG-DSC 曲线中的 DSC 曲线的分析结果表述见 JY/T 0589.3—2020 中 10.3。

#### 10.4 TG-DTA 和 TG-DSC 曲线的规范表示

10.4.1 TG-DTA 曲线和 TG-DSC 曲线中的 TG 曲线的规范表示见 JY/T 0589.4—2020 中 10.4。

10.4.2 TG-DTA 曲线中的 DTA 曲线的规范表示见 JY/T 0589.2—2020 中 10.4。

10.4.3 TG-DSC 曲线中的 DSC 曲线的规范表示见 JY/T 0589.3—2020 中 10.4。

#### 10.5 数值的表示方法

TG-DTA 和 TG-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

使用 TG-DTA 和 TG-DSC 仪进行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 19267.12—2008 刑事技术微量物证的理化检验 第12部分:热分析法
- [5] GB/T 19466.1—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第1部分:通则
- [6] 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
- [7] 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
- [8] GB/T 27761—2011 热重分析仪失重和剩余量的试验方法
- [9] GB/T 27762—2011 热重分析仪质量示值校准的试验方法
- [10] JIS K0129—2005 热分析通则

