

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2240—2008

危险品加速贮存试验-热分析法 差热分析和热重分析

Accelerated storage test, thermal analysis methods for dangerous goods—
Differential thermal analysis(DTA)and thermo gravimetric analysis(TGA)

2008-11-18 发布

2009-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准修改采用联合国《关于危险货物运输的建议书·规章范本》(第十四修订版)及其《试验和标准手册》(第四修订版),其有关技术内容与上述规章完全一致。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准负责起草单位:中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准参加起草单位:中化化工标准化研究所、江南大学和天津市检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人:于艳军、李晶、赵黎华、周磊、赵好力宝、赵黎华。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

危险品加速贮存试验-热分析法

差热分析和热重分析

1 范围

本标准规定了危险品加速贮存试验-热分析法(差热分析和热重分析)实验的仪器和测试步骤、判定方法。

本标准适用于危险品加速贮存试验-热分析法(差热分析和热重分析)试验测定危险品的热稳定性。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

差热分析法 differential thermal analysis, DTA

是在程序控制温度下,测量物质与参比物之间的温度差与温度关系的一种技术。

2.2

程序温度 programmed temperature

包括升温、降温或某一温度下的恒温。

2.3

热重分析法 thermo gravimetric analysis, TGA

使样品处于程序控制的温度下,观察样品的质量随温度或时间的变化。装置包括天平、炉子、炉温控制器、温度程序器和温度检测器等。

3 仪器

3.1 差热分析仪

基本参数:

- 量程: $\pm 2\ 000\ \mu\text{V}$;
- 温度范围: 室温 $\sim 850\ ^\circ\text{C}$;
- 升温速率: $130\ ^\circ\text{C}/\text{min} \sim 30\ ^\circ\text{C}/\text{min}$;
- 分辨率: $0.1\ ^\circ\text{C}$ 。

3.2 热重分析仪

基本参数:

- 温度范围: $20\ ^\circ\text{C} \sim 1\ 000\ ^\circ\text{C}$;
- 升温或降温速率 $0\ ^\circ\text{C}/\text{min} \sim 100\ ^\circ\text{C}/\text{min}$;
- 称量范围: $0\ \text{mg} \sim 2\ 000\ \text{mg}$;
- 天平精度: $0.1\ \mu\text{g}$;
- 真空度可达: $10\ \text{mbar} \sim 2\ \text{mbar}$ 。

3.3 电子天平

精度为 $0.1\ \text{mg}$ 。

4 试验步骤

4.1 DTA 分析

4.1.1 DTA 测试要求

- 可用不同种类的样品容器；如敞口或密封玻璃试管、金属盘。敞口样品容器仅适用于有氧条件下的测定；
- 试验气体为氮气和空气。试验气体为空气时，样品应放在敞口容器中；
- 选择一种在试验温度范围内不发生变化的惰性参照物，参照物与样品的热导性和热容应近似相等。氧化铝是在大多数情况下可以使用的惰性物质。

4.1.2 DTA 测试步骤

4.1.2.1 测试条件

将约 5 mg~50 mg 的样品密封在样品容器中，加热速率控制在 2 °C/min~20 °C/min 范围内。

4.1.2.2 常压 DTA

首先记录该物质在正常气压下的 DTA 图。如果在室温和 150 °C 之间发现热效应，即有一个吸收峰或放热峰，应按下述程序进行操作：

- 当该峰是由于放热反应所引起，就设定为分解反应；
- 当该峰是由于吸热反应所引起，则应将峰对应的温度与该物质的熔点进行比较。如果该峰源于与该物质熔点无关的吸热效应，按照 4.1.2.3 操作。

4.1.2.3 加压 DTA

在较高的压力 (1×10^6 Pa~ 5×10^6 Pa) 下或在密封的样品容器内重复进行 DTA 试验。如果该峰偏移至较高温度则是蒸发过程所致，如果吸热效应不是源于熔化和蒸发，按照 4.1.2.4 操作。

4.1.2.4 循环 DTA

围绕峰温度重复循环加热，如果峰消失，则是发生了化学变化。

4.2 热重分析(TGA)

4.2.1 热重分析(TGA)测试要求

试验所用的气体通常为氮气和空气，测试氧化稳定性时应选择空气作为试验气体。

4.2.2 TGA 测试步骤和判定

4.2.2.1 测试条件

将约 10 mg~500 mg 的样品置于氮气和空气中加热，加热速率应在 2 °C/min~20 °C/min 的范围内，将样品由室温加热至 150 °C。

4.2.2.2 TGA 测试

- 如果质量的损失并非被测物挥发所致，则试验样品存在着分解作用；
- 如果在低于 150 °C 时观察到分解作用，则可由等温测定确定分解速率。

5 报告格式和结果判定

5.1 报告格式

- 所用装置类型；
- 预处理的样品形态；
- 有关被测物质和参照物的准确资料；
- 研究的稳定范围、升温速率和等温操作的温度条件；
- 被测物质的量；
- 样品容器的类型；
- 在试验期间或试验后观察到的被处理样品的变化；

- 开始发生化学变化的温度；
- 与本方法不一致的试验条件下；
- 有可能时，报告分解产物的性质。

5.2 结果判定

当采用 DTA 或 TGA 法时，低于 150 °C 时未发现分解或化学变化则认为此被测物质在室温下是稳定的。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
危险_品加速贮存试验-热分析法
差热分析和热重分析

SN/T 2240—2008

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

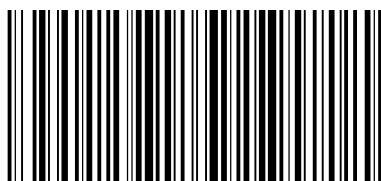
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2009年2月第一版 2009年2月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066 • 2-19529 定价 6.00 元



SN/T 2240-2008