



# 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 raw materials of ceramic

2003年4月9日



050928076801

2003年5月10日

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

## 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

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

代替 GB/T 6297—1986

### 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  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (或烧结氧化镁),在量程为  $100\ \mu\text{V}$ /满量程时,基线漂移允许在  $\pm 5\%$  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  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (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/°C	DTA 平均温度/°C	
		起始温度点	峰温度点
KNO <sub>3</sub>	127.7	128±5	135±6
In	157	154±6	159±6
Sn	231.9	230±5	237±6

表 1(完)

物质	平衡温度/℃	DTA 平均温度/℃	
		起始温度点	峰温度点
KClO <sub>4</sub>	299.5	299±6	309±8
Ag <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	430	424±7	433±7
SiO <sub>2</sub>	573	571±5	574±5
K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	583	582±7	588±6
K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	665	665±7	673±6
BaCO <sub>3</sub>	810	808±8	819±8
SrCO <sub>3</sub>	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<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O]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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (或烧结氧化镁)作参比样,将不低于化学纯的 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (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。
-

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

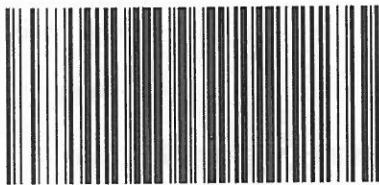
\*

书号: 155066·1-18777 定价 8.00 元  
网址 [www.bzcbs.com](http://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