



中华人民共和国国家标准

GB/T 47879—2026

塑料 快速差示扫描量热(FSC)法 芯片量热法

Plastics—Fast differential scanning calorimetry(FSC)—
Chip calorimetry

(ISO 23976:2021, MOD)

2026-07-02 发布

2027-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

引言 V

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 2

4 原理 2

5 仪器 3

 5.1 快速差示扫描量热(FSC)仪 3

 5.2 显微镜 4

 5.3 试样制备工具 4

 5.4 校准材料 4

 5.5 气体 4

6 试样 4

7 试验环境和状态调节 5

 7.1 试验环境 5

 7.2 状态调节 5

8 校准 5

 8.1 芯片量热仪性能 5

 8.2 温度校准 7

 8.3 温度对称性校准 11

 8.4 热量和热流速率的校准 12

9 试验步骤..... 12

 9.1 仪器准备 12

 9.2 试样放置 14

 9.3 测试 15

10 物理化学效应的表征 16

 10.1 通则 16

 10.2 一级相变 16

 10.3 化学反应 16

 10.4 玻璃化转变 16

11 热容的确定 16

12 试样质量的确定 18

 12.1 通则 18

12.2 根据材料的比热容测定试样质量 18

12.3 根据玻璃化转变时的比热容变化确定试样质量 19

12.4 根据特定的熔融焓确定试样质量 19

12.5 根据试样尺寸和密度估算试样质量 20

12.6 根据已知试样质量估算试样质量 21

12.7 选择正确试样质量的标准 21

13 精密度和偏差 22

14 试验报告 22

参考文献 23

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件修改采用 ISO 23976:2021《塑料 快速差示扫描量热(FSC)法 芯片量热法》。

本文件与 ISO 23976:2021 相比做了下列结构调整：

- 3.1 对应 ISO 23976:2021 中 3.5；
- 3.2 对应 ISO 23976:2021 中 3.6；
- 第4章部分内容对应 ISO 23976:2021 中 3.2；
- 5.1 部分内容对应 ISO 23976:2021 中 3.1。

本文件与 ISO 23976:2021 的技术差异及其原因如下：

- a) 用规范性引用的 GB/T 19466.1 替换了 ISO 11357-1(见第1章、第3章、5.4、5.5、8.2 和第13章),以适应我国的技术条件,增加可操作性；
- b) 删除了术语“芯片传感器”“芯片量热法”“样品”和“试样”,术语和定义的引导语中增加了规范性引用的 GB/T 2035(见第3章),以适应我国的技术条件,增加可操作性；
- c) 更改了试样质量的要求(见第4章),以符合实际试验条件,增加可操作性；
- d) 增加了试样质量的要求(见第6章),强调试样质量选取的范围,便于本文件的应用；
- e) 增加了图5内容的解释(见8.2.3),强调取样质量要求的重要性,便于本文件的应用；
- f) 增加了“按照 GB/T 19466.1 的规定方法进行校准”(见8.4),给出具体校准参考文件,增加步骤的完整性,便于本文件的应用；
- g) 将“根据仪器制造商的说明和查阅相关资料得到的热效应来处理记录的数据。”更改为“根据 GB/T 19466 系列标准规定处理记录的数据。”(见9.3.4),给出具体数据处理参考文件,增加可操作性,便于本文件的应用；
- h) 用规范性引用的 GB/T 19466.3 替换了 ISO 11357-3(见10.2、12.4),以适应我国的技术条件,增加可操作性；
- i) 用规范性引用的 GB/T 19466.5 替换了 ISO 11357-5(见10.3),以适应我国的技术条件,增加可操作性；
- j) 用规范性引用的 GB/T 19466.2 替换了 ISO 11357-2(见10.4、12.3),以适应我国的技术条件,增加可操作性；
- k) 用规范性引用的 GB/T 19466.4 替换了 ISO 11357-4(见12.2),以适应我国的技术条件,增加可操作性；
- l) 将“试验日期”更改为“试验人员及日期”(见第14章),增加可操作性。

本文件做了下列编辑性改动：

- a) 正文内容“关于厚度、温度梯度和扫描速率的提示性信息”更改为注1、注2和注3(见第1章)；
- b) 细化了范围描述(见第1章)；
- c) 删除了注1和注2(见 ISO 23976:2021 的第1章)；
- d) “传感器热容与试样无关”更改为注(见3.2)；
- e) 细化了原理的描述(见第4章)；
- f) 统一本文件中设备名称为“快速差示扫描量热(FSC)仪”(见5.1、8.2.2、8.2.3、8.2.4、8.3.2、第13章)；
- g) 关于设备放置环境条件提示性信息更改为注1和注2(见7.1)；

- h) 文献报道的用于检查快速扫描量热仪温度对称性的三种液晶物质信息更改为注(见 8.3.1);
- i) 增加了“注:该操作过程可能会破坏芯片传感器。”(见 9.2);
- j) “使用 FSC 参考试样”更改为“根据已知 FSC 试样质量估算试样质量”(见 12.6);
- k) 总结了精密度数据说明,“关于精度的提示性信息”更改为注(见第 13 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会(SAC/TC 15)归口。

本文件起草单位:中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、固镇县江泰塑业股份有限公司、厦门金亿通精密制造有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、中科院长春应用化学研究所、梅特勒托利多科技(中国)有限公司、南京大学、四川大学、博硕科技(江西)有限公司、东莞市惟思德科技发展有限公司。

本文件主要起草人:卢晓英、吴谨好、张德军、罗来山、张彦君、袁文静、李梦瑶、胡文兵、周天楠、彭建文、章文福。

引 言

基于超高灵敏芯片传感器的快速扫描量热(Fast scanning calorimetry,FSC)法最初建立是为了在超高速率(10^4 K/s)下测量微量样品(如薄膜、块体等)的热性能。这类准绝热量热法仅能用于加热模式,通过引入气体作为热惰性冷却剂,将该传感器技术进一步拓展至非绝热条件下的快速冷却过程。减少试样质量能够有效避免因扫描速率升高而导致的显著热滞后。因此,将试样和加热元件减小到非常小的尺寸可在快速冷却时实现足够精准的温度控制,现有商用差示扫描量热(Differential scanning calorimetry,DSC)仪的扫描速率工作窗口已扩展到 7 个数量级以上。

各种研究表明,该技术的进展基于微机电系统(Micro-Electro-Mechanical System, MEMS)的超快芯片量热仪的发展。表 1 列出了其典型特征。目前,多所大学已利用特定设备通过此类量热仪获得了试验结果,且相关研究也推动了应用开发。

近年来,基于功率补偿双传感器的微芯片量热(FSC)仪在微机电技术领域备受关注。其广泛应用源于三点:一、传统 DSC 的扫描速率无法满足聚合物相转变等快速过程的研究需求;二、FSC 可表征聚合物等材料的亚稳态微观结构;三、更高扫描速率和更高温的商用仪器的普及进一步推动了 FSC 发展。

试样的热历史(尤其是升温 and 降温速率)及处理工艺会显著改变材料的微观结构,从而导致其测试性能偏离其原始状态。微机电系统传感器的发展拓展了扫描速率范围,并降低了时间常数,提升了研究材料性能受热历史的影响的能力。

表 1 某些芯片量热计的典型试验参数

FSC	扫描速率 K/s		在恒定速率下可实现的温度 ℃		吹扫气体	
	加热	冷却 ^a	加热	冷却 ^a	类型	mL/min
商用仪器 1	20 000	5 000	410	40	氮气	20
	20 000	5 000	410	140 ^b	氮气	20
	20 000	5 000	200	—25	氦气	20
商用仪器 2	50 000	20 000	950	100	氮气	20
	50 000	20 000	950	250 ^b	氮气	20
大学自组装仪器	1 000 000	1 000 000	1 000	30	氦气	0(静态气氛)
	1 000 000	1 000 000	1 000	—180	氦气	0(静态气氛)
^a 冷却速率由冷却装置(与基准温度的温差)、热流速率的大小、吹扫气体的导热系数等环境条件决定。 ^b 无冷却附件情况下。						

塑料 快速差示扫描量热(FSC)法 芯片量热法

1 范围

本文件描述了使用非绝热条件下的快速差示扫描量热(FSC)法进行热分析的方法,试样以开放的放置形式直接置于微机电系统(MEMS)膜技术的芯片传感器的测量区域表面,无坩埚封装。本文件确立了快速差示扫描量热(FSC)法进行热分析的原理,规定了对测试仪器、试样、试验环境与状态调节、校准、试验步骤、物理化学效应的表征、热容测定、试样质量的确定、精度与偏差以及测试报告方面的要求。

受开放式试样放置方法限制,本文件仅适用于质量不超过 1 μg 的试样。

注 1: 制备厚度尽可能小的试样有利于抑制高温度梯度的产生。

注 2: 在加热和冷却模式下,微小试样(质量 $\leq 1 \mu\text{g}$)能实现 10^3 K/s 及以上数量级的超高速热扫描,通过减小试样的质量和厚度能进一步提升扫描速率。

注 3: 通常,FSC 仪的低扫描速率与 GB/T 19466.1 中的传统差示扫描量热(DSC)法的高扫描速率重叠,因此能和传统 DSC 结果相关联。

本文件适用于聚合物、聚合物共混物及复合材料(含或不含填料、纤维或增强材料)的快速动力学效应热分析,包括:

- 热塑性塑料(聚合物、模塑共混物及其他模塑材料);
- 热固性塑料(未固化或固化材料);
- 弹性体。

本文件描述了固/液态材料在热流速率变化下快速物理与化学过程的定性及定量分析方法,用于测定特征温度与热效应,适用于研究:

- 物理转变(如玻璃化转变、熔融、结晶和其他相变、多晶型转变);
- 亚稳态及相关过程(如结构重组、结晶/再结晶、退火、老化、非晶态化);
- 化学反应(如弹性体与热固性塑料的水合、氧化、聚合、交联、固化与分解);
- 快速结晶系统或化学反应的等温测量。

本文件还适用于:

- 热容测定和热力学函数变化研究;
- 材料在快速变温工业过程条件下的热行为分析;
- 不同动力学的重叠热效应的分离(包括熔融与分解、玻璃化转变与冷结晶的无干扰分析,以及无定形/半结晶聚合物通过变温速率实现的重组研究)。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 2035 塑料 术语

GB/T 19466.1 塑料 差示扫描量热(DSC)法 第 1 部分:通则(GB/T 19466.1—2025, ISO 11357-1:2023,MOD)