

ICS 59.060.20
CCS W 50

团体标准

T/CNTAC 207—2024

化学纤维 燃烧热释放性能试验 微型量热仪法

**Man-Made fiber- Test method for combustion heat release
performance-Microscale combustion calorimeter method**

2024-04-15 发布

2024-05-01 实施



中国纺织工业联合会 发布

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。

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。

本文件由中国纺织工业联合会科技发展部提出。

本文件由中国纺织工业联合会标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司、苏州大学、苏州市纤维检验院、江南大学、江苏新视界检验检测认证有限公司。

本文件主要起草人：吴妍、许晓敏、程献伟、魏红、肖学良、汪丽霞、徐锦龙、周强、李婷。

本文件文本可登录纺织标准网（www.cnfzbz.org.cn）“CNTAC标准工作平台”下载。

本文件版权归中国纺织工业联合会所有。未经事先书面许可，本文件的任何部分不得以任何形式或任何手段进行复制、发行、改编、翻译、汇编或将本文件用于其他任何商业目的等。

化学纤维 燃烧热释放性能试验 微型量热仪法

1 范围

本文件描述了用微型量热仪测定化学纤维燃烧热释放性能的试验方法。

本文件适用于裂解温度低于 800℃ 的各类化学纤维燃烧热释放性能的测定。

注：试验结果仅与特定试验条件下试样的特性相关，其结果并非评价化学纤维在使用时潜在火灾危险性的唯一标准。

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 3863 工业氧

GB/T 3864 工业氮

GB/T 4146（所有部分） 纺织品 化学纤维

GB/T 6529 纺织品 调湿和试验用标准大气

3 术语和定义

GB/T 4146（所有部分）界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可控加热 controlled heating

用来影响热分解的控温程序。在该程序下，样品温度随时间以恒定速率增加。

[来源：SN/T 4879—2017，定义2.3，有修改]

3.2

可控热分解 controlled thermal decomposition

在测试过程中，样品处于无氧/缺氧条件下的控制加热。即用非氧化性/惰性净化气体（如，氮气）通过控制热分解将样品释放的气体从样品腔中赶出，然后混合过量的氧气，在高温燃烧炉完全氧化。

通过氧耗法计算热释放速率的测试过程中，可持续测定燃烧炉内的体积流动速率和氧气气流的释放速率。样品挥发性成分的燃烧热量可以测定，而不是其他固体残留物的燃烧热量。

[来源：SN/T 4879—2017，2.4]

3.3

加热速率 **heating rate**

在某控温程序下，试样温升的恒定速率。

[来源：SN/T 4879—2017，2.6]

3.4

热释放速率 **heat release rate; HRR**

在可控热分解过程中，相对初始试样单位质量的燃烧热释放速率，单位为 W/g。

[来源：SN/T 4879—2017，2.15，有修改]

3.5

热释放能力 **heat release capacity; HRC**

在可控热分解过程中，热释放速率与平均加热速率的比值，单位为 J/(g·K)。

3.6

热释放速率峰值 **peak heat release rate; pHRR**

在测试过程中记录的热释放速率最大值，单位为 W/g。

[来源：SN/T 4879—2017，2.9，有修改]

3.7

总热释放 **total heat release; THR**

在可控热分解过程中，相对初始试样单位质量所释放热量的总和，单位为 kJ/g。

3.8

热分解残留物 **pyrolysis residue**

经可控热分解后，初始试样量的剩余部分。

[来源：SN/T 4879—2017，2.12，有修改]

3.9

热释放温度峰值 **peak heat release temperature; T_{max}**

在可控的热分解过程中，热释放速率最大值时试样的温度。

4 原理

试样以恒定的加热速率加热，并用惰性气体（氮气）吹扫降解产物，气流与氧气混合，进入燃烧室，样品被分解且被完全氧化。以氧气浓度和燃烧气体的流速用来确定燃烧过程中消耗的氧气，通过计算热释放能力、热释放速率峰值等指标来表征纤维材料的燃烧热释放性能。

5 试验设备和试样准备

5.1 试验设备

5.1.1 微型量热仪：仪器性能条件应满足附录 A，仪器制造参数参见附录 B。

5.1.2 坩埚：用于盛放试样，三氧化二铝或其他耐高温材质，且在测试条件下，坩埚不与试样和气氛产生物理或化学反应。

5.1.3 氧气：应符合GB/T 3863 工业氧3中的相关规定，同时，调压阀的输出压力为0.25Mpa。

5.1.4 氮气：应符合GB/T 3864 工业氮3中的相关规定，同时，调压阀的输出压力为0.25Mpa。

5.2 试样制备

5.2.1 由供需双方协商确定试样是否要洗涤，试样一般不洗涤，若需要洗涤需在试验报告中标记清楚，洗涤的程序是：将样品在中性皂液（4%）中浸泡4h，轻轻揉捏，洗净残留的皂液后，放入温度不超过50℃、相对湿度（10~25）%的烘箱内至少放置30min。

5.2.2 取代表性试样，试样在GB/T 6529规定的标准大气中调湿至少24h。

5.2.3 从已调湿平衡的样品中随机抽取一些纤维，将抽取样品剪碎制成混合均匀的粉末（粉末长度小于1mm）。

5.2.4 按坩埚2/3体积的量装入纤维粉末，称重（纤维粉末质量应在1 mg~10 mg之间）。样品质量取决于试验过程中氧化样品气体所需的氧耗量，该氧耗量控制在6%~14%范围内，如果氧耗量不在此范围，则需要相应增减试样质量。若氧耗量小于此范围，则需要减少试样质量；若氧耗量大于此范围，则需要增加试样质量。

5.2.5 根据5.2.4的试样质量，称取5.2.3制好的粉末，制备3个试样用于平行试验。

6 试验程序

6.1 安全措施

采取适当预防措施进行安全防护。

6.2 试验准备

- 6.2.1 检查试验环境，要求相对湿度20%~80%、温度15℃~30℃。
- 6.2.2 打开氮气和氧气开关，调节高纯氮气和氧气的减压阀，使得氮气、氧气的输出压力在0.25Mpa。
- 6.2.3 将干燥器准备好备用。如有必要，可以在每个测试开始时更换干燥物质。
- 6.2.4 标定氧传感器，使满足试验要求。

6.3 测试参数的设定

- 6.3.1 测试温度范围应能使试样完全分解。一般化学纤维试样的温度范围设定为75℃~750℃，即试样的初始温度（Load Temp）为75℃，能裂解试样的最大温度（Max Temp）为750℃。
- 6.3.2 在测试过程中，应为试样提供恒定的加热速率，加热速率一般为1℃/s。
- 6.3.3 在整个测试过程中，气体总的流动速率和氧气浓度要足够大，以使得在燃烧器内的混合气体完全氧化。一般设定氧气浓度为20%，氮气浓度为80%。
- 6.3.4 燃烧器的温度应设定为能够完全氧化样品气体的温度。一般燃烧器温度设定为900℃。

6.4 测试步骤

- 6.4.1 称量坩埚的质量，精确到0.01 mg。将样品置于坩埚中并称重，精确到0.01 mg。通过总质量去除坩埚质量得到样品质量并记录。
- 6.4.2 将装有样品的坩埚装到样品台上，并确保坩埚和温度传感器之间的传热良好。
- 6.4.3 将坩埚装入样品台上样品腔中间，并确保可密封。
- 6.4.4 待燃烧器温度稳定，并记录流动速率和氧气浓度。
- 6.4.5 使得流动速率和氧气浓度稳定在基线水平，启动测试。
- 6.4.6 测试过程中，观察氧气浓度下降情况，如有必要，调整样品的量重复试验。
- 6.4.7 测试完成后，待样品温度降低到初始温度并取下坩埚。
- 6.4.8 称量测试后包括样品热分解残留物的坩埚质量，去除坩埚质量得到热分解残留物的质量。
- 6.4.9 重复上述步骤，测试另外2个试样。

6.5 数据收集

收集试验结果，包括热释放能力（HRC）、热释放速率峰值（pHRR）、总热释放（THR）、热释放温度峰值（Tmax）和热分解残留物百分率。

7 结果计算

7.1 热释放能力

按式（1）计算，试验结果以3个试样的算术平均值表示。

$$\eta_c = \frac{Q_{max}}{\beta} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- η_c —— 热释放能力，单位为焦每克开[J/（g•K）]；
- Q_{max} —— 测试中Q（t）的最大值，单位为瓦每克（W/g）；
- β —— 测试过程中的平均加热速率，单位为℃/s。

7.2 热释放速率

按式（2）计算，试验结果以3个试样的算术平均值表示。

$$Q(t) = \frac{E\rho F}{m_0} \Delta[O_2] \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $Q(t)$ —— 在时间 t 时的热释放速率，单位为瓦每克（W/g）；
- E —— 13.1 kJ/g-O₂ 有机化合物在单位氧气消耗量下，完全燃烧的平均热释放量；
- ρ —— 环境条件下的氧气密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；
- F —— 在环境温度和压力下，终端流量计测得的燃烧气流的体积流速，单位为立方厘米每秒（cm³/s）；
- m_0 —— 初始试样质量，单位为克（g）；
- $\Delta[O_2]$ —— 在时间 t 时，气流中由于燃烧造成氧气传感器测得的 O₂ 浓度的变化量（体积分数），cm³/cm³。

7.3 热分解残留物百分率

按式（3）计算，试验结果以3个试样的算术平均值表示。

$$Y_c = \frac{m_c}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

Y_c —— 热分解残留物百分率，单位为g/g；

m_c —— 热分解后残留的试样质量，单位为克（g）；

m_0 —— 初始试样质量，单位为克（g）。

8 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 样品的描述；
- c) 试验时的环境温湿度及试验日期；
- d) 试样的测试温度范围、燃烧器温度；
- e) 试样初始质量、热分解后残留的试样质量；
- f) 测试结果：热释放能力、热释放速率峰值、总热释放、热释放温度峰值。
- g) 任何偏离本文件的情况。

附录 A
(规范性)
仪器性能条件

A.1 仪器组成

本方法中使用的仪器应由样品腔、混合部分及各自独立的燃烧器组成。

样品腔可替代的构造，可以是连接到燃烧器或质量分光计的一个商业化的热吸附分析仪或发热探针。

A.2 样品腔

圆柱形样品腔的长度和内直径，是由样品腔中样品气体的保留时间决定的，其中通过样品腔的净化气体的流动速率小于在测试中产生发热时间间隔的 10%。该条件的设定可以确保样品腔中的样品气体在样品质量损失的同时，可以释放出来。在测试中通常的样品流动速率下， $l_s/d_s > 10$ ， l_s 为样品腔的长度，单位为厘米 (cm)， d_s 为样品腔的内径，单位为厘米 (cm)]，在这种条件下，样品气体的排放时间接近一致。在恒定加热速率 β 下热分解的温度间隔 ΔT 为 50 K，该间隔值与加热速率 β 无关。样品腔体积应满足式 (A.1)：

$$\tau = V_s/F_s \ll 50 \text{ K}/\beta \equiv (0.10) 50 \text{ K}/\beta \quad \cdots \cdots \cdots (A.1)$$

式中：

τ —— 气流流过试样和氧气分析器之间的时间，单位为秒 (s)；

V_s —— 样品腔体积，单位为立方厘米 (cm³)；

F_s —— 在环境温度和压力下，终端流量计测得的净化气体的体积流速，单位为立方厘米每秒 (cm³/s)；

β —— 加热速率，单位为开每秒 (K/s)。

对于在 l_s 处层流的圆柱形样品腔，腔体尺寸应满足式 (A.2)：

$$\pi d_s^2 l_s / 4 / F_s = 10 \pi d_s^3 l_s / 4 / F_s = (0.10) 50 \text{ K}/\beta \quad \cdots \cdots \cdots (A.2)$$

在满足要求的测试条件时，样品腔的直径应满足式 (A.3)：

$$d_s \leq [(2K)(F_s)/\pi \beta]^{1/3} = 1 \text{ cm} \quad \cdots \cdots \cdots (A.3)$$

在相同的条件下，样品腔的长度为， $l_s \geq 10 \text{ cm}$ $d_s = 10 \text{ cm}$ 。制造材料包括高温耐腐蚀材料（镍）和陶瓷（99.8%氧化铝，莫来石）。样品腔的加热应可以在 20 °C~900 °C 内，加热速率为 2 K/s。加热电阻可以使用镍-铬或者铁-铬-铝合金。

A.3 混合部分

燃料和净化气体与氧气在混合部分内部混合。为了保证燃料气体和氧气完全混合并且流入燃烧器，长度/直径比例应为 $l_m/d_m \geq 10$ 。图 B.1 中， $d_m = d_s = 1\text{ cm}$ ，混合部分长度应为 $l_m \geq 10\text{ cm}$ 。在测试过程中，混合部分的温度应介于样品腔温度和燃烧器温度之间以确保进入燃烧器的气体不会由于在混合部分壁面的液化而停滞或损失。

A.4 燃烧器

圆柱形燃烧器的长度和直径是由净化气体的停留时间所决定的，在操作温度为 900 °C 时，样品气体，氧气和它们的混合物的体积流动速率大于或等于 10 s 以保证样品气体可以完全氧化。

燃烧器的尺寸应满足式 (A.4)：

$$\tau_c = V_c / F = (\pi d_c^2 l_s / 4) / F \geq 10\text{ s} \dots\dots\dots (A.4)$$

在燃烧腔直径 $d_c = d_s = 1\text{ cm}$ 时，要求图 B.1 所示的燃烧腔的长度能够完全氧化样品气体，在正常的测试条件下，900 °C 时， $F = 1.67\text{ cm}^3/\text{s}$ ，则燃烧器尺寸应满足式 (A.5) 的要求：

$$l_c \geq 4\tau_c F / \pi d_s^2 = 21\text{ cm} \dots\dots\dots (A.5)$$

制造燃烧器的材料包括高温耐腐蚀的金属例如镍和陶瓷例如 99.8% 的氧化铝和莫来石，燃烧器应具有隔热能力并且可以通过合适的方法使得内部温度保持在 1000 °C。加热电阻可以使用镍-铬或者铁-铬-铝合金。

附录 B
(资料性)
仪器制造参数

B.1 本方法中所使用的仪器，可以显示在控制加热条件下样品温度随着热释放速率改变而改变，以及显示随着大气压和氧气浓度的改变而改变燃烧的热释放速率。

B.2 商业用热分析仪，热分解探针，燃烧器上的电加热陶质探针，或带有气体分析仪，或两种都适合。详细的仪器性能条件见附录 A。

注：在测定特种材料中，材料根据设定的测试条件或特殊的测试条件而出现的不同反应是可测的。测试条件的改变会影响测试结果。在该测试中，热释放量是独立于测试参数的，因为测试结果是材料性能的体现而不是随着条件的设定而改变的。因此，改变测试条件不会影响测试结果。正因为如此，进行该项测试的仪器在限制允许范围内设定参数下进行操作，例如，样品腔，混合部分和燃烧器。在满足附录 A 给定性能条件下，各部分的直径、长度和形状不会影响测试结果。

B.3 仪器的基本组成（如图 B.1 所示）符合测试方法的要求。

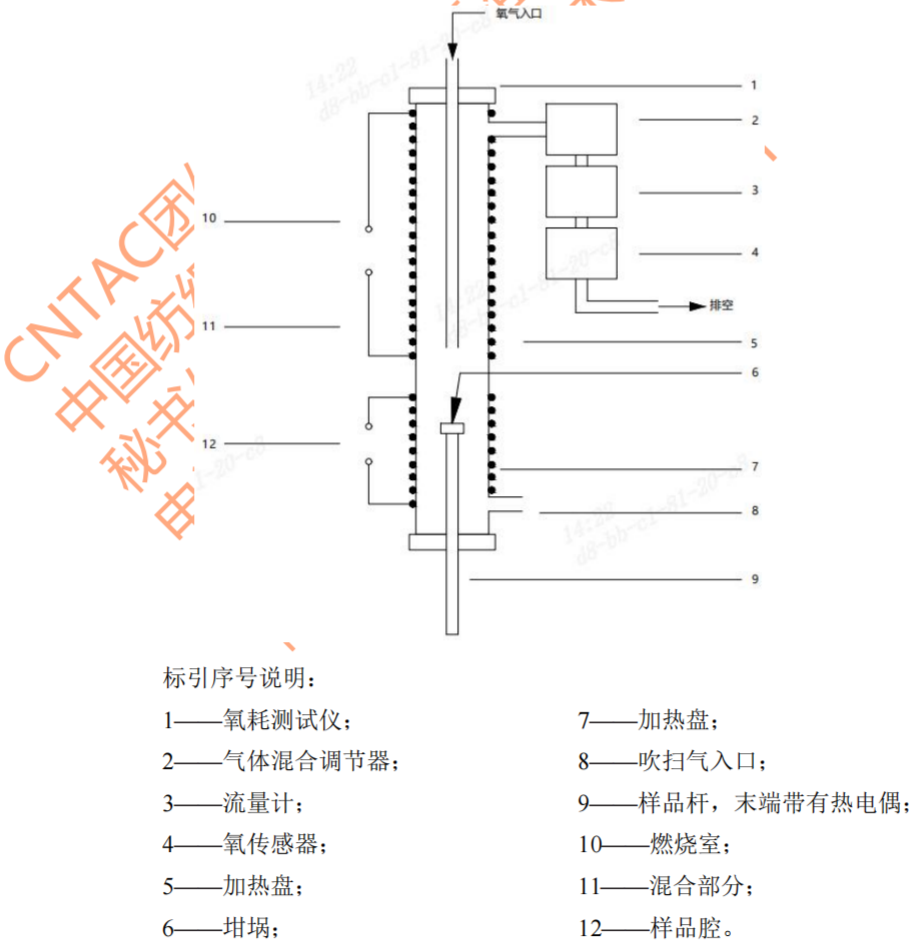


图 B.1 仪器的基本构成示意图

- B.4 样品腔能够持续维持在连续的净化气体流动中加热样品。
- B.5 温度控制器能够在环境温度和 1123 K 温度之间以在正常值 5% 变化范围及 0.2 K/s~2 K/s 的恒定速率下执行温度程序。
- B.6 清扫样品腔的方法是使用惰性气体或者反应气体在恒定的 50 cm³/min~100 cm³/min 偏差在 ±1% 的速率范围内进行。
- B.7 温度传感器，指示样品温度，误差在 ±0.5 K。
- B.8 混合部分，样品和清扫气体在此和氧气充分混合，并使样品气体在燃烧腔完全氧化。
- B.9 将氧气以恒定速率 0 cm³/min~50 cm³/min 引入混合腔，引入燃烧腔的氧气的浓度在 20%~50% 之间。
- B.10 燃烧器需耐高温，能够维持在 1073 K~1273 K 范围内 800 °C~1000 °C。特别是，样品气体在燃烧器内的停留时间为 10 s，燃烧器的温度为 1173 K。
- B.11 去除雾气和酸性气体的干燥器的临界温度为 273 K。使用固体干燥剂来干燥燃烧液滴是比较有效的。无水硫酸钙是适合的干燥剂。
- B.12 流量计在流速为 50 cm³/min~200 cm³/min 且相应时间 < 0.1 s 下测定，灵敏度在全部测量值的 0.1% 内，重复性在全部测量值 ±0.2% 内，准确度在测量范围的 ±1% 内，气体的流动速率。
- B.13 氧气分析器可以通过体积随着时间的变化小于 6 s 来测定氧气浓度的变化，氧气浓度的变化范围为 0%~100%，在恒定温度和压力下，氧气体积的灵敏度 < 0.1%，全部测量范围的线性度在 ±1%。
- B.14 记录器，数字式或者类似仪器能够记录和显示以时间或者温度作为横坐标的热释放速率。
- B.15 高压气源，能够维持供应的惰性和反应气体混合的气压。气体纯度大于 99.5%。
- B.16 容器（盘、坩埚、小瓶、杯子等）与样品不发生反应，并且形状和结构适合测试过程中盛放样品。
- B.17 电子天平，测量范围为 250 mg 或者更大，灵敏度为 ±0.01 mg，来称量样品和/或容器。

参 考 文 献

- [1] SN/T 4879—2017 聚合物及其复合材料燃烧性能试验方法 微型量热法
- [2] ASTM D7309-21b Standard Test Method for Determining Flammability Characteristics of Plastics and Other Solid Materials Using Microscale Combustion Calorimetry
- [3] 徐婕,朱宏,陈国强等. 微型量热仪在纺织品燃烧性能测试中的应用[J]. 印染, 2013, 39 (18): 38-40+56.

CNTAC团体标准
中国纺织工业联合会标准化技术委员会
秘书处: 纺织工业科学技术发展中心
电话: 010-85229381
邮箱: cnfzbz@126.com
网址: www.cnfzbz.org.cn



中国纺织工业联合会

团体标准

化学纤维 燃烧热释放性能试验
微型量热仪法

T/CNTAC 207—2024

※

中国纺织工业联合会标准化技术委员会编印

北京市朝阳区门北大街 18 号（100020）

电话：010-85229381

网址：www.cnfzbz.org.cn

邮箱：cnfzbz@126.com