

物质恒温稳定性的热分析试验方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用差热分析仪(或差示扫描量热计)评价物质恒温稳定性的热分析方法所用的仪器、试样、参比物、试验步骤和结果计算等一般要求。

本标准适用于在惰性或反应性气氛中,在 320 K 以上有放热效应的固体、液体或浆状物质恒温稳定性的评价。试验结果可作为火灾原因评定的基础,但对实际火场物质应具体分析。

2 引用标准

GB 6425 热分析术语

GB/T 13464 物质热稳定性的热分析试验方法

3 术语

物质恒温稳定时间:在规定的条件下,将物质恒定在某一温度,直至开始发生放热效应的时间。

4 方法原理

本方法是用差热分析仪(或差式扫描量热计),在规定的条件下,测量物质的恒温温度及恒温稳定时间并以此评价物质的恒温稳定性。

5 仪器和材料

5.1 应能满足从 320 K 至达到恒温温度的时间不得超过 10 min,控温精度在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围的差热分析仪(DTA)或差示扫描量热计(DSC)。

5.2 试样支持器

坩埚(如铝坩埚、铜坩埚、石墨坩埚等)应不与试样、参比物和气氛起反应。

5.3 载气

根据所测试样,选择合适的气氛。气流量一般为 30~50 mL/min。

5.4 参比物

应在试验温度范围内不发生焓变,典型的参比物有煅烧的氧化铝、玻璃珠、硅油或空容器。

6 试样

6.1 取样

试验应能代表被测样品,并且应与试样支持器有良好的接触。

6.2 试样量

试样量由被测样品需要稀释的程度、焓变大小等因素决定。一般为 1~10 mg,最大用量不超过 50 mg。如果试样有突然释放大量潜能的可能性,应适当减小试样量。

7 试验步骤

7.1 按照 GB/T 13464 中 6.2~6.7 条的试验方法测出试样的起始放热温度。

7.2 设定一恒温温度,该温度比 7.1 中测出试样最小的起始放热温度低 10℃左右。

7.3 把装有试样和参比物的支持器放入加热装置中,并在规定的时间内加热到设定的恒温温度。立即开始记录恒温温度与时间的关系曲线,找出开始发生放热效应的时间值,即物质恒温稳定时间。最小恒温稳定时间不得小于 15 min。

7.4 如果物质恒温稳定时间低于 15 min,降低恒温温度,并重复 7.3,直至恒温稳定时间大于 15 min 为止。

8 结果计算

取两次试验结果的平均值作为测定结果,两次试验结果之间的差值不得超过 5 min。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容。

9.1 试样和参比物的名称、组成、质量、状态和纯度等;

9.2 试样支持器及密封程度;

9.3 气氛的组成和气流量;

9.4 Y 轴灵敏度和量程;

9.5 给出试样的恒温温度与恒温稳定时间的关系曲线图及试样恒温温度和恒温稳定时间。

9.6 对系列试样的恒温稳定性进行评价。

附加说明:

本标准由中华人民共和国公安部提出。

本标准由全国消防标准化技术委员会归口。

本标准由公安部天津消防科学研究所负责起草。

本标准主要起草人张桂芳、李子葆。