

附录 A
(规范性附录)
标定物试验

A.1 概述

标定物由单独放置的两部分组成,进行试验时应立即混合均匀。

A.2 试验步骤

按下述步骤进行标定物试验:

- a) 从表 A.1 中第一组和第二组各任选一种物质按质量比 1:1 混合组成标定物,设定恒温试验温度 50 °C 和 60 °C,按第 7 章的规定进行试验;

表 A.1 标定物的选择

第一组	纯棉布料(A)	纯棉针织面料(B)
第二组	调和色拉油(C)	花生油(D)

- b) 试验结果与表 A.2 对照,精确度应满足第 9 章的规定。

表 A.2 标定物的恒温试验

恒温试验温度	标定物组成	(A)+(C)	(A)+(D)	(B)+(C)	(B)+(D)
		50 °C	0.19	0.20	0.23
60 °C	最大放热功率 μW	0.45	0.47	0.50	0.57
50 °C	开始放热时间 第小时	55	53	49	48
60 °C	第小时	21	21	17	16
50 °C	最大放热功率时间 第小时	88	87	85	84
60 °C	第小时	33	32	28	26

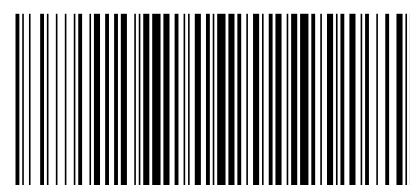


中华人民共和国国家标准

GB/T 29174—2012

物质恒温稳定性的热分析试验方法

Thermal analysis test method for constant-temperature stability of materials



GB/T 29174—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-46911

定价: 14.00 元

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

7.2.2 首次恒温试验以低于起始放热温度 T_{ic} 一个安全裕度以下的温度开始试验,如果此温度低于环境温度则选取高于环境温度 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始试验。

7.2.3 恒温试验温度高于 $(T_{ic}-50)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温试验要考虑其安全性。在充分考虑安全性的条件下可以选择所关注的温度进行恒温试验。

7.3 恒温试验时间

试验时间可以预设定为 96 h ,也可以设定所关注的时间长度。如试验时间内发生放热,则放热过程完成后可以停止试验。

7.4 试验步骤

7.4.1 使用微量量热仪进行恒温试验,记录试验结果。

7.4.2 如果恒温试验未记录到放热,则将试验温度升高 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行试验并记录试验结果;重复进行本条直到记录到放热为止。

7.4.3 如果试验记录到放热,则将试验温度降低 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 再次进行试验并记录试验结果;重复进行本条直到记录不到放热或者试验温度已降低到环境温度以下为止。

7.4.4 以 7.4.2 或 7.4.3 记录到放热的最低试验温度低 $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行恒温 96 h 试验,直到试验记录不到放热为止,记录本次试验的最低放热温度即为恒温放热温度 T_c 。

8 试验结果记录

记录每一次试验的温度、样品量、参比物、试验时间、出现放热的时间和放热功率。

9 精确度

不同实验室使用不同生产厂家的不同型号的仪器,多次测试结果用重复标准偏差表示其精确度,并应符合下述规定:

- 恒温放热温度的重复标准偏差应不大于 $3.4\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 恒温试验的起始放热时间重复标准偏差应不大于 10% ;
- 恒温试验放热功率的重复标准偏差应不大于 4.7% 。

10 试验报告

试验报告应包含下列内容:

- 试验委托单位名称;
- 试验单位名称和试验负责人;
- 送样日期和试验日期;
- 试样和参比物的名称、组分、重量等;
- 仪器型号和样品容器;
- 试样的起始放热温度 T_{ic} 、恒温放热温度 T_c ;
- 列出恒温试验温度、恒温试验时间和试样放热功率的数据表。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
物质恒温稳定性的热分析试验方法
GB/T 29174—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46911 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

5.2 微量量热仪

5.2.1 温度控制器

温度控制器可以控制微量量热仪进行程序升温。恒温控制的准确度为 $\pm 0.02\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度的测量精度为 $\pm 0.01\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.2 热流感应器

热流感应器的量热精确度为 $\pm 20\text{ }\mu\text{W}$,量热检测限为 $4\text{ }\mu\text{W}$,基线漂移为 $<400\text{ }\mu\text{W}/24\text{ h}$ 。

5.2.3 试样容器

试样容器应与试样发生反应,并能承受与试验过程中试样发生焓变相适应的压力。

5.3 称重天平

称重天平的量程应不小于 50 g ,精度: $\pm 0.01\text{ g}$ 。

5.4 参比物

参比物应在试验温度范围内不发生焓变。典型的参比物如煅烧的氧化铝或空容器等。

5.5 校准与标定

5.5.1 校准

仪器的校准按厂商提供的手册进行。

5.5.2 标定

以纯棉纺织物浸油脂为标定物。标定物试验按照附录 A 进行。

6 试样

6.1 取样

选取的试样应能代表所测试物质的性状。

6.2 试样量

6.2.1 测试 T_{ic} 的试样量应按 GB/T 13464 选取。

6.2.2 恒温试验的试样量应考虑仪器的灵敏度、样品容器的容量、试验温度、试验时间和被测物质的热稳定性等因素,一般为 $1\text{ g}\sim 20\text{ g}$ 。

7 试验程序

7.1 测试试样的起始放热温度 T_{ic}

使用差示扫描量热仪或差热分析仪按照 GB/T 13464 的规定测试起始放热温度 T_{ic} 。

7.2 恒温试验温度的选择

7.2.1 恒温试验温度的上限不得高于起始放热温度 T_{ic} 。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准参考了美国试验与材料协会标准 ASTM E 487《化学品恒温稳定性的标准测试方法》(2009 英文版)。

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基础标准分技术委员会(SAC/TC 113/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:公安部天津消防研究所。

本标准主要起草人:陈迎春、刘昶亚、卓萍、郭歌、邓震宇、张彰。

本标准首次发布。