

ICS 59.060.20

CCS W 50

FZ

中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T XXXXX—XXXX

化学纤维 相变材料蓄热和释热性能试验
方法 差示扫描量热法 (DSC)

Man-made fibers—Test method for thermal absorption and release
performance of phase change materials—Differential scanning
calorimetry (DSC)

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出并归口。

本文件起草单位：江苏恒力化纤股份有限公司、北京宇田相变储能科技有限公司、无锡金通高纤股份有限公司、东华大学、中国石化仪征化纤有限责任公司、大连工业大学、上海纺织集团检测标准有限公司、宜宾海丝特纤维有限责任公司、上海里奥纤维企业发展有限公司、潍坊欣龙生物材料有限公司、上海亮丰新材料科技有限公司、上海英伦宝贝儿童用品有限公司、安徽中弘鑫源纺织股份有限公司、上海市纺织工业技术监督所、中国化学纤维工业协会。

本文件主要起草人：郁秀峰、王雪、杜兔平、钱琦渊、相恒学、季轩、张鸿、朱庆芳、张志红、朱长丽、马君志、汪荣华、王耀民、童彪、王丽莉、李德利。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

化学纤维 相变材料蓄热和释热性能试验方法 差示扫描量热法(DSC)

1 范围

本文件描述了化学纤维中相变材料的蓄热和释热性能试验方法—差示扫描量热法(DSC)。本文件适用于相变储能化学纤维以及所用的相变功能添加剂。

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 4146 (所有部分) 纺织品 化学纤维

GB/T 6425 热分析术语

GB/T 19466.3 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第3部分:熔融和结晶温度及热焓的测定

3 术语和定义

GB/T 4146 (所有部分)、GB/T 6425、GB/T 19466.3界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

在流速控制的保护气氛下加热和冷却测试样品,用合适的传感装置检测记录样品和参比样间的能量变化。试样由于能量的吸收和释放,在升温或冷却曲线上以相应的吸热峰和放热峰或者以基线移动的形式表现出转变。

在规定的条件下,采用差示扫描量热仪,在程序温度控制下,测量物质和参比物之间的能量差随温度变化的关系,测得试样熔融、结晶过程的吸热峰、放热峰和基线移位的DSC曲线。以熔融峰温、结晶峰温、熔融焓、结晶焓表征蓄热和释热性能。

5 仪器和设备

5.1 差示扫描量热仪:带制冷设备;采用水杨酸苯酯(熔点为41.79℃,熔融焓为89.4 J/g)校准温度和焓值。

5.2 铝皿:金属铝材质。

5.3 分析天平:分度值为0.01 mg。

5.4 干燥器:装有干燥的变色硅胶作为干燥剂。

5.5 镊子、小棒、样品勺。

5.6 氮气或其他惰性气体:纯度大于99.999%。

6 试样制备

6.1 相变储能纤维

6.1.1 调湿

试样纤维,置于干燥器内干燥平衡24 h。

6.1.2 取样

根据纤维蓬松情况，在（5.0~6.0）mg 之间选定称样量，精确至 0.01 mg。推荐选取 5.0 mg。

6.1.3 制样

将纤维试样捋成与铝皿直径相近的圆饼状。试样可堆叠、折叠或挤压，但不能剪碎。
可用小棒作为辅助工具，帮助捋纤维和压平纤维至铝皿内。

6.2 相变功能添加物

以吸热/放热不影响控温准确性为依据，在（2.0~5.0）mg之间选定称样量，精确至0.01 mg。直接用于测试。

7 试验步骤

7.1 开启差示扫描量热仪，平衡至少 30 min，使仪器内测试环境达到恒定状态。

7.2 装载试样，按以下方式：

- 相变储能纤维试样，压平处理，用镊子将试样置于铝皿中，加盖用压样机压紧；
- 相变功能添加物试样，用镊子或/和样品勺将试样直接置于铝皿中，加盖用压样机压紧。不能用手直接处理试样或试样铝皿。

7.3 用氮气吹扫 5 min，气体流速30 mL/min。打开制冷装置，使仪器降温至待测温度范围以下。此时，将试样铝皿放入仪器的测试位置，将空白铝皿放入参比位置。

7.4 第一次程序升温，以 10℃ /min 的升温速率，从-10℃升温至 70℃，再以 10℃/min 的降温速率降至-10℃。再进行第二次程序升温，从-10℃升温至 70℃，以 10℃/min 的降温速率降至-10℃。记录第二次升温和降温曲线的温度与焓值。

注：本测试条件均为根据当前试验结果所设定的较优参数，实际测试条件的设定可根据具体情况而变化。

7.5 仪器冷却至室温，取出试样铝皿，观察铝皿是否变形或试样有无溢出。

7.6 观察升温曲线和降温曲线的图形，尽量过程平稳。

通过连接峰（熔融是吸热峰，结晶是放热峰）开始偏离基线的两点画一条基线。取点的位置应合理，应在曲线一旦上升或者下降的位置，因为此时已经有放热或者吸热。

由仪器直接测定或积分计算以下结果：

- 外推起始温度、外推终止温度；单位为摄氏度(℃)；
- 熔融峰温(T_{pm})、结晶峰温(T_{pc})；单位为摄氏度(℃)；
- 熔融焓(ΔH_m)、结晶焓(ΔH_c)；单位为焦耳每克(J/g)。

8 结果计算和表示

测定结果以二次平行试验的算术平均值表示，保留三位有效数字。

熔融峰温(T_{pm})、结晶峰温(T_{pc})，二次试验结果的绝对差值，应小于2℃。否则，应重新进行测试。

熔融焓(ΔH_m)、结晶焓(ΔH_c)，二次试验结果的相对差值，对于相变储能纤维，应小于算术平均值的5%；对于相变功能添加物，应小于算术平均值的3%。否则，应重新进行测试。

9 试验报告

试验报告应至少包括：

- a) 所使用的标准（包括发布年号）；
- b) 样品的名称和信息等资料；
- c) 试验参数和工作条件；
- d) 样品的测定结果；
- e) 经协商后对试验步骤的修改提示及其它与本文件不一致的部分；
- f) 观察到的异常现象；
- g) 试验人员和日期。