

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 37631—2019

---

## 化学纤维 热分解温度试验方法

Man-made fiber—Test method for thermal decomposition temperature

2019-06-04 发布

2020-01-01 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出并归口。

本标准起草单位：广州纤维产品检测研究院、上海市纺织工业技术监督所、连云港市纤维检验中心、中国石化仪征化纤有限责任公司、厦门翔鹭化纤股份有限公司、神马实业股份有限公司、上海纺织集团检测标准有限公司、浙江浩睿新材料科技有限公司、桐昆集团股份有限公司、深圳中科中聚创新材料有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、长兴山鹰化纤有限公司、纺织化纤产品开发中心。

本标准主要起草人：罗峻、谭伟新、何昕雨、张锦伟、陈建梅、张冬贵、周祯德、罗文婷、戎智宗、林雪燕、林德苗、戎斐、许昌良、李德利、何泽涵、李晓辉。



# 化学纤维 热分解温度试验方法

## 1 范围

本标准规定了利用热重法测量化学纤维热分解温度的方法。  
本标准适用于化学纤维,化学纤维原料可参照使用。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

## 3 术语和定义

GB/T 4146 和 GB/T 6425 界定的术语和定义适用于本文件。

## 4 原理

在程序温度控制下,测量试样质量随温度变化的关系,得到试样质量与温度的关系曲线(热重曲线),进而获取试样的分解温度。

## 5 设备

### 5.1 热重分析仪

#### 5.1.1 加热炉体

为立式或卧式,具有低热容外壳。

#### 5.1.2 温度控制和测量系统

可在室温至 1 000 °C 温度范围内进行快速的升(降)温。最大升(降)温速率不少于 50 °C/min。  
常用热电偶测量试样温度,温度检测点应位于尽量靠近但不接触试样的位置。

#### 5.1.3 质量称量系统

为下吊式或上皿式。试样的质量小于 50 mg 时,精度为±0.010 mg。

#### 5.1.4 操作软件 and 数据处理系统

可在预定温度范围内实现线性速率扫描。  
数据处理系统可显示质量损失和温度的关系,并记录试样质量和温度的变化。

## 5.2 试样皿

试样皿应具有足以承载至少 10 mg 试样的形状和尺寸,由可承受最高使用温度且不与试样发生反应的材质制成。

## 5.3 环境气氛

氮气或其他惰性气体,纯度大于 99.999%。可根据实际应用需求更改环境气氛,如选择氧气或空气作为氧化环境气氛。无论何种气体,其含水量(质量分数)应小于 0.001%。

## 6 样品制备

### 6.1 取样方法

6.1.1 长丝直接从被检卷装上随机取出一段长约 10 m 丝束。

6.1.2 短纤维从被检包装中随机取出 0.5 g 左右的纤维。

### 6.2 制样方法

用剪刀将试样剪短,试样长度应小于所用坩埚的内径。

### 6.3 试样质量

试样质量 5 mg~10 mg。若试样的密度较小或放入坩埚时如有溢出可减少试样质量。

## 7 试验步骤

7.1 试样皿清理。

7.2 将清理后未装载试样的试样皿装载进入仪器,设定气体类型、气体流速、起始温度、终止温度以及程序温度间的升降温速率等实验参数,热重分析仪调零。

推荐试验参数:氮气气氛、100 mL/min 吹扫流速、15 °C/min 升温速率、起始温度为 50 °C、终止温度为 800 °C。

注 1: 通入气流时会引起热重分析仪中质量称量系统浮力和对流的变化。即使实际质量不变,也会观察到质量的表观变化,且质量测量精度会下降。宜在与实际测量相同的升温速率及气体流速下进行无试样的预运行,以观察质量的表观变化。

注 2: 试验参数可根据实际应用需求进行更改,如环境气氛、吹扫流速、升温速率、起止温度等。

7.3 将装载试样的试样皿置入仪器,气体流速稳定后,记录试样质量。

7.4 开始执行温度程序并记录热重曲线。

注: 测量中可以更换气体,但需使用相同的流速。此外,宜使用密度接近的气体,以减少浮力对结果的影响,若无法使用密度接近的气体,则需进行浮力修正。

## 8 结果表述

### 8.1 曲线表示

以质量分数变化量与温度(简称 TG 曲线)的形式表示热重数据。

## 8.2 单阶质量降低时的热分解温度

在 TG 曲线中起始段上作切线和 TG 曲线上斜率最大点处作切线,二切线的交点(见图 1 中 A 点),A 点所对应的温度  $T_A$  为热分解温度,结果保留至小数点后一位。

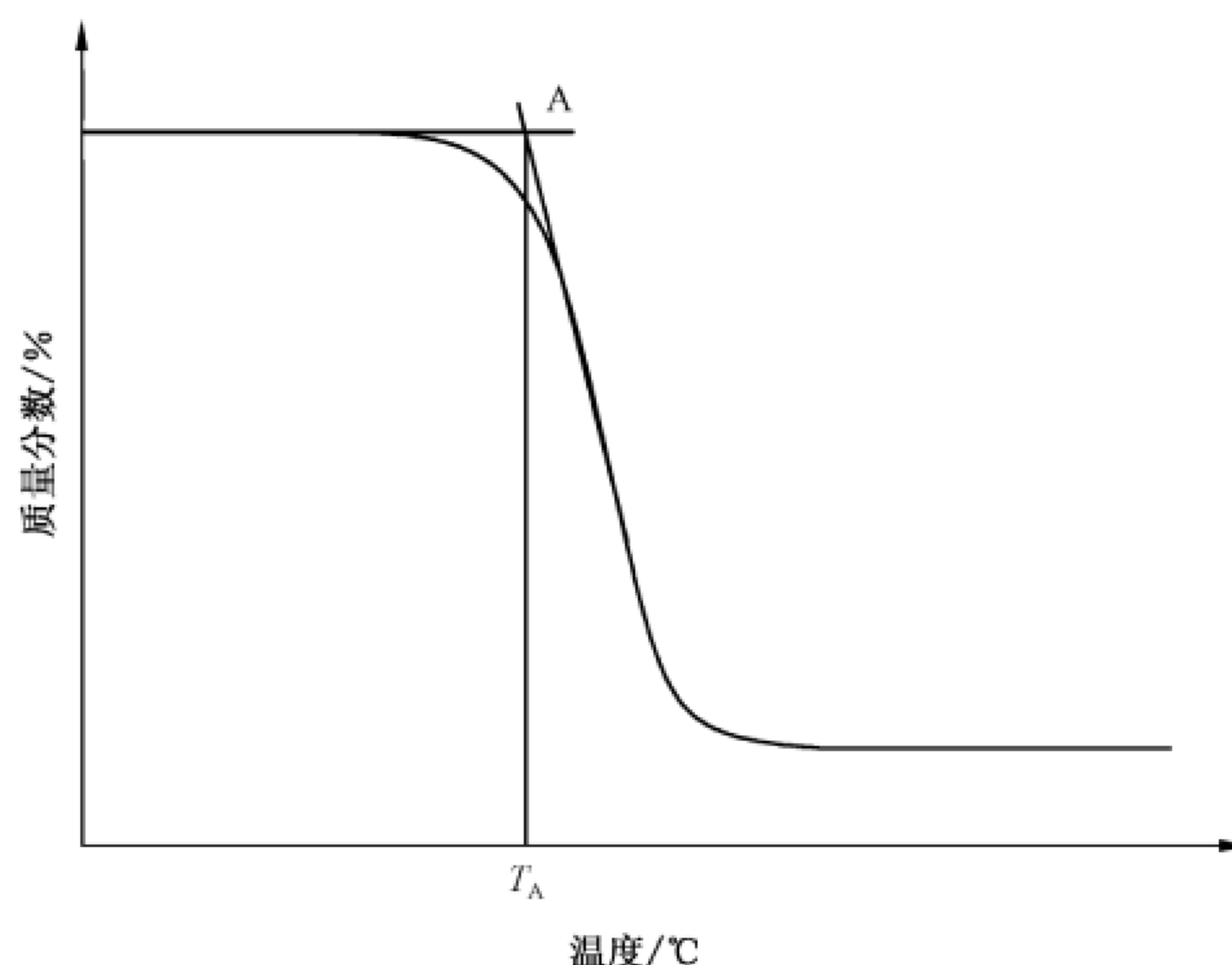


图 1 单阶质量降低的 TG 曲线示例

## 8.3 多阶质量降低时的热分解温度

若质量降低等于或超过两阶时,分别按 8.2 中所述方法确定  $A_1$ 、 $A_2$ ... $A_n$  等点(见图 2)。根据这些点,确定不同阶段的温度  $T_{A1}$ 、 $T_{A2}$ 、... $T_{An}$  等。

图 2 中  $A_1$ 、 $A_2$  点所对应的温度  $T_{A1}$ 、 $T_{A2}$  分别为第一阶段、第二阶段的热分解温度,结果保留至小数点后一位。

其他阶热分解温度的确定方法相同。

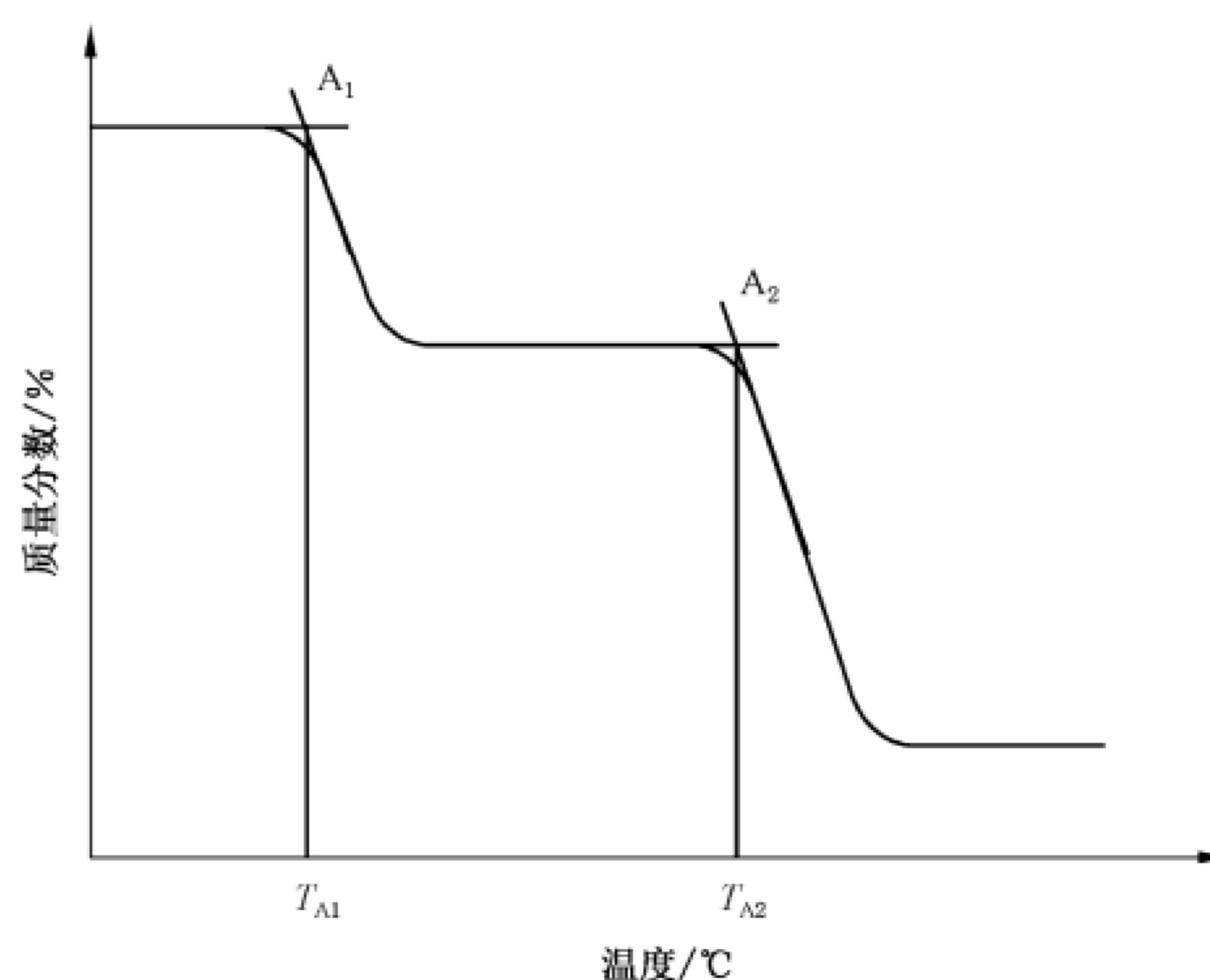


图 2 多阶质量降低的 TG 曲线示例

如果 TG 曲线在第一阶和第二阶反应未呈现质量恒定过程(见图 3),则这部分曲线斜率最小点的切线与第二阶曲线斜率最大点的切线的交点为起始点  $A_2$ 。

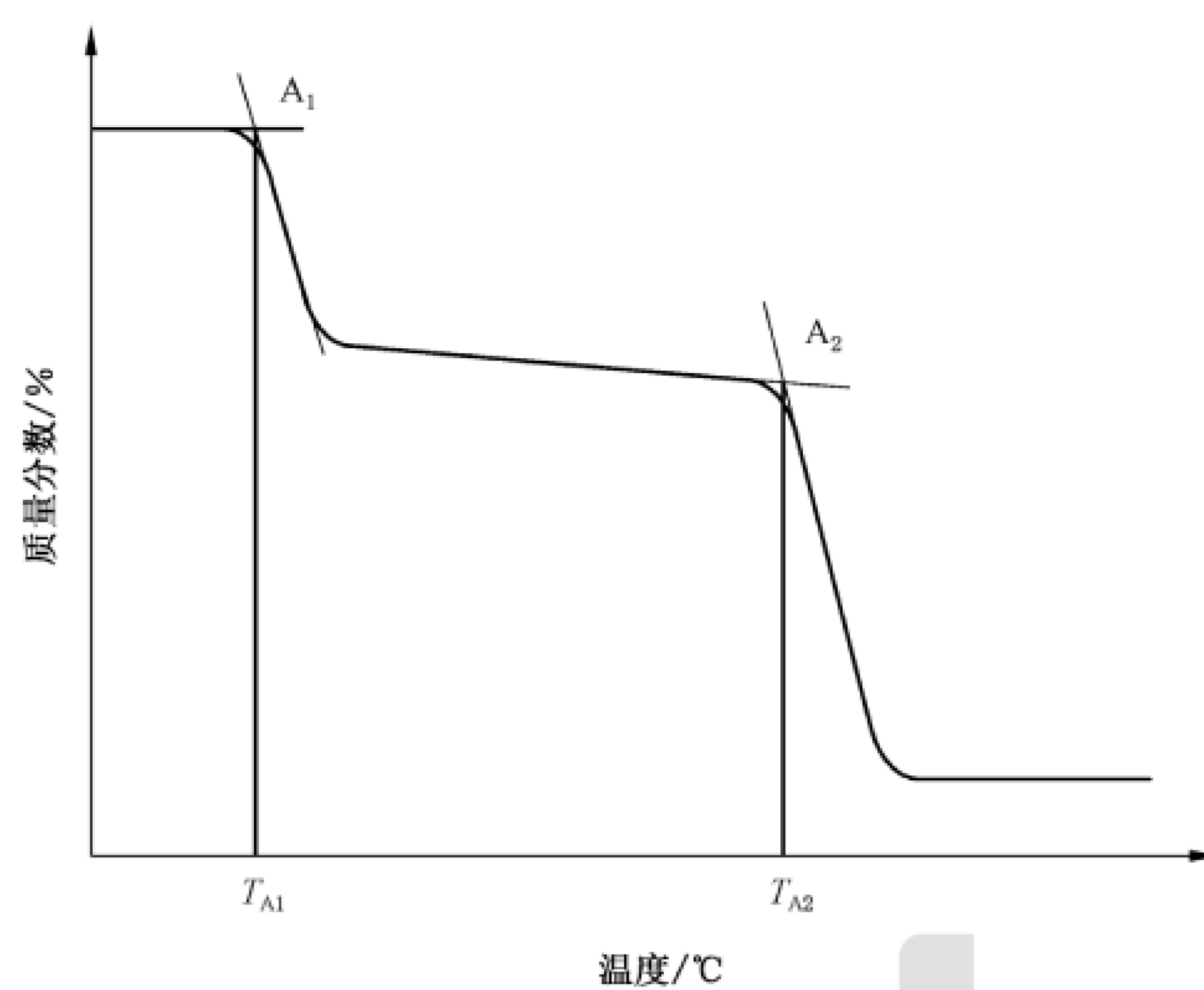


图3 反应未达质量恒定的多阶质量降低 TG 曲线示例

## 9 试验结果的精密度

参见附录 A。

## 10 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 试验依据的标准编号；
- b) 试样的来源、描述和编号；
- c) 所使用仪器的型号；
- d) 试样坩埚的尺寸及材质；
- e) 试样的质量；
- f) 测试条件,包括环境气氛、气体流量、测试的温度范围和升温速率；
- g) 测试结果,包括热重曲线图和分解温度；
- h) 试验中出现的异常现象；
- i) 试验日期。

附 录 A  
(资料性附录)  
试验结果的精密度

### A.1 概述

表 A.1 给出了实验室间的试验结果。精密度数据是由 9 个实验室对五种品种进行试验并每个品种重复试验两次获得的。所获结果按 GB/T 6379.2—2004 确定。

### A.2 重复性

按正常和正确的操作方法,由同一操作员使用同一的设备,在短时间对两组相同试样测定的两个平均值之差。

测定 20 次最多一次超过表 A.1 给出的重复性限。

### A.3 再现性

按正常和正确的操作方法,由两个不同实验室操作员使用不同的设备,对两组相同试样测定的两个平均值之差。

测定 20 次最多一次超过表 A.1 给出的再现性限。

表 A.1 五种品种的精密度数据

单位为摄氏度

品 种	平均值	重复性限 $r$	再现性限 $R$
超高分子量聚乙烯纤维	465.8	4.2	10.2
对位芳纶	575.0	9.5	15.9
聚酯纤维	422.1	6.6	11.8
聚酰胺纤维	423.2	3.5	12.7
聚四氟乙烯纤维	554.4	18.6	19.1

### A.4 平均值

由两组试样测定的两个平均值。

若它们的差值超出表 A.1 所给出的重复性限和再现性限,就认为是可疑或不等效。按 A.1 作出的任何判断置信度为 95%(0.95)。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
-