

中华人民共和国公共安全行业标准

GA/T 505—2004

材料的火灾场景烟气制取方法

Method of preparing the fire scenario effluents from a material

2004-06-17 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国公安部 发布

前 言

本标准根据我国在材料烟气制备方法学研究取得的成果和材料产烟毒性评价及成分分析的实践经验，参考国际标准化组织技术报告 ISO TR 9122-4（1993-05-15）“火灾气流毒性试验第四部分：火灾模型（用于小规模试验的炉子和燃烧装置）”制订。

制订“材料的火灾场景烟气制取方法”标准的目的是为了满足不同材料燃烧烟气毒性评价和火灾毒性危险预测的需要。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由公安部消防局提出。

本标准由全国消防标准化技术委员会第七分委员会归口。

本标准起草单位：公安部四川消防研究所。

本标准主要起草人：李邦昌、张羽、刘霖。

材料的火灾场景烟气制取方法

1 范围

本标准规定了材料连续产生模拟火灾场景毒性烟气的制取方法和装置。

本标准适用于材料产烟毒性危险评价及相关毒物成分分析。

本标准不适用于实际火灾场景烟气流温度模拟和实际火灾场景演变过程模拟。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO TR 9122-4 (1993-05-15) 火灾气流毒性试验 第4部分:火灾模型(用于小规模试验的炉子和燃烧装置)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

火灾场景气氛 fire scenario atmosphere

指火灾现场的某个空间,被烟气污染的环境气氛状态。不同的火灾现场或不同的火场局部空间,在不同时间可能呈现不同的火灾场景气氛。

3.2

材料的火灾场景烟气 fire scenario atmosphere from a material

指材料产生的烟气按某种火灾场景气氛呈现的状态。它是材料产生的烟气和环境空气形成的混合气体(流)。

3.3

材料产烟浓度 C concentration of the specimen mass for smoke

一种反映材料的火灾场景烟气与材料质量关系的参数,即单位空间所含的产烟材料的质量数,mg/L。

3.4

材料产烟率 Y yield of smoke from material

指材料在产烟过程中进入空间的质量相对于材料总质量的百分率。它是一种反映材料热分解或燃

烧进行程度的参数。

3.5

充分产烟率 sufficient yield of smoke

材料最大的或接近最大的产烟率。

3.6

烟气流量 F flow of fire effluents

一种描述烟气流动性能的参数，即烟气单位时间内流动的体积，L/min。

3.7

材料产烟速率 R rate of generating smoke from a material

指单位时间内进行热分解及燃烧的材料质量数，mg/min。

3.8

稳定热分解及燃烧 steady decomposition and combustion

指材料产烟速率 R 和材料产烟率 Y 不随时间改变的热分解及燃烧过程。

3.9

稳态浓度烟气流 steady fire effluents on concentration

烟气中组成浓度随时间变化都处于相对稳定的烟气流。

4 方法原理

本标准采用 ISO TR 9122-4 中 4.2 推荐的产烟装置。其方法特点是：在等速载气流下，稳定供热的环形炉对质量均匀的条形试样进行等速移动扫描加热，能够实现稳定热分解和燃烧，获得稳态浓度烟气流。这种烟气流能够模拟一种火灾场景气氛。改变材料质量，从而改变产烟速率；改变温度，改变载气或稀释气流量，可以模拟不同的火灾场景气氛。

5 火灾场景烟气流制取装置

5.1 装置的结构

火灾场景烟气流制取装置见图 1。

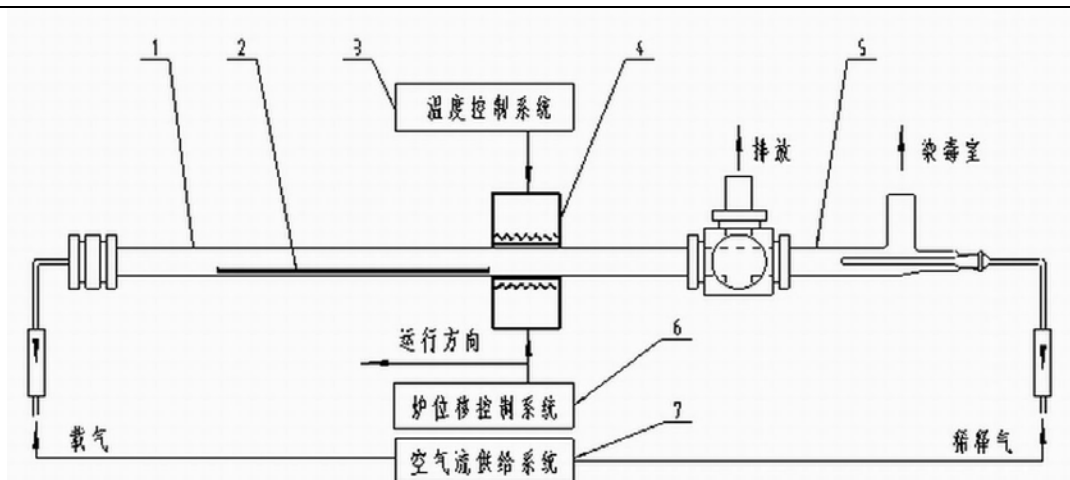
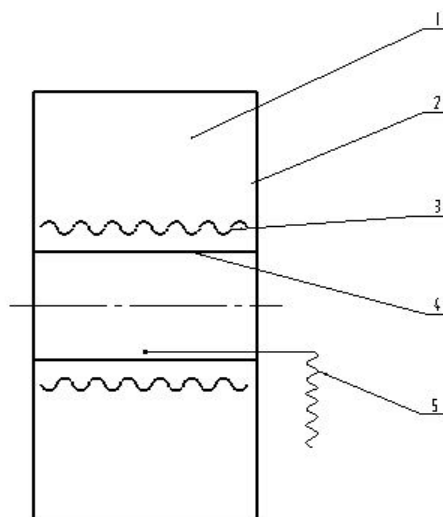


图 1 火灾场景烟气流制取装置示意图

- 1——石英管；
- 2——石英试样舟；
- 3——温度控制系统
- 4——环形炉
- 5——烟气采集配给组件；
- 6——炉位移控制系统；
- 7——载气和稀释气供给系统。

5.1.1 环形炉

环形炉如图 2 所示，由炉壳、炉体、炉管和电加热丝组成，环形炉供热面为炉管内壁。炉管内径尺寸为 $\phi 47^{+1}_{-1}$ mm，长度为 100^{+10}_{-5} mm。电加热丝绕组及功率应能满足 5.2 要求。



- 1—炉体； 2—炉壳； 3—电热丝； 4—炉管； 5—控温热电偶

图 2 环形炉结构示意图

5.1.2 温度控制系统

温度控制系统由控温热电偶，冷端温度补偿器和温度控制器组成。控温热电偶应为外径 1mm 铠装 K 型热电偶。控温热电偶测试端应稳固地贴在环形炉中段内壁表面，其冷端应经冷端温度补偿后和温度控制器连接。温度控制器的控温方式宜采用比例微分积分 (P. I. D) 温度控制方式，它应满足对环形炉内壁温度静止时控制偏差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，运行时控制偏差在 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 的要求。温度控制系统对环形炉的温度控制应满足 5.2 要求。

5.1.3 炉位移控制系统

炉位移控制系统应能满足使环形炉位移速率在 $(10 \pm 0.1) \text{mm/min}$ ，可移动距离 $\geq 600 \text{mm}$ 的要求。

5.1.4 石英管

石英管尺寸：外径 $\phi 40_{-1}^{+2} \text{mm}$ ，管壁厚 $2 \text{mm} \pm 0.5 \text{mm}$ ，长度 $1000_{0}^{+300} \text{mm}$ ，公称通径 ϕ 为 $(36 \pm 0.5) \text{mm}$ 。

GA/T 505—2004

5.1.5 石英试样舟

石英试样舟尺寸应符合图 3 要求。

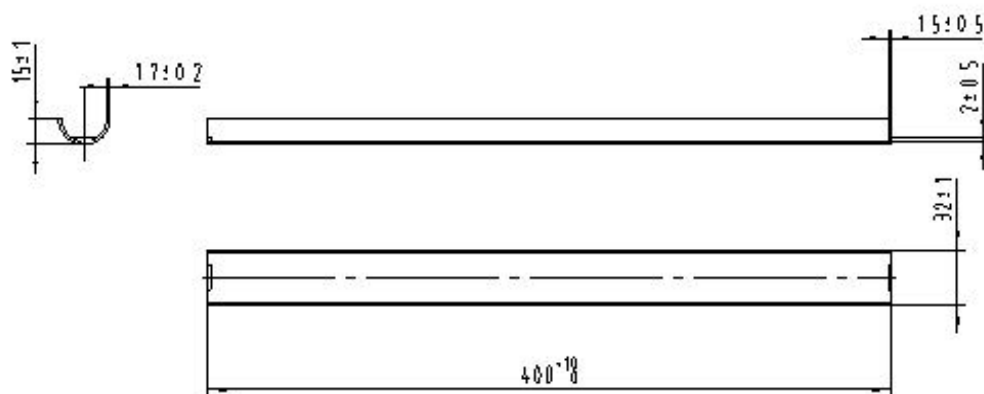


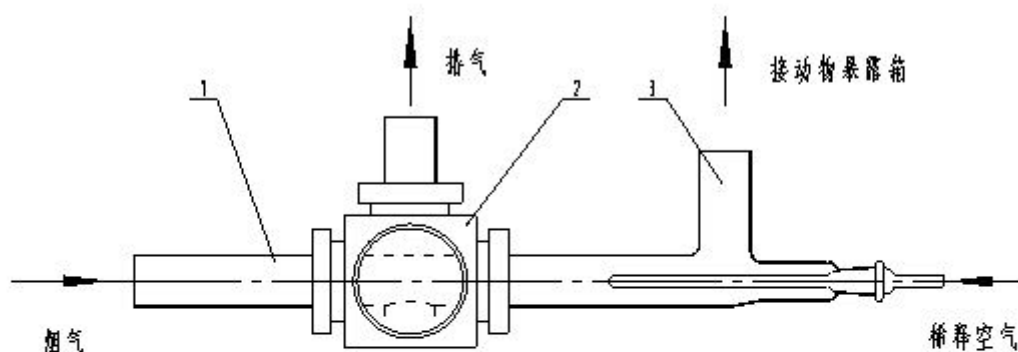
图3 石英试样舟 (单位: mm)

5.1.6 载气和稀释气供给系统

载气和稀释气供给系统由空气源(瓶装压缩空气或空气压缩机抽取环境空气)和可调节的 2.5 级气体流量计及输气管线组成。

5.1.7 烟气采集配给组件

烟气采集配给组件如图 4 所示，由三通旋塞、稀释气输入管和配气弯管组成，所有烟气流经管公称通径 ϕ 为 $(36 \pm 0.5) \text{mm}$ 。



1 石英管；2 三通旋塞；3 配气导管。

图4 烟气采集配给组件(单位: mm)

5.2 装置的校准

5.2.1 校温参照物

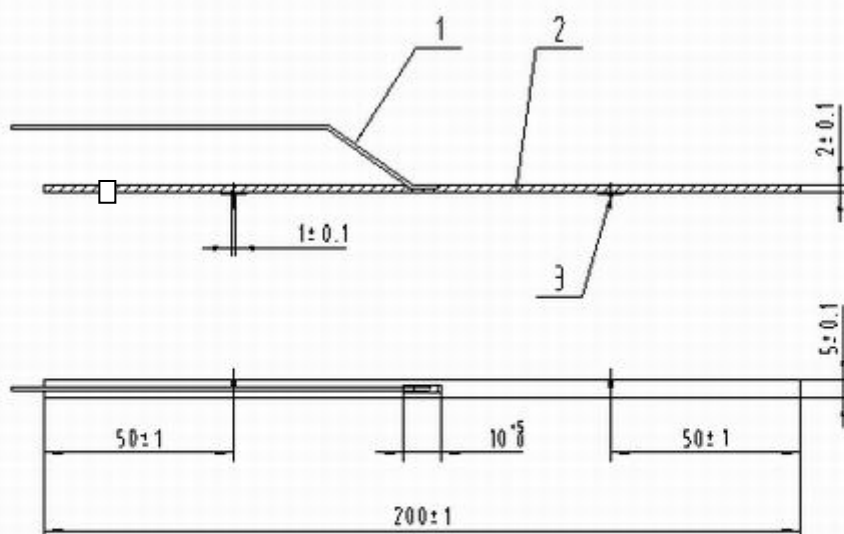
校温参照物由外径 1mm 的 K 型铠装热电偶 (2 级) 和 1 Cr 18Ni9Ti 材料感温片经高熔银焊焊接而成, 尺寸应符合图 5 要求。

5.2.2 环形炉供热强度校准步骤

按图 6 安放校温参照物, 连接温度记录仪。选择载气流量为 5 L/min, 设定环形炉内壁温度为 300 °C~1000 °C 范围中任一值, 让环形炉升温, 使静态温度控制在 ± 1.0 °C, 并维持至少 2 min。运行炉子对校温参照物进行扫描加热, 记录校温参照物测得的时间-温度曲线, 它应满足表 1 要求。

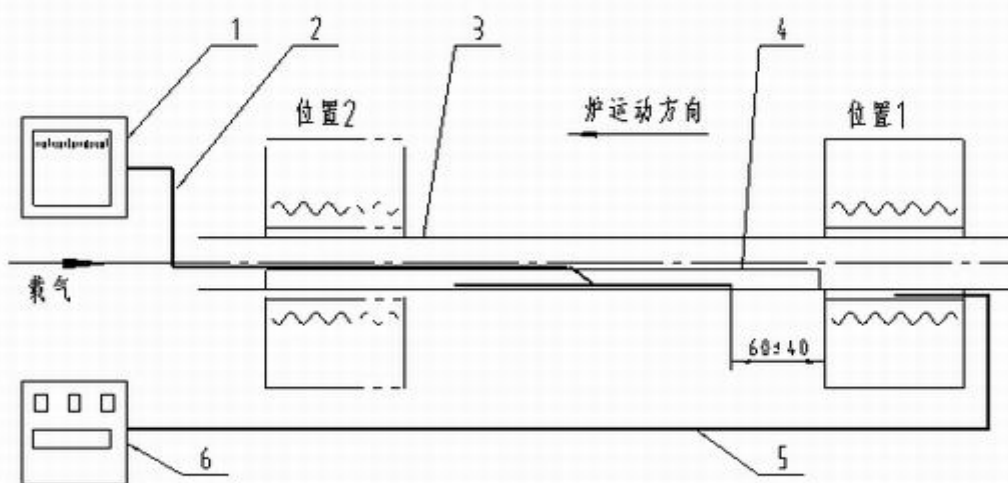
表 1 环形炉供热强度规定

测量时间, min	$t_{\theta_{\max}}-10$	$t_{\theta_{\max}}-5$	$t_{\theta_{\max}}$	$t_{\theta_{\max}+5}$	$t_{\theta_{\max}+10}$
测量温度占 θ_{\max} 的百分率, %	15 \pm 10	65 \pm 10	100	70 \pm 10	45 \pm 10
注					
1 θ_{\max} 为峰值温度					
2 $t_{\theta_{\max}}$ 为峰值温度 θ_{\max} 出现的时刻					



1 热电偶；2 参照物；3 支撑足。

图5 校温参照物（单位：mm）



1 温度记录仪；2 载气热电偶；3 石英管；4 石英舟；5 控温热电偶；6 温度控制系统。

图6 校温示意图（单位：mm）

5.2.3 试验加热温度 T 的确定和校准

试样受热温度随载气流量和环形炉内壁设定温度(或控温设定毫伏值)选定而确定。确定某一载气流量和环形炉内壁温度下的试验加热温度，应按 5.2.2 操作步骤在选定的载气流量和环形炉内壁温度条件下进行，以两次校准试验的时间—温度曲线的峰值温度 (θ_{\max}) 平均值定为该条件下的加热温度 T ，两次 θ_{\max} 测试值之差应 $\leq 0.75 T\%$ 。

若改变载气流量或环形炉内壁温度，或两者同时改变，测得的试验加热温度变化在 $\pm 0.75 T\%$ 范围内，可视为加热温度条件不变。

对试验加热温度 T 应进行定期或不定期校准, 尤其是更换炉丝或变动控温热电偶位置后, 应重新进行标定。

6 材料产烟浓度的计算和设计

材料产烟浓度由基本关系式计算确定, 设计一种材料产烟浓度将需要进行试件的设计和气流量的选择。

6.1 基本关系式

$$C=R/F \dots\dots\dots(1)$$

式中:

C ——材料产烟浓度, 单位为毫克每升 (mg/L) ;

R ——材料产烟速率, 单位为毫克每分钟 (mg/min) ;

F ——烟气流量, 单位为升每分钟 (L/min) 。

$$R=VM/L \dots\dots\dots(2)$$

式中:

R ——材料产烟速率, 单位为毫克每分钟 (mg/min) ;

V ——环形炉移动速率, 10mm/min;

M ——试件质量, 单位为毫克 (mg) ;

L ——试件长度, 单位为毫米 (mm) 。

6.2 试件长度和质量

6.2.1 试件长度按下式确定:

$$L \geq tV + L_0 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

L ——试件长度, 单位为毫米 (mm) ;

t ——试验烟气流供给时间, 单位为分钟 (min) ;

V ——环形炉移动速率, 10mm / min;

L_0 ——环形炉长度, 100mm。

例如, 需要提供某种火灾场景烟气流供给时间为 30min, 试件长度应取作 $L \geq 400$ mm。

6.2.2 试件质量按下式确定:

$$M = CFL / V \dots\dots\dots(4)$$

式中:

M ——试件质量, 单位为毫克 (mg) ;

C ——材料产烟浓度, 单位为毫克每升 (mg/L) ;

F ——烟气流量, 单位为升每分钟 (L/min);

L ——试件长度, 单位为毫米 (mm) ;

V ——环形炉移动速率, 10mm/min。

例如，需要制取材料产烟浓度为 10mg/L 的火灾场景烟气，若烟气流量 F 取为 5L/min，则 400mm 长的试件质量应为 2000mg；若烟气流量取为 10L/min，则 400mm 长的试件质量应为 4 000mg。

6.3 气流量的选择

一般情况下，载气流量 F_1 取作 5L/min，稀释气流量 F_2 按下式确定：

$$F_2 = F - F_1 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

F_2 ——稀释气流量，L/min；

F ——烟气流量，L/min；

F_1 ——载气流量，L/min。

当烟气流量 $F \leq 5\text{L/min}$ 时，取 $F_1 = F$ ， $F_2 = 0$ 。

6.4 调整

6.4.1 当按设计值制作试件，实际质量与设计值出现偏差时，为保证产烟浓度 C 的要求，可以按实际制作的试件长度和质量，根据 (4) 和 (5) 式对稀释气流量 F_2 和烟气流量 F 进行调整。

GA/T 2505—2004 材料的可燃性，产烟过程中有时会出现不连续火焰燃烧，获得非稳态浓度烟气流。为了避免

这种情况的发生，获得稳态浓度烟气流，可以按 (4) 和 (5) 式对试件质量和载气流量调整，或按 8.4 进行。

7 材料产烟率的确定

7.1 材料产烟率的计算

材料产烟率 Y 按下式计算获得：

$$Y = \frac{M - M_0}{M} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

Y ——材料产烟率，%；

M ——试件质量，单位为毫克 (mg)；

M_0 ——试件经环形炉一次扫描加热后残余物质量，单位为毫克 (mg)。

7.2 充分产烟率的确定：

当按 (6) 式获得产烟率后，有下述情况之一的材料产烟率确定为充分产烟率：

- a 产烟过程中出现阴燃或火焰，残余物为灰烬；
- b 产烟率 $> 95\%$ ；
- c 随加热温度再增加 100°C ，产烟率的增加 $\leq 2\%$ 。

8 加热温度 T 的选择

8.1 制取充分产烟率无火焰烟气，加热温度一般取 600°C 。若产烟过程中发生火焰燃烧，则加热温度应往下取 (如 500°C 、 450°C 、 400°C)；若试样质量较大，热分解或燃烧不充分 (残余物还可产烟)，加热温度应往上取 (如 650°C 、 700°C 或 750°C)。

8.2 制取某种材料相同产烟浓度的不同产烟率烟气,应取不同的加热温度。选择具体加热温度应根据试验要求或参照附录 A 进行。

8.3 制取某种材料的相同产烟率而不同产烟浓度的烟气,一般应取相同加热温度、相同尺寸试件和相同载气流量,改变稀释气流量获得。

8.4 为了避免出现不连续火焰燃烧,或者有时为了获得持续的火焰燃烧烟气,可以改变加热温度,或按 6.4.2 进行。

9 试件制作及处理

9.1 试件应制成均匀长条形。不能切割成条状的试样,应将试样加工拼接成均匀条形,安放在石英舟内。

9.2 对于受热易弯曲或收缩的材料,试件制作可采用缠绕法或捆扎法(用 $\phi 0.5\text{mm}$ 铬丝)将试件固定在平直的 $\phi 2\text{mm}$ 铬丝上。

9.3 对于颗粒状材料,应将颗粒试样均匀铺在石英试样舟内作为试件,其长度和质量应与 6.2 相符合。

9.4 对于有流动性的液体材料,制作试件应采用浸渍法或涂覆法将试样和惰性载体制成均匀不流动试件,存放在石英试样舟内。浸渍用惰性载体宜在干燥的矿棉、硅酸铝棉、石英砂或玻璃纤维布中选择,涂覆用惰性载体宜选择玻璃纤维布。进行产烟浓度计算和确定产烟率时,应扣除惰性载体质量。

9.5 试件应在环境温度 $(23\pm 2)\text{℃}$ 、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 条件下进行状态调节至少 24 h 以达到质量恒定。

10 火灾场景烟气流制取步骤

10.1 调节环形炉到合适位置(见图 6),按所选加热温度 T 设定环形炉内壁温度,开启载气至设计流量,参照校温操作程序使环形炉升温并达到静态控制稳定。

10.2 当静态温度控制在 $\pm 1\text{℃}$ 并稳定 2 min 后,放入石英试样舟和试件,使试件距环形炉 20 mm;启动炉运行,逐步对试件进行扫描加热。

10.3 当环形炉行进到试件前端时开始计时,通过三通旋塞将初始 10 min 产生的烟气直接排放掉。

10.4 开启稀释气至设计流量,旋转三通旋塞,让烟气进入稀释混合弯管,经混合后排出的烟气流即是供给试验的稳态浓度火灾场景烟气流。

10.5 在稳态浓度烟气流供给时间结束时,或供给试验的烟气需要终止时,旋转三通旋塞让剩余烟气直接排放掉。

10.6 让环形炉全部移过试样,停止加热,及时取出试件残余物称量,计算材料产烟率。

10.7 为准备下一次烟气制取试验,环形炉应回复原位。若有必要,可进行环形炉加热反运行,以对石英管或石英舟上的烟垢进行清洗。

11 材料的火灾场景烟气的表示法

GA/T 505—2004

11.1 描述材料的一种火灾场景烟气应包括材料名称、材料产烟浓度、材料产烟率及火焰情况，例如：

聚氯乙烯烟气(30mg/L, 74%, 无火焰)

柳桉木材烟气(56mg/L, 100%, 持续火焰燃烧)

柳桉木材烟气(8.9mg/L, 100%, 无火焰)

有机玻璃钢复合材料(25mg/L, 80%, 无火焰)

11.2 详细描述一种材料的火灾场景烟气流，除 11.1 表示外，还可增加烟气流量、氧浓度和毒物组成浓度等参数，例如：

聚氯乙烯烟气(30mg/L, 74%, 无火焰, 5L/min, O₂: 20.4%, CO: 800×10^{-6} , CO₂: 0.74%, HCl: $4\ 900 \times 10^{-6}$)。

柳桉木材烟气(23mg/L, 100%, 无火焰, 7 L/min, O₂: 19.4%, CO: $3\ 400 \times 10^{-6}$, CO₂: 1.02%)。

附录 A
(资料性附录)
制取不同产烟率烟气的加热温度选取方法

A.1 方法一(试探法):

A.1.1 首先确定材料充分产烟率和加热温度, 见 7.2 和 8.1。

A.1.2 比照充分产烟率加热温度, 试探着逐步降低加热温度(如每次按 50℃或 100℃降低), 直至降到产烟率趋近于零, 选取产烟率差别明显的加热温度作为试验加热温度。

A.2 方法二(固定多点法):

分别按 200℃、300℃、400℃、500℃、600℃、700℃选取加热温度, 计算产烟率。

A.3 方法三(热分析参数法):

取材料热重分析(TGA)的初始分解温度, 各失重阶段中点温度(即热失重微分曲线 DTG 峰值温度), 差热分析(DTA)放热峰起始温度或峰值温度作为加热温度, 可获得差别明显的产烟率烟气和充分产烟率烟气。
