

doi:10.11707/j.1001-7488.20160309

# 木材试样形态对 CONE 热释放特性参数的影响\*

袁丽萍 黄自知 胡云楚

(中南林业科技大学材料科学与工程学院 长沙 410004)

**摘 要:** 【目的】对比测试不同木材加工形态样本的锥形量热 (CONE) 热释放特性参数,探究不同木材试样形态对 CONE 热释放特性参数的影响规律和作用机制,为 CONE 热释放特性参数选择、材料燃烧过程评估以及阻燃机制研究提供依据。【方法】在  $50 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$  热辐照功率下,通过 CONE 测定 7 种加工方式和形态不同杨木试样的热释放速率 (HRR) 及其峰值 (PHRR)、总热释放量 (THR)、有效燃烧热 (EHC) 等 CONE 热释放特性参数。【结果】通过分析不同木材试样热释放特性参数试验值的算术平均误差 ( $\Delta X$ )、相对误差 ( $E_r$ ) 和标准偏差 ( $S$ ) 可知,在 PHRR, MHRR, THR 和 MEHC 4 个热释放特性参数测定结果中,平均有效燃烧热 (MEHC) 的误差估算值最小,而 PHRR 的误差估算值最大;粉状试样的 PHRR, MHRR, THR, MEHC 4 个热释放特性参数试验值的误差估算值远小于板状试样的误差估算值,如 PP, FPP 2 个粉状试样的 MHRR 试验值的标准偏差 ( $S_{\text{MHRR}}$ ) 分别为 1.2 和  $1.1 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ , 远低于其他 5 种标准板状试样,约为  $S_{\text{MHRR}}$  最大的 PPB 的 1/8。【结论】4 个热释放特性参数中,MEHC 主要受燃烧状态影响,而 PHRR 除了与燃烧过程有关外,还受试样自身和外界因素的影响。粉状试样热释放特性参数试验值的精密度优于板状试样,重现性好、可靠性高,完全适用于实验室内部测试和材料配方筛选等各种科学研究,可减少制备标准试样所需的材料和时间,为简化 CONE 试验试样制作工艺提供了科学依据。

**关键词:** 锥形量热仪; 试样形态; 热释放特性参数; 标准偏差; 精密度

中图分类号: S781.37 文献标识码: A 文章编号: 1001-7488(2016)03-0075-07

## Influence of Wood Sample Forms on CONE Calorimeter Results

Yuan Liping Huang Zizhi Hu Yunchu

(College of Materials Science and Engineering, Central South University of Forestry & Technology Changsha 410004)

**Abstract:** 【Objective】Cone calorimeter sample shape and size affect its experimental results. In order to clarify whether the powder samples are appropriate for CONE tests or not, seven different forms of wood samples were investigated by cone calorimeter. Study on the influence of sample shape and size on cone heat release parameters have important significance on selecting heat release parameters, evaluating combustion process and researching flame retardant mechanism. 【Method】Seven different processing methods and forms of wood samples were investigated by cone calorimeter under a heat flux of  $50 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$ . The PHRR (peak of heat release rate), HRR (heat release rate), THR (total heat release), EHC (effective heat combustion) results were measured. 【Result】Through analyzing the arithmetical mean error ( $\Delta X$ ), relative error ( $E_r$ ) and standard deviation ( $S$ ) of the cone calorimeter results from seven types of wood samples, it was found that the error estimate of MEHC (mean of effective heat combustion) was the minimum and the error estimate of PHRR was the maximum in PHRR, MHRR, THR, MEHC four thermal parameters determination results. And the above-mentioned four heat release parameters of powder samples had low error estimates, far less than those of the plate samples. Such as two powdery samples of PP and FPP, their  $S_{\text{MHRR}}$  respectively are 1.2 and  $1.1 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-2}$  respectively, which was about 1/8 of PPB and far lower than values of five plate samples. 【Conclusion】The experimental results show that MEHC is mainly influenced by the combustion process, while the PHRR is influenced by the combustion state, sample itself and the external factors. Furthermore, the precision of the powdery samples is better than that of the plate samples, being with good reproducibility and high reliability. Therefore, powdery samples is suitable to be used in laboratory test and materials selection in scientific research, which can save the materials and time prepare the standard samples, and provide scientific basis to simplify the experimental sample of cone processing technology.

收稿日期: 2015-04-16; 修回日期: 2015-10-10。

基金项目: 湖南省自然科学基金项目 (2015JJ2204); 国家自然科学基金项目 (31170521)。

\* 胡云楚为通讯作者。

**Key words:** cone calorimeter; sample form; heat release parameter; standard deviation; precision

锥形量热 (CONE) 仪是以氧消耗原理为基础的聚合物材料燃烧性能测定仪 (Thornton, 1917), 由 CONE 获得的可燃材料在火灾中的燃烧参数有多种, 包括热释放速率 (heat release rate, HRR)、总热释放量 (total heat release, THR)、有效燃烧热 (effective heat combustion, EHC)、点燃时间 (transmission time interval, TTI)、烟及毒性参数和质量变化参数 (mass loss rate, MLR) 等 (Huggett, 1980; Babrauskas *et al.*, 1996; Scharte *et al.*, 2005; Redfern, 1989)。CONE 是火灾科学研究的重要手段, 具有其他小型燃烧试验和实体试验不能比拟的优点, 可预测材料着火危险性、评价材料烟释放能力、研究阻燃材料的阻燃特性及阻燃机制等 (Hagen *et al.*, 2009; Babrauskas, 1984; Grexa *et al.*, 2001; Spearpoint, 1999; Luche *et al.*, 2011)。当前 CONE 试验标准样本为 10 cm × 10 cm 的板材, 但有研究表明, 缩小 CONE 试验样本的大小是可行的 (Lindholm *et al.*, 2012), 而 Nussbaum 等 (1986) 研究指出, 增加加热锥的大小来研究 20 cm × 20 cm 样本可获得更有效的热释放速率峰值 (peak of heat release rate, PHRR) 和平均热释放速率 (mean of heat release rate, MHRR)。已有研究较少关注 CONE 试验样本的不同形态如粉末、液态等对试验结果的影响, 而在实验室使用粉末或液态样本可节省大量的时间和物质。

粉状试样能否广泛适用于 CONE 试验来进行材料改性配方的筛选及实验室内部的各种测试以减少制备标准样本所需的材料和时间, 其试验结果的可靠性和重现性至关重要, 而试验结果的可靠性与重现性由试验结果误差估算中的精密度来评价。一个理想的分析方法与结果, 既要求有好的精密度, 又要求有好的准确度。试验数据的精密度是保证准确度的先决条件, 在消除系统误差以后, 精密度高, 准确度也高 (李云雁等, 2015; Lukošius *et al.*, 2003; Barford, 1985)。只有试样的 CONE 试验结果具有高的精密度和好的重现性, 才能客观、准确地描述材料燃烧的内在规律。因此, 分析试样的不同形态对 CONE 试验结果精密度的影响规律, 揭示带来偶然误差的样本加工环节及其误差形成的原因, 可为材料燃烧、防火等研究中的 CONE 试验设计提供科学依据, 为研究不同因素对材料燃烧时热 - 质转化规律的影响、阻燃剂的筛选和阻燃机制研究提供便利。

本研究通过测定杨木粉 (PP)、APP 阻燃杨木粉

(FPP)、杨木粉板 (PPB)、APP 阻燃杨木粉板 (FPPB)、杨木实木板 (PB)、胶合板 (PW) 和纤维板 (FB) 7 种试样的 CONE 热释放特性参数, 探索 CONE 试验样本的不同形态对其试验结果的影响, 旨在为 CONE 试验试样的制作工艺提供科学依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

锥形量热仪, FTT0007, 英国 FTT 公司; ARA520 电子天平, 梅特勒 - 托利多仪器有限公司; 特制匣体坩埚, 坩埚包括内腔和外壁, 外壁尺寸为 100 mm × 100 mm × 15 mm, 内腔尺寸为 100 mm × 100 mm × 10 mm, 材质为纯度 90% 以上刚玉, 耐受温度为 1 800 °C。聚磷酸铵 (APP), 工业级, 未经处理直接使用; 酚醛树脂胶, 湖南省桃花江木业提供。

### 1.2 试验材料

杨木粉试样 (PP): 宜华木业有限公司提供的杨木粉 (粒径小于 0.841 nm, 含水率 10%), 称取 15.0 g 均匀铺放在内腔表层覆盖铝箔的刚玉坩埚中。

APP 阻燃杨木粉试样 (FPP): 宜华木业有限公司提供的杨木粉 (粒径小于 0.841 nm, 含水率 10%), 添加 APP 于研钵中研拌 30 min 以混合均匀, 然后称取 15.0 g 含 10% APP 的阻燃木粉均匀铺放在内腔表层覆盖铝箔的刚玉坩埚中。

杨木粉板试样 (PPB): 宜华木业有限公司提供的杨木粉 (粒径小于 0.841 nm, 含水率 10%), 添加 10% 的酚醛树脂胶 (固含量 40%), 在 2.0 ~ 3.0 MPa、180 °C 下热压成型, 制成 100 mm × 100 mm × 6 mm 试样。

APP 阻燃木粉板试样 (FPPB): 宜华木业有限公司提供的杨木粉 (粒径小于 0.841 nm, 含水率 10%), 添加 APP 研磨后加 10% 的酚醛树脂胶 (固含量 40%), 在 2.0 ~ 3.0 MPa、180 °C 下热压成型, 制成含 10% APP 的 100 mm × 100 mm × 6 mm 阻燃木粉板。

杨木实木试样 (PB): 宜华木业有限公司提供的材质均匀的杨木, 制成 100 mm × 100 mm × 10 mm 试样。

胶合板试样 (PW): 福湘木业有限公司生产的胶合板, 制成 100 mm × 100 mm × 7 mm 试样。

纤维板试样 (FB): 福湘木业有限公司生产的纤维板, 制成 100 mm × 100 mm × 9 mm 试样。

### 1.3 CONE 试验方法

粉状试样的 CONE 试验: 称取 15.0 g 样品, 均匀铺放在内腔表层覆盖铝箔的坩埚中, 然后将装有样品的坩埚水平放置在不锈钢样品架上(胡云楚等, 2011)。采用 FTT Cone Calorimeter, 在  $50 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$  热辐照功率下对样品进行系统研究。每个样品进行 10 个平行试验。

标准试样的 CONE 试验: 按 ISO5660-1-2002 标准, 将 CONE 试样除受热面外的所有面用铝箔纸包裹, 放入不锈钢样品架中, 在铝箔底部阻隔热传递, 在  $50 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$  热辐照功率下对样品进行系统研究。每个样品进行 10 个平行试验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 CONE 试验结果的误差分析

2.1.1 热释放速率峰值 (PHRR) 和平均热释放速率 (MHRR) 的误差估算 热释放速率是火灾试验中

的一个重要参数, 广泛用于描述材料的可燃性和燃烧行为 (Babrauskas *et al.*, 1992; Janssens, 1991)。表 1 为不同形态木材试样的热释放速率试验数据, 按格拉布斯准则所有数据无可疑值剔除, 均可按  $n=10$  计算。依  $n>5$ , 运用贝塞尔公式估算不同形态木材 CONE 热释放特性参数试验值的标准偏差 (李云雁等, 2015; 黄景祥, 1995), CONE 试验所得 PHRR, MHRR 试验数据的相关误差估算结果见表 2。

$$\text{算术平均误差: } \Delta X = \frac{\sum |X_i - \bar{X}|}{\sqrt{n(n-1)}}; \quad (1)$$

$$\text{相对误差: } E_r = \frac{\Delta X}{\bar{X}} \times 100\%; \quad (2)$$

$$\text{标准偏差: } S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}。 \quad (3)$$

表 1 不同形态木材试样的热释放速率试验值

Tab. 1 The experimental data of the heat release rate from different forms of wood samples

试样 Samples	HRR / ( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
PP	PHRR	234.5	233.6	231.3	235.2	228.7	215.8	214.5	221.0	227.9	220.9
	MHRR	54.3	53.4	55.3	53.5	54.3	53.5	54.3	54.7	52.8	50.9
FPP	PHRR	144.6	147.0	141.1	142.8	146.0	140.0	139.8	154.6	141.1	146.1
	MHRR	38.5	37.8	38.9	37.7	35.9	35.8	37.1	38.5	38.6	37.3
PPB	PHRR	654.2	637.0	723.2	573.5	717.4	647.8	598.8	692.6	675.4	720.5
	MHRR	152.9	156.0	173.9	161.6	167.2	144.4	147.8	166.1	159.7	168.3
FPPB	PHRR	193.5	201.5	193.0	191.6	131.4	187.9	168.4	206.6	196.5	195.3
	MHRR	56.4	82.3	70.7	76.0	73.1	79.7	69.9	80.1	71.8	76.4
PB	PHRR	246.8	256.1	261.6	293.0	326.4	285.8	290.8	263.7	265.2	280.5
	MHRR	112.4	104.2	117.9	115.4	117.7	113.8	114.4	115.9	120.5	116.9
PW	PHRR	296.9	288.3	318.9	318.8	351.4	371.8	385.5	361.6	399.5	343.7
	MHRR	109.1	132.0	115.4	124.6	110.4	112.3	124.2	118.0	126.2	133.2
FB	PHRR	341.7	361.3	377.0	450.6	332.7	294.0	370.8	353.7	343.6	425.1
	MHRR	128.4	111.2	131.2	128.8	121.4	124.1	124.1	138.7	129.8	131.2

表 2 不同形态木材试样热释放速率试验值的误差估算

Tab. 2 The error estimation of the heat release rate of experimental data from different forms of wood samples

试样 Samples	$\Delta X_{\text{PHRR}} /$ ( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )	$E_{r\text{PHRR}}$ (%)	$S_{\text{PHRR}} /$ ( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )	$\Delta X_{\text{MHRR}} /$ ( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )	$E_{r\text{MHRR}}$ (%)	$S_{\text{MHRR}} /$ ( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )
PP	7.0	3.1	7.7	0.93	1.7	1.2
FPP	3.5	2.4	4.5	0.92	2.4	1.1
PPB	44	6.6	52	8.0	5.0	9.5
FPPB	16	8.3	22	5.5	7.5	7.4
PB	19	7.0	23	3.1	2.7	4.4
PW	32	9.3	37	7.9	6.6	8.7
FB	34	9.4	45	5.6	4.4	7.3

由表 2 可知, 试样 FPP 的 PHRR 试验值的所有误差估算值是 7 种不同形态木材试样中最小的, 其次是 PP 试样。而实验室压制的 PPB 的算术平均误

差和标准偏差最大, 尤其是其  $S_{\text{PHRR}}$  高达  $52 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , 分别是 FPP 和 PP 的 11.6, 6.75 倍。另外, 4 种板状试样的误差估算值也较高, 就标准偏差而言,

FPPB 的  $S_{PHRR}$  为  $22 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , PW 与 FB 的  $S_{PHRR}$  也高达 37 和  $45 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ 。同时可知粉状试样 PP, FPP 的 MHRH 试验值的所有误差估算值是所有试样中最小的, 其  $S_{MHRH}$  分别为 1.2,  $1.1 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , 远低于其他 5 种标准板状试样, 约为  $S_{MHRH}$  最大的 PPB 的 1/8。试验数据的误差估算表明, 粉状试样的 PHRR 和 MHRH 测定结果具有更好的精密度。

高的精密度预示着测定结果好的准确度和再现性, 在 7 种不同形态木材试样的 CONE 试验中, 粉状试样的热释放速率试验值都具有较小的误差估算, 表明粉状试样的测定结果具有更好的精密度, 可重复性高, 这可能是因为木粉试样的组成均匀、稳定, 成分的差异性很小, 且每次取样质量相同。而 FPP 的  $S_{PHRR}$  和  $S_{MHRH}$  具有比 PP 更低值, 这可能是因为 APP 与木粉的研混过程使得试样更均匀。杨木实木

板 PB 的误差估算较大可能是因其来自不同杨树的相同部分或同一杨树的不同部分, 以致杨木燃烧过程中的开裂时间、裂纹形状、裂纹深度会出现差异而影响试验结果。木粉板 PPB 和 FPPB、胶合板 PW、纤维板 FB 测定结果的误差估算大, 可能是压板和施胶等工艺过程、复杂而多变的存放环境以及燃烧过程中试样的开裂、裂纹形状和深度、轻微卷翘等多因素所导致。

2.1.2 总热释放量 (THR) 与平均有效燃烧热 (MEHC) 的误差估算 不同形态木材试样的 THR 和平均有效燃烧热 (mean of effective heat combustion, MEHC) 的试验结果分别列于表 3, 4。根据式 (1) ~ (3) 计算的 THR 和 MEHC 的误差估算结果列于表 5。

表 3 不同形态木材试样的总热释放量试验值

Tab. 3 The experimental data of total heat release from different forms of wood samples

试样 Samples	THR / ( $\text{MJ}\cdot\text{m}^{-2}$ )									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PP	20.1	19.5	18.9	19.5	19.3	18.7	19.8	20.5	18.8	18.3
FPP	8.14	7.78	8.18	7.96	8.37	8.27	8.08	8.33	7.89	7.69
PPB	52.0	56.2	55.7	56.7	54.3	52.7	50.3	54.1	50.6	56.0
FPPB	32.5	31.4	30.5	29.0	29.7	28.1	32.6	33.2	31.7	27.9
PB	54.0	48.4	54.9	50.2	52.4	49.0	52.1	54.5	52.4	52.0
PW	46.4	52.2	47.4	50.5	48.6	52.3	53.4	51.3	53	56.6
FB	63.6	57.9	63.7	67.0	66.2	68.9	72.0	72.2	72.1	72.8

表 4 不同形态木材试样的平均有效燃烧热试验值

Tab. 4 The experimental data of mean effective heat combustion from different forms of wood samples

试样 Samples	MEHC / ( $\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ )									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PP	13.8	14.0	13.7	14.0	13.9	14.1	14.1	14.0	13.7	13.8
FPP	7.67	7.46	7.54	7.78	7.60	7.57	7.73	7.84	7.91	7.83
PPB	14.2	13.6	14.3	14.2	12.9	13.0	12.9	13.7	12.4	13.4
FPPB	9.67	8.87	9.09	8.55	9.21	9.79	9.13	8.69	8.94	9.56
PB	12.5	12.3	12.2	12.2	12.8	12.0	12.1	12.6	12.1	12.2
PW	11.5	11.6	11.5	11.9	11.6	13.0	12.2	12.6	12.9	12.9
FB	11.2	11.1	10.9	9.66	10.8	11.5	11.9	12.0	12.0	12.0

表 5 不同形态木材试样的总热释放量和平均有效燃烧热试验值的误差估算

Tab. 5 The error estimation of THR and MEHC of experimental data from different forms of wood samples

试样 Samples	$\Delta X_{THR} /$	$E_{f, THR}$	$S_{THR} /$	$\Delta X_{MEHC} /$	$E_{f, MEHC}$	$S_{MEHC} /$
	( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )	(%)	( $\text{MJ}\cdot\text{m}^{-2}$ )	( $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ )	(%)	( $\text{MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
PP	0.57	2.9	0.68	0.13	0.96	0.15
FPP	0.20	2.5	0.23	0.13	1.7	0.15
PPB	2.1	3.8	2.4	0.58	4.3	0.66
FPPB	1.7	5.6	1.9	0.34	3.8	0.41
PB	1.8	3.4	2.2	0.24	1.8	0.27
PW	2.5	4.8	3.1	0.56	4.6	0.60
FB	4.2	6.2	4.9	0.62	5.5	0.76

由表 5 可知,与 5 个标准板状试样相比,2 个粉状试样的 THR 和 MEHC 试验值的误差估算仍是最小的。试样 FPP 的  $S_{THR}$  为  $0.23 \text{ MJ}\cdot\text{m}^{-2}$ , 不仅小于 PP 的  $S_{THR}$  ( $0.68 \text{ MJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ), 也远小于其他 5 个板状试样的标准偏差; 工业产品 FB 的  $S_{THR}$  最大, 为  $4.9 \text{ MJ}\cdot\text{m}^{-2}$ , 是试样 PP 的 7 倍多。根据表 5 所示 7 种试样 MEHC 试验值的误差估算, PP 和 FPP 的 MEHC 测定结果的算术平均误差、相对误差和标准偏差是所有试样中最小的, 纤维板 FB 的 MEHC 数据误差估算最大, 其次为 PPB 和 PW。THR 和 MEHC 试验值的误差估算结果表明, FPP 仍是所有木材试样中试验数据精密度最好的, 其次是 PP。

综合表 2 和表 5 可知, 对于同一个试样来说, CONE 试验的 PHRR, MHRR, THR 和 MEHC 4 个热参数中, MEHC 试验值的所有误差估算是最小的, 其次是 THR, 而 PHRR 试验值的误差估算最大。以 PB 试样的标准偏差为例, 其 MEHC 的标准偏差为  $0.27 \text{ MJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ , MHRR, THR 的标准偏差分别为  $2.2 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ ,  $4.4 \text{ MJ}\cdot\text{m}^{-2}$ , 而它的  $S_{PHRR}$  高达  $23 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-2}$ 。这说明 PHRR 更容易受到试样自身和外界因素的影响, 用 PHRR 解释材料燃烧危险性时, 与 HRR, THR 相结合会更具说服力; MEHC 值的误差估算小, 表明材料分解释放出的挥发物燃烧时主要与燃烧状态有关, 不易受试样形态等因素的影响, 使得 MEHC 值比其他热释放参数具有更好的精密度和重现性。

相比杨木板、胶合板等标准试样, 粉状试样

测定结果的误差估算小、精密度高, 具有更好的重现性和可靠性。在 CONE 试验中采用粉状试样, 可简化试样制作程序, 减少人力物力, 利于材料的燃烧、阻燃、防火研究及阻燃机制的探索。采用粉状试样进行 CONE 试验便于研究各种单一因素对材料燃烧时物理、化学变化的影响规律, 而排除压板工艺、加工助剂等众多因素的影响, 更能解释材料燃烧本质和影响机制, 便于探讨不同阻燃剂的作用机制, 能为木质材料的研究提供科学依据, 为胶合板、纤维板等工业产品的制备和改进提供服务。

## 2.2 CONE 试验的燃烧残余物

图 1 为燃烧前的杨木粉 PP 和 7 种不同形态木材试样的 CONE 试验燃烧产物的数码照片。从图中可以看出, 杨木粉燃烧后的残余物表面还像燃烧前一样平整, 而 APP 阻燃杨木粉试样 FPP 四角在燃烧过程中轻微翘起, 这是由于 APP 分解产生气体所致。5 种标准试样燃烧后的残余物形貌表明, 在燃烧过程中, 不同试样有不同程度的弯曲、开裂、轻微卷翘等试样形貌的改变, 这些改变导致试样内层未燃烧部分与氧气接触而继续燃烧, 从而影响 CONE 的试验结果。所以, 在研究阻燃剂的阻燃机制时, 粉状试样的 CONE 试验结果干扰因素少, 结果更可靠, 也更具有说服力。

## 2.4 CONE 热释放参数的试验值与平均值

不同形态木材试样 PHRR, MHRR, THR 和 MEHC 的准确度与精密度的关系如图 2 所示。

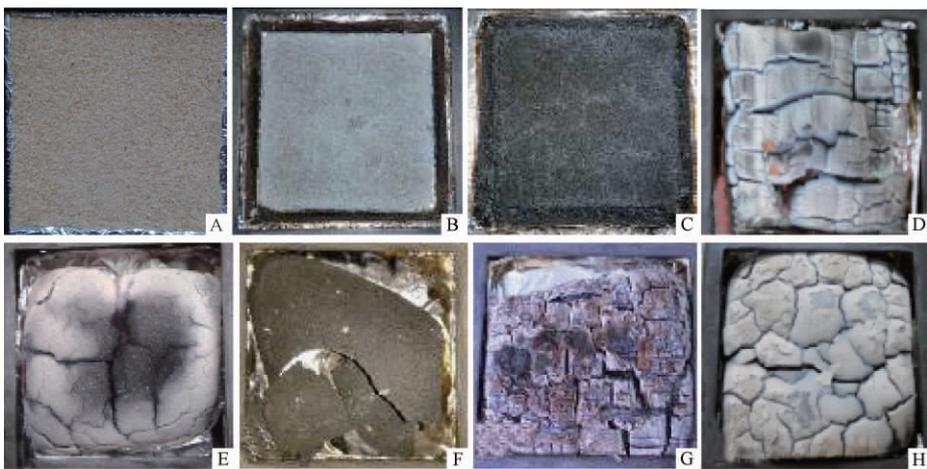


图 1 杨木粉试样和 7 种不同形态木材试样的 CONE 试验燃烧残余物

Fig.1 Poplar powder sample and the digital photographs of the residue chars after CONE tests

A. 杨木粉试样 Poplar powder sample; B: PP, C: FPP, D: PB, E: PPB, F: FPPB, G: PW, H: FB.

准确度表示测定结果与真实值的符合程度, 而精密度反映测定结果的重现性。由于真实值是未知的, 忽略平均值与真实值之间的误差, 平均值近似等

于真实值。从图 2a 可知, PP 与 FPP 的 PHRR 试验结果的平均值与各个试验值很接近, 而杨木实木板 PB 有 1 个试验值偏离平均值较远。杨木粉板 PPB

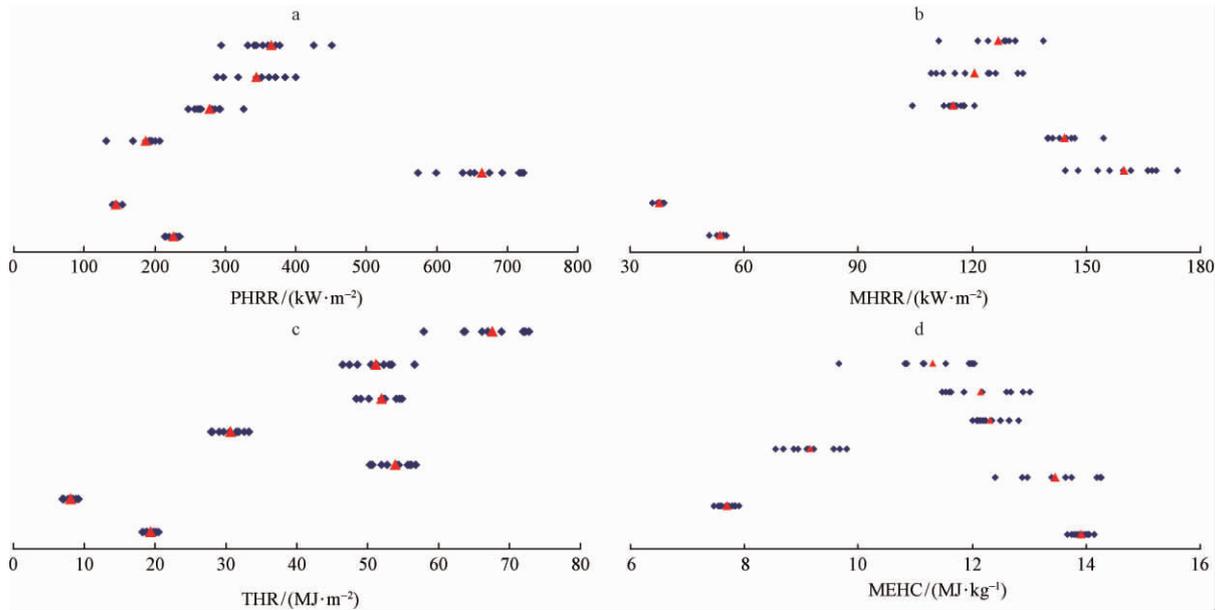


图 2 不同形态木材试样 CONE 热释放特性参数试验值与平均值的关系

Fig. 2 Relationship of the measured value and the mean value of wood samples

◆ 试验值 Measured value ▲ 平均值 Mean value.

样品从上到下依次为 PP, FPP, PPB, FPPB, PB, PW, FB。Samples from the bottom to top: PP, FPP, PPB, FPPB, PB, PW, FB.

的试验值偏离平均值的情况比 PB 更严重。胶合板 PW 和纤维板 FB 的 10 个试验值中也出现了个别值偏离平均值较远。图 2b, c, d 中, 各试样的 MHRR, THR, MEHC 试验结果也与 PHRR 情况类似。相比杨木板、胶合板等板型材料, 粉状试样的测定结果具有很好的精密度和准确度, 可靠性高。因此, 采用粉状试样来进行 CONE 试验研究, 不仅能解决制备标准试样所需苛刻条件、费时费力成本昂贵的难题, 也有更高的试验重现性和可靠性。

### 3 结论

从 7 种不同形态木材试样的热释放特性参数试验值的  $\Delta X$ ,  $E_r$  和  $S$  可知, 在 PHRR, MHRR, THR, MEHC 4 个热释放特性参数测定结果中, MEHC 的误差估算值是所测 4 个热释放特性参数中最小的, 而 PHRR 的误差估算值最大。在 4 个热释放特性参数中, PHRR 值最易受到试样自身和外界因素的影响, 与 HRR, THR 相结合使用更具说服力; 而 MEHC 值主要与试样燃烧状态有关, 不易受试样形态等因素的影响, 具有更高的重现性和可靠性。

综合而知, 相比 PP, FPP 的  $S_{PHRR}$  为 7.7 和 4.5  $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , FPPB 的  $S_{PHRR}$  为 22  $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , PW 与 FB 的  $S_{PHRR}$  为 37  $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$  和 45  $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , PPB 的  $S_{PHRR}$  高达 52  $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ 。PP, FPP 的  $S_{MHRR}$  分别为 1.2, 1.1  $\text{kW}\cdot\text{m}^{-2}$ , 约为  $S_{MHRR}$  最大的 PPB 的 1/8。PP, FPP 的  $S_{THR}$ ,  $S_{MEHC}$  也是 7 种不同形态木材试样中最小的。

同样, PP 和 FPP 的 THR, MEHC 试验结果的误差估算值也远小于 5 种板状试样。因此, PP, FPP 试验数据精密度高, 具有更好的重现性和可靠性; 而且 PP, FPP 试样的制样简单, 原料需求量少, 制样耗时短, 可节省大量的人力物力, 符合低碳环保的要求。所以粉状试样适合于 CONE 试验尤其适于实验室进行材料防火阻燃处理、阻燃剂等助剂的筛选以及阻燃机制探究等工作量大的科学研究。

### 参 考 文 献

- 胡云楚, 王梅, 袁利萍. 2011. 一种用锥形量热仪测定粉末或液体样品燃烧性能的方法, 中国: 201100435599 (P).
- (Hu Y C, Wang M, Yuan L P. 2011. A powder or liquid sample is measured by cone calorimeter. China: 201100435599 (P). [in Chinese])
- 黄景祥. 1995. 几种标准差估计方法的精密度比较和评价. 中国计量学院学报, (S1): 94-97.
- (Huang J X. 1995. Comparison of the estimation accuracy of some evaluation methods for standard deviation. Journal of China Institute of Metrology, (S1): 94-97. [in Chinese])
- 李云雁, 胡传荣. 2015. 实验设计与数据处理. 北京: 化学工业出版社, 3-18.
- (Li Y Y, Hu C R. 2015. Experiment design and data processing. Beijing: Chemical Industry Press, 3-18. [in Chinese])
- Babrauskas V, Peacock R D. 1992. Heat release rate: the single most important variable in fire hazard. Fire Safety Journal, 18 (3): 255-272.
- Babrauskas V. 1984. Development of the cone calorimeter—a bench-scale heat release rate apparatus based on oxygen consumption. Fire

- and Materials, 8 (2) : 81 – 95.
- Babrauskas V, Grayson S. 1996. Heat release in fires. London: E & FN Spon (Chapman & Hall).
- Barford N C. 1985. Experimental measurements: precision, error and truth. John, Wiley & Sons, Printed and Bound in Great Britain.
- Grexa O, Lübke H. 2001. Flammability parameters of wood tested on a cone calorimeter. Polymer Degradation and Stability, 74 (3) : 427 – 432.
- Hagen M, Hereid J, Delichatsios M A, *et al.* 2009. Flammability assessment of fire-retarded nordic spruce wood using thermogravimetric analyses and cone calorimetry. Fire Safety Journal, 44 (8) : 1053 – 1066.
- Huggett C. 1980. Estimation of rate of heat release by means of oxygen consumption measurements. Fire Mater, 4 (2) : 61 – 65.
- Janssens M. 1991. Rate of heat release from wood products. Fire Safety Journal, 17 (3) : 217 – 238.
- Lindholm J, Brink A, Hupa M. 2012. Influence of decreased sample size on cone calorimeter results. Fire Mater, 36 (1) : 63 – 73.
- Luche J, Rogaume T, Richard F, *et al.* 2011. Characterization of thermal properties and analysis of combustion behavior of PMMA in a cone calorimeter. Fire Safety Journal, 46 (7) : 451 – 461.
- Lukošius A, Vekteris V. 2003. Precision of heat release measurement results. Measurement Science Review, 3 : 13 – 16.
- Nussbaum R M, Östman B A L. 1986. Larger specimen for determining rate of heat release in the cone calorimeter. Fire and Materials, 10 (3/4) : 151 – 160.
- Redfern J P. 1989. Rate of heat release measurement using the Cone Calorimeter. Therm Anal Calorim, 35 (6) : 1861 – 1877.
- Schartel B, Bartholomai M, Knoll U. 2005. Some comments on the use of cone calorimeter data. Polym Degrad Stabil, 88 (3) : 540 – 547.
- Spearpoint M J. 1999. Predicting the ignition and burning rate of wood in the cone calorimeter using an integral model. NIST GCR 99 – 775, 425.
- Thornton W M. 1917. The relation of oxygen to the heat of combustion of organic compounds. Philos Mag Ser, 33 : 196 – 203.

(责任编辑 石红青)