



Sveučilište u Zagrebu / University of Zagreb  
**Tekstilno-tehnološki fakultet**  
Faculty of Textile Technology

# Primjena mikro-kalorimetra za sagorijevanje u razvoju i karakterizaciji tekstilnih materijala

Sandra Flinčec Grgac

[sflincec@ttf.hr](mailto:sflincec@ttf.hr)



# Veličine uzoraka pri ispitivanju gorivosti

*Mikro-kalorimetar  
za sagorijevanje MCC* TGA, DSC



*Testovi za ispitivanje gorivosti*



Milligram

Gram

Kilogram

Tona

Veličina uzorka

---

Micro kalorimetra za sagorjevanje je razvijen od strane Državne uprave za zrakoplovstvo SAD-a (Federal Aviation Administration (FAA)) kao pomoć industriji pri istraživanju procesa zapaljenja i gorenja u svrhu razvijanja ne gorivih materijala za prijevozna sredstva s naglaskom na zrakoplovstvo.

Instrument je potvrđen od strane nacionalnog konsenzusa ASTMa International i sada je prihvaćen u ASTM standardu pod oznakom D7309.

Sva mjerenja provedena na instrumentu rađena su u skladu s danim standardom:

ASTM D7309-07, Standard Test Method for Determining Flammability Characteristics of Plastics and Other Solid Materials Using Microscale Combustion Calorimetry, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007

---

Mikrokalorimetar za sagorijevanje (MCC) je uređaj koji prati ne goruću pirolitičku razgradnju tvari uz dovođenje topline te na visokim temperaturama smjese plinova dušika i kisika.

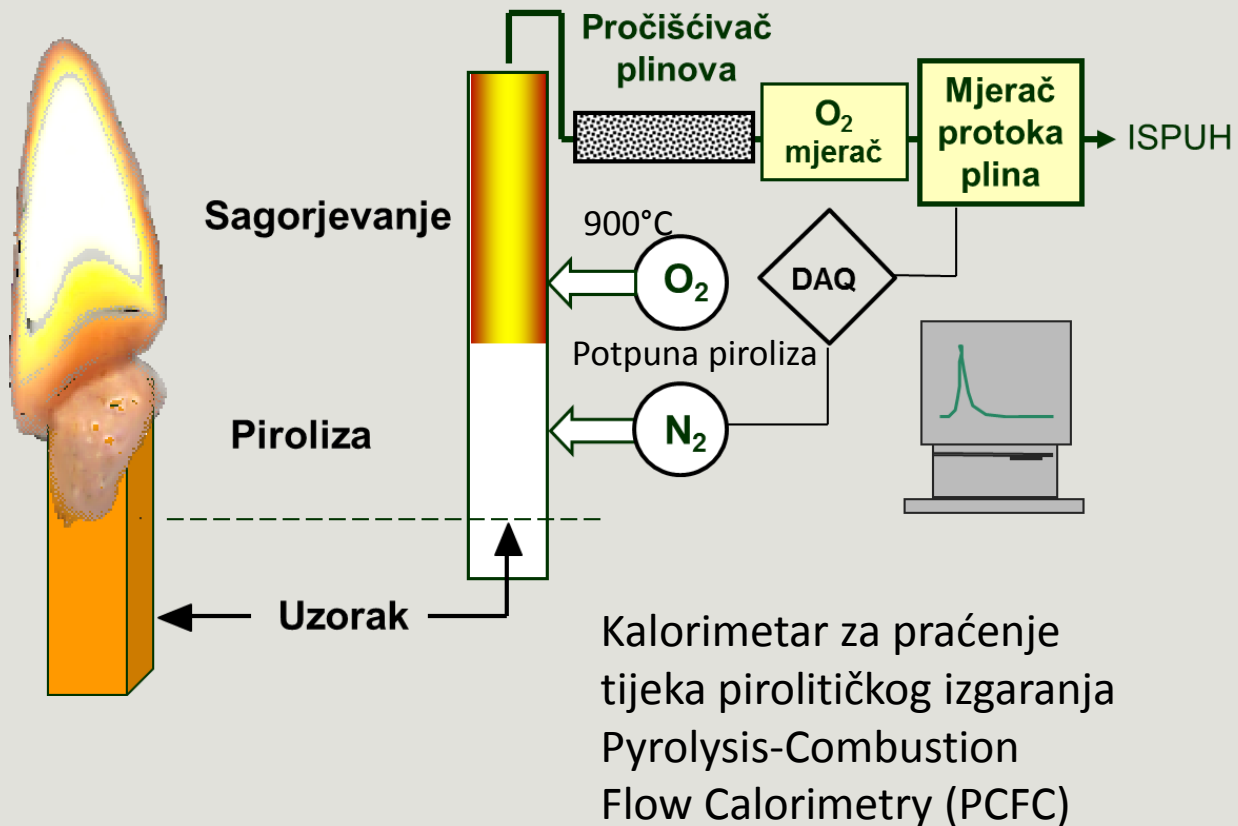
Izgaranje s pojavom plamena nastaje kada dolazi do miješanja plinovitih gorivih plinova sa zrakom (kisikom) pri visokoj temperaturi.

U tom procesu dolazi do potpune razgradnje ispitivanog materijala na plinovite produkte i pougljenjeni ostatak.

Granica osjetljivosti uređaja je min. 5mW.

Instrument je izuzetno koristan zbog svoje sposobnosti mjerenja čitavog niza podataka na uzorku veličine od 0,5 do 50 mg .

## MJERENJE KAPACITETA OTPUŠTENE TOPLINE



- Oprema se sastoji od komore za uzorke, komore za pirolizu i izgaranje.
- Uzorak veličine miligrama (tj. ~5 mg) se zagrijava u inertnoj atmosferi dušika pomoću linearnog programa zagrijavanja.
- Produkti nastali dekompozicijom uzorka (gorivi plinovi) formirani u pirolitičkoj komori su preneseni u komoru za sagorijevanje gdje se gorivi plinovi povezuju s viškom kisika i posljedično se odvija kompletna negoreća oksidacija gorivih plinova kod temperature gorenja (do 900 °C).

Mikro kalorimetar za sagorijevanje (MCC) je kalorimetrija koja radi na principu toka pirolitičkog sagorijevanja (PCFM) i ima dinamičku sposobnost mjerenja:

Parametri koji se mjere:

Kapacitet oslobođene topline, (HRC,  $\eta_c$ ,  $(J(g \cdot K)^{-1})$ )

Maksimalna specifična oslobođena toplina, (HRR,  $Q_{max}$ ,  $Wg^{-1}$  )

Temperatura otpuštanja topline, (TPHRR,  $T_{max}$ ,  $^{\circ}C$  )

Specifična oslobođena toplina ( $h_c$ ,  $kJg^{-1}$ )

Specifična toplina izgaranja gorivih plinova, ( $h_{c,gas}$ ,  $kJg^{-1}$ )

Prinos ostatka nakon pirolize,  $Y_p$  ,  $gg^{-1}$

-



ASTM D7309, Method A

Mikrokalorimetar za sagorijevanje  
(Microscale combustion calorimetry  
MCC)

# BRZINE IZGARANJA I KAPACITET OSLOBAĐENE TOPLINE

Toplinski kapacitet izgaranja (HRC), odnosi se na brzinu oslobađanja topline (HRR) prilikom izgaranja u plamenu

$$\mathbf{HRR = (\chi\rho\delta\beta) HRC}$$

$\chi$  – efikasnost izgaranja u plamenu

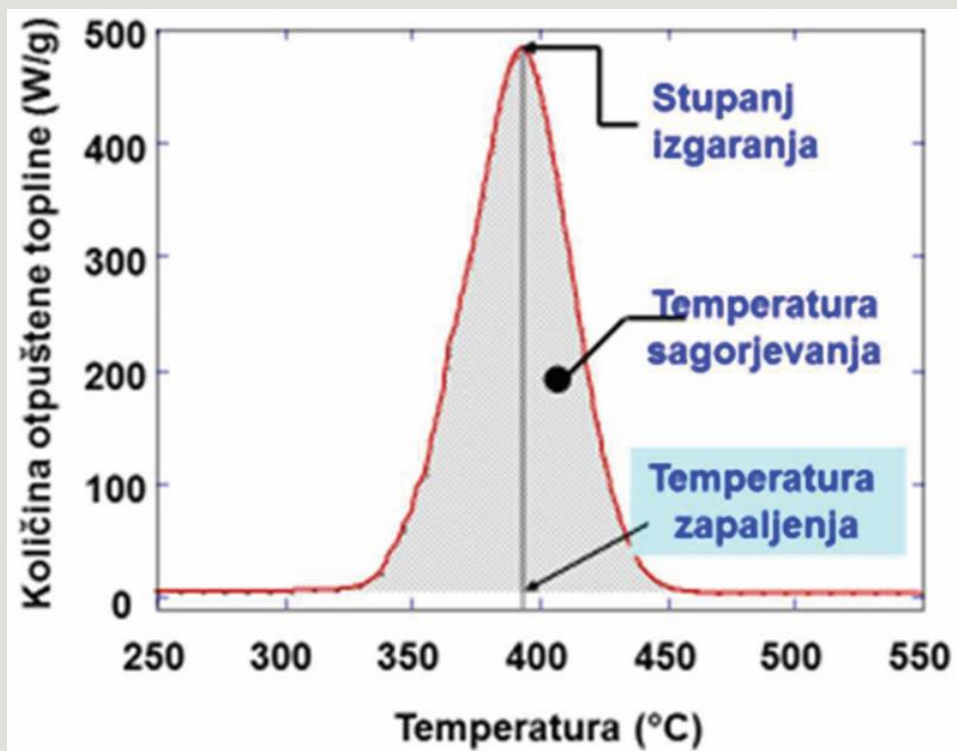
$P$  – gustoća uzorka

$\delta$  –tijek pirolize

$\beta$  – stupanj površinskog zagrijavanja (1 K/s)

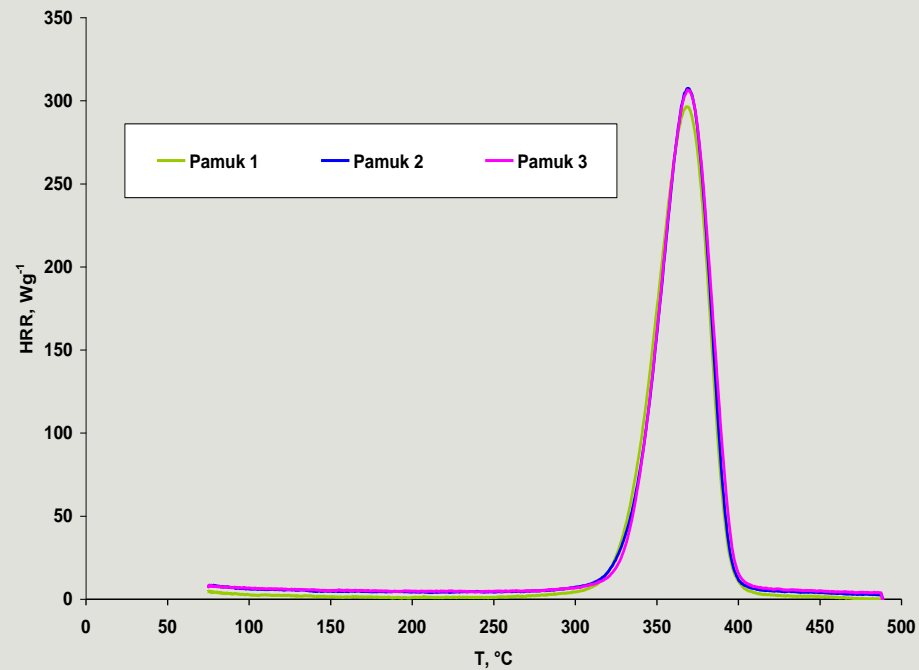
Najvažniji parametar u procjeni opasnosti od požara za materijal je maksimalna brzina na kojoj vatra zapaljenog uzorka može generirati toplinu, odnosno, PHRR

•Stupanj otpuštene topline (HRR) kod različitih temperatura i kapacitet otpuštanja topline (HRC) izračunava se na temelju potrošnje kisika, stupnja zagrijavanja, protoka i težine uzorka



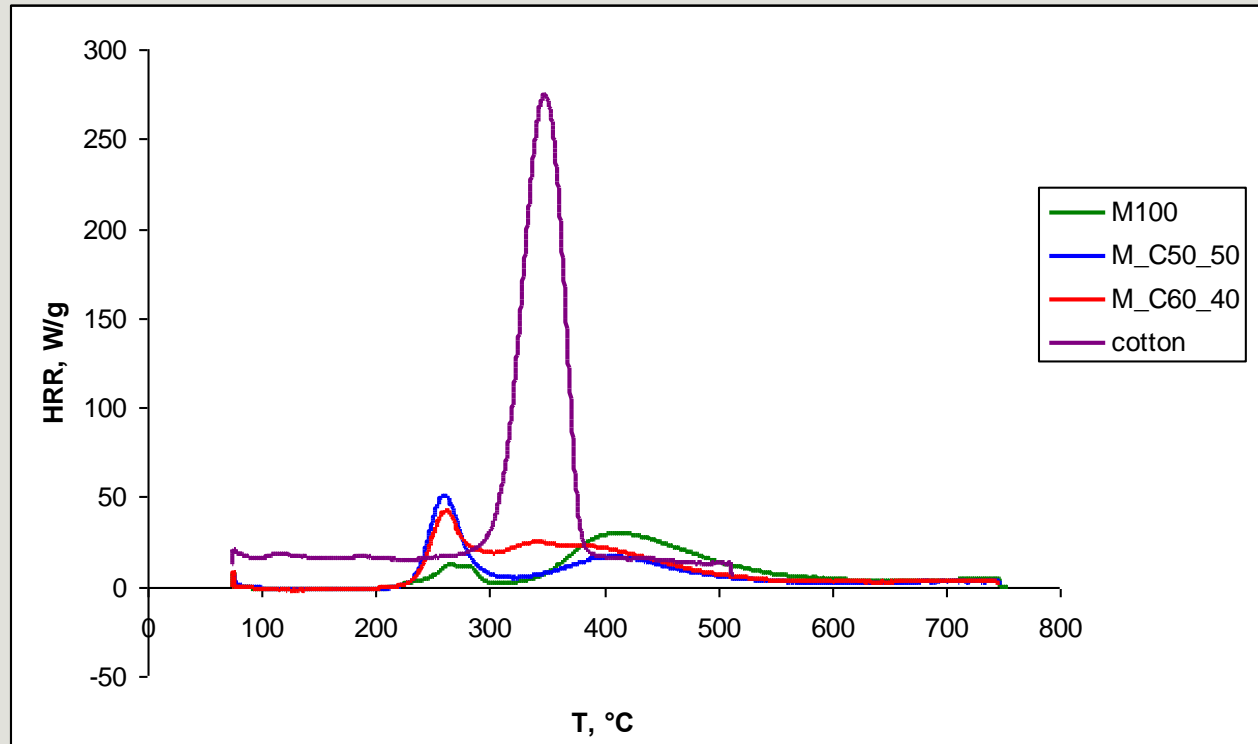


Parametri	pamuk		
	$\bar{x}$	s	CV [%]
Kapacitet oslobođene topline, $\eta_c$ , $Jg^{-1}K^{-1}$	295	4,72	1,60
Maksimalna specifična oslobođena toplina, $Q_{max}$ , $Wg^{-1}$	301	4,09	1,36
Temperatura otpuštanja topline, $T_{max}$ , K	648	0,81	0,22
Specifična oslobođena toplina, $h_c$ , $kJg^{-1}$	11,9	0,15	1,28
Prinos ostatka nakon pirolize, $Y_p$ , $gg^{-1}$	0,05	0,006	12,01
Specifična toplina izgaranja gorivih plinova, $h_{c,gas}$ , $kJg^{-1}$	12,64	0,16	1,34
Srednja vrijednost oslobođenog kapaciteta, $\eta_c$ , $Jg^{-1}K^{-1}$	352	3,05	0,86
Srednja vrijednost otpuštene topline, $T_{max}$ , K	632	1,36	0,37



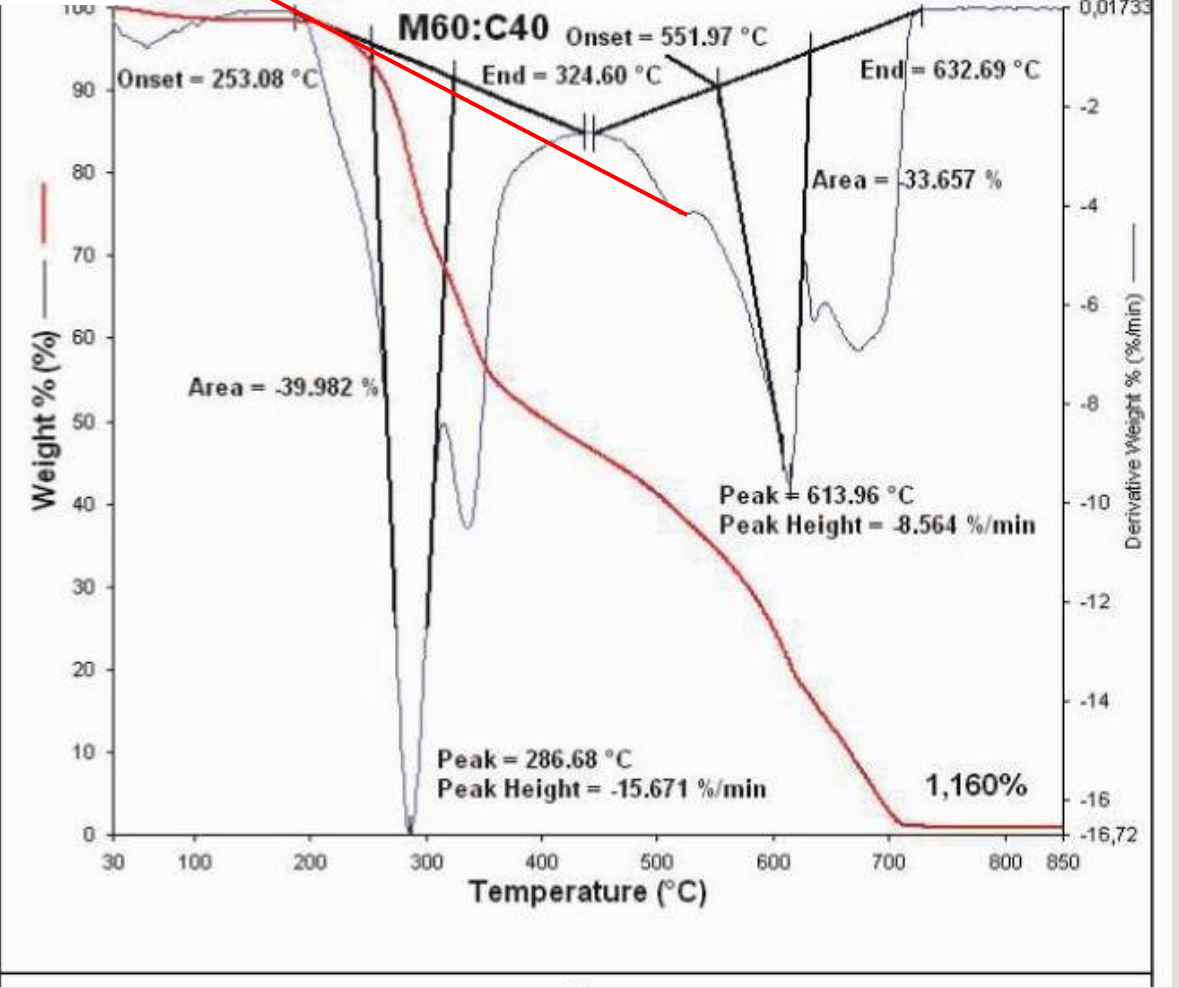
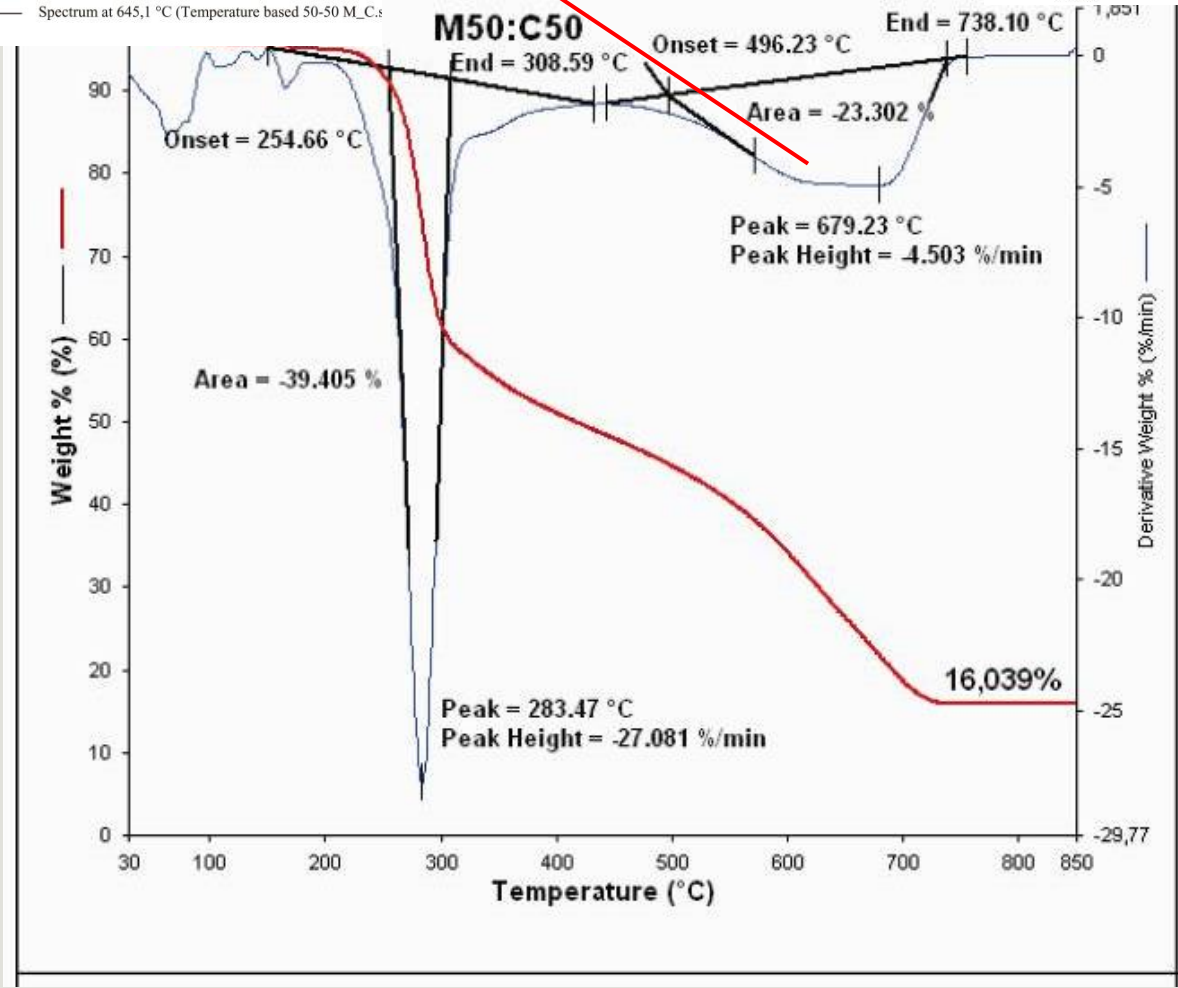
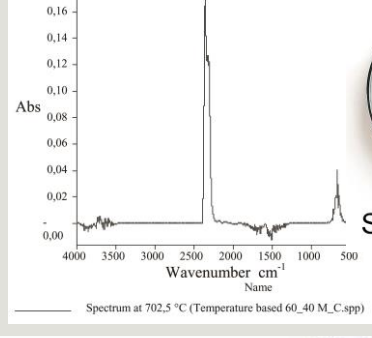
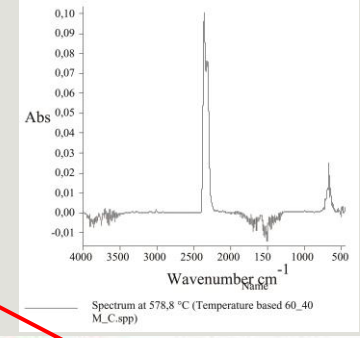
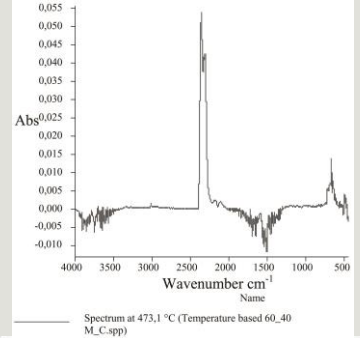
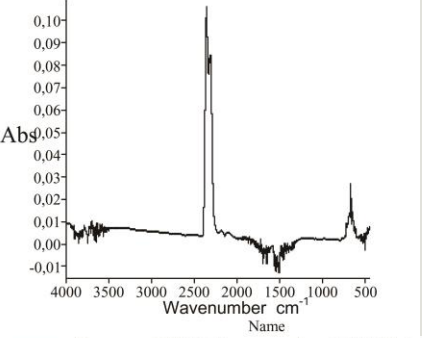


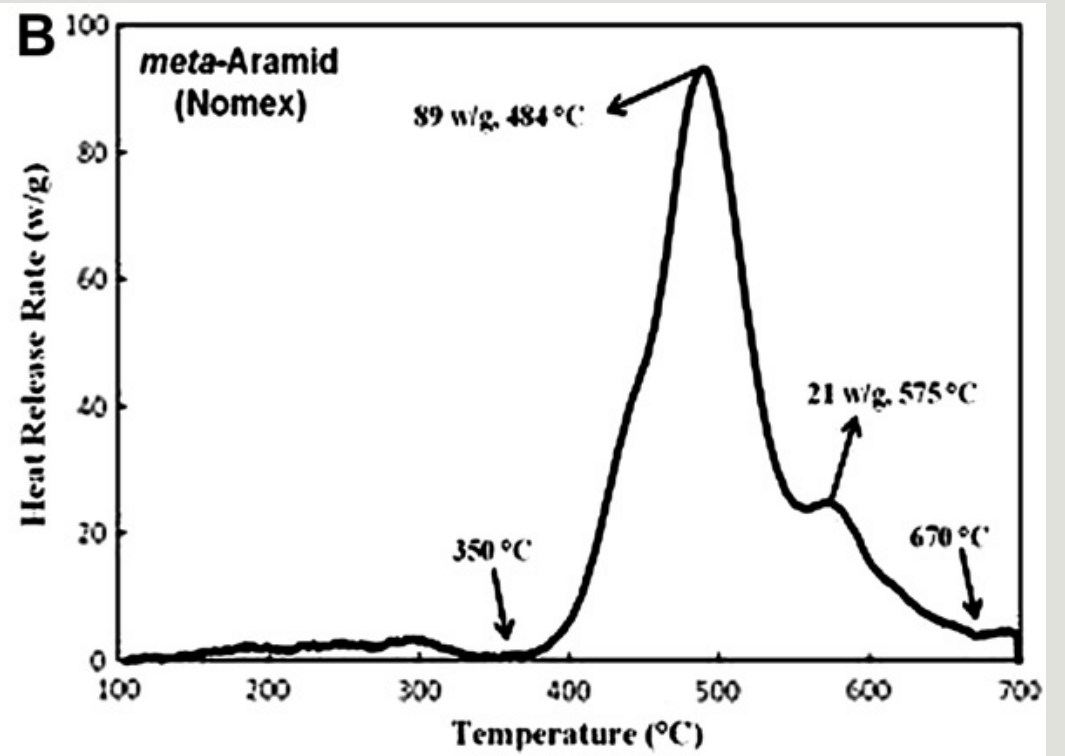
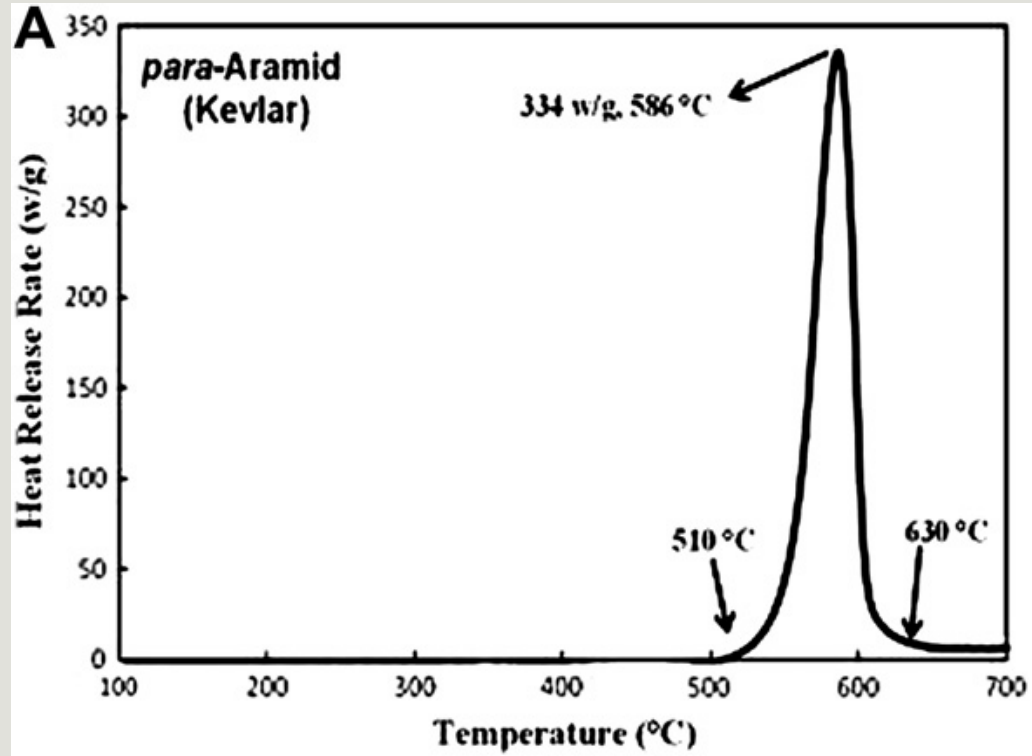
## Razvoj pletiva otpornog na djelovanje topline



Parameters	Composition			
	C100	M100	M50:C50	M60:C40
$h_c$ (J(g*K) <sup>-1</sup> )	254.0	49.7	68.3	43.0
$Q_{max}$ (Wg <sup>-1</sup> )	256.6	23.7	51.1	43.7
$h_c$ (kJg <sup>-1</sup> )	11.5	4,5	3.7	5,6
$h_{c,gas}$ (kJ/g)	12,27	7,61	6,76	11,61
$T_1max$ ( °C)	358.7	255.3	259.5	262.7
$T_2max$ (°C)		404.4	406.4	329.1
Residue (%)	5.9	41.5	41.1	30.9

$\eta_c$ : kapacitet otpuštene topline;  
 $Q_{max}$ : maksimalni stupanj otpuštene topline;  
 $h_c$ : specifična otpuštena toplina,  
 $h_{c, gas}$ : specifična toplina gorivih plinova;  
 $T_{max}$ : temperatura pri maksimalni stupanj otpuštene topline





Broj mjerenja	HRC (J/[g K])	PHRR (w/g)	TPHRR (°C)	THR (KJ/g)	Ostatak (%)	LOI
Pamuk	270	235	375	10,7	5,7	18,4
Rayon	221	200	358	9,4	8,0	18,9
Celulozni acetat	236	210	360	10,7	11,4	18,6
Svila	216	108 187	313 323	6,6	32,6	23,0
Poliamid 6.6	610	540	470	25,5	1,1	20,0-21,6
Poliester	446	400	446	12,9	12,0	20,0-21,0
Polipropilen	1180	1040	470	40	0,1	18,6
Poliakrilonitril	371	323	343	15,8	31,5	18,2
Para- Aramid	363	334	586	8,8	38,3	29
Meta-Aramid	98.5	89 21	484 575	6,6	42,9	29,0-30,0

## Izvor grešaka prilikom mjerenja na MCC-u

---

- Loši senzor za kalibriranje O<sub>2</sub>
- Propuštanje ili istjecanja plinova u sustavu
- Veličina uzorka
- Loše izmjerena masa uzorka
- Neispravan mjerač protoka
- temperaturno zaostajanje prilikom zagrijavanja

## Prednosti MCC-a

---

MCC je kvantitativna analitička metoda koja je u mogućnosti pružiti važne informacije vezane za zapaljivost materijala, koje druge analitičke metode ne mogu ponuditi.

Primjenjiva je na sve vrste materijala, uključujući termoplastične polimerne materijale na kojima se vrlo teško primjenjuje LOI i vertikalna metoda jer dolazi do taljenja.

Također je u stanju uočiti male razlike između ispitivanih materijala sa sličnom zapaljivošću.

Pored toga MCC ima i velike potencijale u istraživanju i razvoju novih usporivača gorenja za tekstil.



Zahvaljujem na pažnji!

---