

中华人民共和国建筑工业行业标准

JG/T 534—2018

建筑用相变材料热可靠性测试方法

Testing method for thermal reliability of phase change materials used in
buildings

2018-04-03 发布

2018-11-01 实施

中华人民共和国住房和城乡建设部 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 仪器	2
6 试验过程	3
7 数据处理	5
8 报告	6
附录 A (资料性附录) 相变蓄热水箱用相变材料热可靠性测试试验报告示例	7

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由住房和城乡建设部标准定额所提出。

本标准由住房和城乡建设部建筑制品与构配件标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：西南交通大学、清华大学、中国建筑科学研究院、重庆大学、四川省建材工业科学
研究院、香港理工大学、南京大学、北京工业大学、上海海事大学、中誉远发国际建设集团有限公司、沃特
斯中国有限公司。

本标准主要起草人：袁艳平、张楠、肖益民、谢静超、曹晓玲、孙亮亮、王馨、杨晓娇、袁中原、王智超、
秦钢、余南阳、牛建磊、方贵银、章学来、王云贵、杨胜鹰。

建筑用相变材料热可靠性测试方法

1 范围

本标准规定了建筑用相变材料热可靠性测试方法的原理、仪器、试验过程、数据处理和报告。
本标准适用于建筑用固液相变材料以加速冷热循环试验和差示扫描量热法热可靠性的测试。

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 19466.1 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第1部分:通则

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

GB/T 22232—2008 化学物质的热稳定性测定 差示扫描量热法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

建筑用相变材料 **phase change materials used in buildings**

应用于建筑的制品、构配件、能源系统等,可随温度变化而改变物质相态,能提供潜热储存和释放的物质。

3.2

热可靠性 **thermal reliability**

相变材料在规定的条件下和规定的时间内,完成存储和释放热量的能力。

3.3

相变温度 **phase change temperature**

在特定环境下,相变材料吸收(释放)热量从固相转变为液相(从液相转变为固相),所对应的温度称为相变温度。相变温度又分为熔化温度和凝固温度。

3.4

相变潜热 **phase change latent heat**

在一定温度和压力条件下,单位质量的相变材料,从固相转变为液相(从液相转变为固相)时吸收(释放)的热量。相变潜热又分为熔化潜热和凝固潜热。

3.5

相变温度的变化量 **variation of phase change temperature**

建筑用相变材料在经过多次熔化、凝固过程后,相变温度的变化值。

3.6

相变潜热的变化率 **variation ratio of phase change latent heat**

建筑用相变材料在经过多次熔化、凝固过程后,相变潜热值的变化百分比。

3.7

加速冷热循环试验 accelerated thermal cycle experiment

将试样放置于具有温控系统的实验装置中,使试样在装置控制温度范围内快速升温、降温,以加速实现试样的潜热储存和释放循环过程。

3.8

差示扫描量热法 differential scanning calorimetry

在程序温度控制下,测量输入到试样和参比样的热流速率(热功率)差对温度和/或时间的关系的一种热分析法,简称 DSC。

注:改写 GB/T 19466.1—2004,定义 3.1。

4 原理

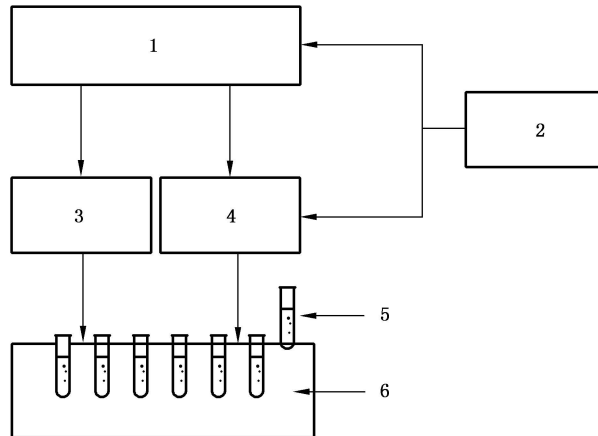
利用加速冷热循环试验,对建筑用相变材料进行规定次数的快速熔化、凝固循环,并测试相变温度变化量和相变潜热变化率。相变温度和相变潜热采用 DSC 测定,利用加速冷热循环试验前后相变材料的 DSC 测试结果对比来判定建筑用相变材料的热可靠性。

5 仪器

5.1 加速冷热循环试验装置

5.1.1 试验装置

试验装置由电源系统、温控系统、加热系统/冷却系统和试验箱体组成,装置结构如图 1 所示。



说明:

- 1——温控系统;
- 2——电源系统;
- 3——加热系统;
- 4——冷却系统;
- 5——样品管;
- 6——试验箱体。

图 1 加速冷热循环试验装置结构示意图

5.1.2 装置要求

装置应满足下列要求：

- a) 温度范围覆盖所测试建筑用相变材料的使用温度范围；
- b) 温度控制误差在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 达到设定温度的时间不大于 20 min；
- d) 盛放相变材料的样品管(包括耐高温塑料管、玻璃管)不应与所测试试样发生化学反应。

5.1.3 备选装置

试验装置可采用高低温试验箱、金属浴、扩增仪等。

5.2 差示扫描量热仪

5.2.1 仪器

仪器由差示扫描量热池和温度控制装置组成,应能在试验温度范围内对试样和参比样以稳定升温速率加热,以检测试样的温度及试样与参比样之间的热流速率差。

5.2.2 仪器要求

仪器应满足下列要求：

- a) 温度要求:仪器可根据程序设定,在设定温度范围内,升降温速率宜为 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,误差在 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之内;仪器应具有冷却装置,且最低冷却温度低于相变材料使用温度;
- b) 气氛要求:控制测试采用氮气、氩气等惰性气体,气体流量宜为 $10\text{ mL}/\text{min}\sim 50\text{ mL}/\text{min}$,惰性气体纯度应不低于 99.999%;
- c) 试样容器:坩埚不应与试样发生反应,可采用铝坩埚、氧化铝坩埚等。

5.3 电子天平

5.3.1 加速冷热循环试验用电子天平

称量精度为 0.01 g。

5.3.2 DSC 测试用电子天平

称量精度为 0.01 mg。

6 试验过程

6.1 试验准备

6.1.1 试验取样

按加速热循环装置的规格,在不改变相变材料性能的情况下,从待测固液相变材料中称取 3 份~5 份试样,每份试样不少于 1.0 g,装于符合 5.1.2d)规定的容器中,并密封试样。

6.1.2 高、低温的确定

加速冷热循环试验设置的高温设定不应低于建筑用相变材料在使用过程中的最高使用温度 T_1 ,低温设定不应高于建筑用相变材料在使用过程中的最低使用温度 T_2 。

6.1.3 恒温时间的确定

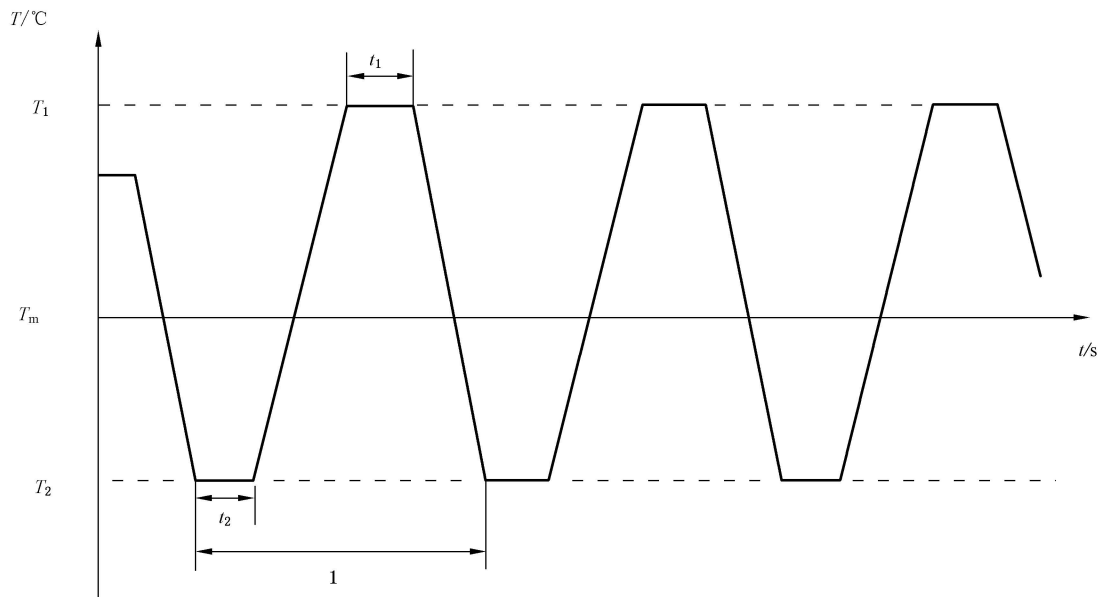
将按 6.1.1 规定所取试样放置于加速冷热循环试验装置中,并设定加速冷热循环试验装置的高、低温。试验确定试验样在高温下完全熔化和和低温下完全凝固所需最短时间,此时间分别为高温、低温恒温时间 t_1 、 t_2 。

6.1.4 循环次数的确定

加速冷热循环试验次数不宜小于建筑用相变材料在预期使用寿命期间完成熔化、凝固的次数。

6.2 加速冷热循环试验

根据按 6.1 确定的高、低温及其恒温时间和加速冷热循环试验次数,按图 2 所示对加速冷热循环试验装置进行温度设定。重新按 6.1.1 的规定取样,并放置于加速冷热循环试验装置中,开启加速冷热循环试验装置,对试验样进行加速冷热循环试验。完成加速冷热循环试验后,取出试样,待测。



说明:

T_1 —— 高温;

T_2 —— 低温;

T_m —— 相变材料理论相变温度;

t_1 —— 高温恒温时间;

t_2 —— 低温恒温时间;

1 —— 一个加速冷热循环。

图 2 加速冷热循环实验的温度-时间曲线示意图

6.3 DSC 试验

6.3.1 试验取样

分别从加速冷热循环试验前的样品中和每份加速冷热循环试验后的试验样中取样 3 次,每个样品的质量宜为 1.0 mg~10.0 mg,且每个样品间的质量差宜小于 1.0 mg。

6.3.2 DSC 测试

DSC 测试的仪器校准、样品称量与放置、仪器操作与试验步骤和测试结果表示按 GB/T 19466.1 和 GB/T 19466.3 的规定进行。首先对加速冷热循环试验前的原料进行 DSC 测试, 然后对完成加速冷热循环试验后的试验样进行 DSC 测试。

6.3.3 DSC 结果

6.3.3.1 根据 DSC 测试结果, 在 DSC 曲线上得到测试材料熔化温度(T_m), 凝固温度(T_s), 熔化潜热(H_m)和凝固潜热(H_s), 如图 3 所示。样品的熔化、凝固温度和熔化、凝固潜热值是 DSC 测试结果的平均值。

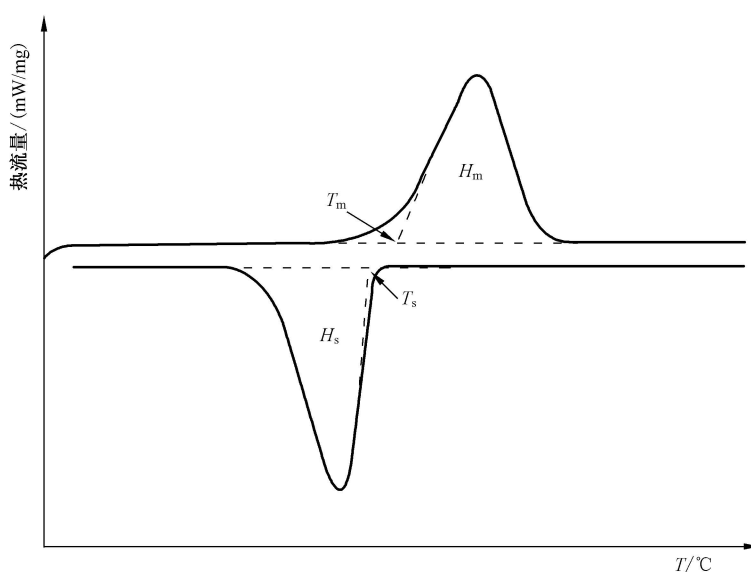


图 3 典型相变材料 DSC 测试曲线

6.3.3.2 每个样品的熔化和凝固温度测试偏差应不大于 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 熔化和凝固潜热的测试偏差应不大于 3.5% 。如果大于偏差, 需重新取样测试。

7 数据处理

熔化和凝固温度的变化量分别按式(1)和式(2)进行计算, 熔化和凝固潜热的变化率分别按式(3)和式(4)进行计算, 建筑用相变材料的热可靠性是通过加速冷热循环试验后, 相变材料的熔化、凝固温度的变化量和熔化、凝固潜热的变化率来判定。

$$\Delta T_m = T_{c,m} - T_m \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\Delta T_s = T_{c,s} - T_s \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\eta = (H_{c,m} - H_m) / H_m \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\delta = (H_{c,s} - H_s) / H_s \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ΔT_m —— 熔化温度的变化量, 单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

ΔT_s —— 凝固温度的变化量, 单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

T_m —— 加速冷热循环试验前的平均熔化温度, 单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);

- T_s ——加速冷热循环试验前的平均凝固温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- $T_{c,m}$ ——加速冷热循环试验后的平均熔化温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- $T_{c,s}$ ——加速冷热循环试验后的平均凝固温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- η ——熔化潜热的变化率;
- δ ——凝固潜热的变化率;
- H_m ——加速冷热循环试验前的平均熔化潜热,单位为焦每克(J/g);
- H_s ——加速冷热循环试验前的平均凝固潜热,单位为焦每克(J/g);
- $H_{c,m}$ ——加速冷热循环试验后的平均熔化潜热,单位为焦每克(J/g);
- $H_{c,s}$ ——加速冷热循环试验后的平均凝固潜热,单位为焦每克(J/g)。

8 报告

测试报告参见附录 A,并应包括下列内容:

- a) 相变材料种类、样品描述、样品照片、基本性能参数(相变温度、相变潜热);
- b) 相变材料应用领域、可使用地区等;
- c) 加速冷热循环实验装置规格参数;
- d) 加速冷热循环试样用量、温度设定情况和循环次数、预期使用寿命;
- e) DSC 仪器规格参数;
- f) DSC 测试条件,包括:样品用量、程序温度、气氛等;
- g) 相变材料加速冷热循环前、后的 DSC 测试曲线;
- h) 相变材料加速冷热循环前、后的相变温度变化量和相变潜热变化率;
- i) 测试日期;
- j) 测试机构、人员。

附录 A
(资料性附录)

相变蓄热水箱用相变材料热可靠性测试试验报告示例

A.1 相变材料使用条件

利用相变蓄热水箱提供生活热水,相变蓄热水箱的最高使用温度约为 70 °C,低温使用温度约为 15 °C,按 GB 50015—2010 对于用热侧常用卫生器具对热水温度的要求,相变蓄热水箱所能提供的热水温度应不小于 45 °C。选用相变温度约为 54 °C 的肉豆蔻酸作为相变蓄热水箱中的相变材料,蓄热水箱的使用年限为 15 年。

A.2 试验报告

A.2.1 相变材料种类、样品描述、样品照片、基本性能参数(相变温度、相变潜热)

肉豆蔻酸(纯度:99%;分子式: $C_{14}H_{28}O_2$;分子量:228.37;形态:白色固体;相变温度 54 °C;相变潜热:180 J/g),见图 A.1。



图 A.1 肉豆蔻酸

A.2.2 相变材料应用领域、可使用地区

用于相变蓄热水箱以提供生活热水,可适用于全国地区。

A.2.3 加速冷热循环实验装置规格参数

加速冷热循环实验装置规格参数应符合以下要求:

- 快速加热和冷却的控制装置:ThermQ 恒温金属浴;
- 温度设定范围:0℃~100℃,控温精度小于或等于±0.2℃,升、降温时间小于或等于8min,时间设定范围0~99h59min,容量:35×2mL。

A.2.4 加速冷热循环试样用量、温度设定情况和循环次数、预期使用寿命

加速冷热循环试样用量、温度设定情况和循环次数、预期使用寿命应符合以下要求:

- 从待测样品中随机取出略大于5g的肉豆蔻酸,分别等量放置于5个2mL的塑料管中,密封,分别编号1#、2#、3#、4#、5#;
- 恒温金属浴温度程序设定高温为70℃恒温5min,低温为10℃并恒温5min;
- 加速冷热循环试验次数为5500次、预期使用寿命15年。(肉豆蔻酸用于相变蓄热水箱的使用温度范围为15℃~70℃,根据加速冷热循环预实验确定高、低温恒温时间为5min,相变蓄热水箱中相变材料按照日调节计算使用年限内的相变次数为 $15 \times 365 = 5475$ 次。)

A.2.5 DSC 仪器规格参数

DSC:氮气保护,测温范围-90℃~720℃,温度精度:±0.05℃,量热精度:±0.1%。

A.2.6 DSC 测试条件(包括:样品用量、程序温度、气氛等)

DCS 测试条件应符合以下要求:

- 对加速冷热循环试验前的原料取样3次,每次称取5mg~10mg,且3次质量偏差小于1mg;
- 放置于铝盘中,压盖待测;
- 对5份加速冷热循环实验后的样品取样,每份待测样品取样3次,每次称取5mg~10mg,同一样品质量偏差小于1mg;
- DSC 测试温度程序为20℃-80℃-20℃,升降温速率为5℃/min,99.999%氮气气氛,气流流量为50mL/min。

A.2.7 相变材料加速冷热循环前、后的 DSC 测试曲线

见图 A.2 和图 A.3, 加速冷热循环试验前后肉豆蔻酸的热物性参数见表 A.1。

表 A.1 加速冷热循环试验前后肉豆蔻酸的热物性参数

循环次数	熔化温度/℃	熔化潜热/(J/g)	凝固温度/℃	凝固潜热/(J/g)
0	54.41	189.00	52.29	189.33
5 500	54.06	174.70	50.13	175.50

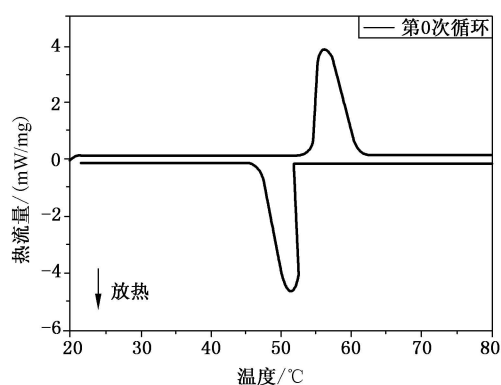


图 A.2 加速冷热循环试验前肉豆蔻酸的 DSC 测试曲线

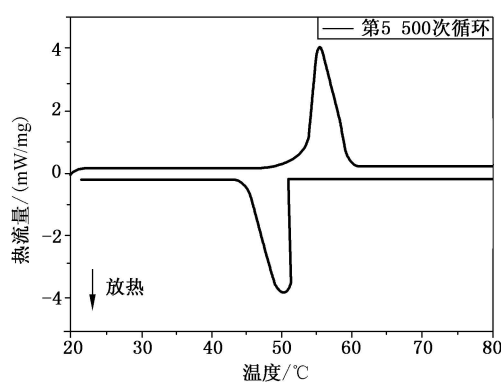


图 A.3 加速冷热循环试验后肉豆蔻酸的 DSC 测试曲线

A.2.8 相变材料加速冷热循环前、后的相变温度变化量和相变潜热变化率

见表 A.2。

表 A.2 加速冷热循环试验后肉豆蔻酸的热物性参数变化

热物性参数	熔化	凝固
温度变化量/°C	-0.35	-2.16
潜热变化率/%	-7.57	-7.30

A.2.9 测试日期

测试日期为：

- a) 加速冷热循环试验：2017 年 1 月～3 月；
- b) DSC 测试试验：2017 年 1 月～3 月。

A.2.10 测试机构、人员

测试试验报告应注明以下信息：

- a) 检测测试机构的单位名称；
- b) 检测测试人员的姓名。