МИНИСТЕРСТВО ВНУТРЕННИХ ДЕЛ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Всероссийский ордена «Знак Почета»
научно-исследовательский институт
противопожарной обороны

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИОННЫХ ПРЕДЕЛОВ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ПЛАМЕНИ, МИНИМАЛЬНОГО ВЗРЫВООПАСНОГО СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОРОДА, МИНИМАЛЬНОЙ ФЛЕГМАТИЗИРУЮЩЕЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГАЗОПАРОВОЗДУШНЫХ СМЕСЕЙ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ДАВЛЕНИЯХ И ТЕМПЕРАТУРАХ

**Методика**

МОСКВА 1998

gost.e-ecolog.ru

**МИНИСТЕРСТВО ВНУТРЕННИХ ДЕЛ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Всероссийский ордена "Знак Почета" научно-исследовательский институт противопожарной обороны**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Начальник ВНИИПО МВД России**

**Д.И. Юрченко**

**27 декабря 1996 г.**

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИОННЫХ ПРЕДЕЛОВ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ПЛАМЕНИ, МИНИМАЛЬНОГО ВЗРЫВООПАСНОГО СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОРОДА, МИНИМАЛЬНОЙ ФЛЕГМАТИЗИРУЮЩЕЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ГАЗОПАРОВОЗДУШНЫХ СМЕСЕЙ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ДАВЛЕНИЯХ И ТЕМПЕРАТУРАХ

**Методика**

**МОСКВА 1998**

УДК 614.841.12

Определение концентрационных пределов распространения пламени, минимального взрывоопасного содержания кислорода, минимальной флегматизирующей концентрации газопаровоздушных смесей при повышенных давлениях и температурах: Методика. - М.: ВНИИПО, 1998. - 15 с.

Приведены описание экспериментальной установки и порядок определения концентрационных пределов распространения пламени, минимального взрывоопасного содержания кислорода и минимальной флегматизирующей концентрации газопаровоздушных смесей при температурах от 15 до 250 °С и давлениях от 0,049 до 2,0 МПа. Указана область применимости методики, требования безопасности при подготовке и проведении испытаний.

Методика предназначена для работников пожарной охраны и специалистов по технике безопасности промышленных предприятий и научно-исследовательских организаций.

Ил. 2, табл. 1, прил. 1.

© ВНИИПО МВД России, 1998

## 1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика распространяется на простые вещества, химические соединения и их смеси в газообразном и парообразном состоянии при температуре от 15 до 250 °С и абсолютном давлении от 0,049 до 2,0 МПа.

Метод не применим для определения концентрационных пределов распространения холодных пламен, а также веществ:

склонных к термическому разложению, окислению или полимеризации при разогреве реакционного сосуда до температуры и давления испытаний;

смеси которых чувствительны к детонации;

способных вызвать в результате самопроизвольных химических реакций изменение состава смеси или ее горение до момента зажигания;

с растворенными или взвешенными в них компонентами в виде твердой фазы;

температура самовоспламенения которых меньше величины ($T_и$+50) °С, где $T_и$ - температура испытания.

## 2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.019 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.1.044 ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения.

ГОСТ 12.4.011 ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация.

ГОСТ 24297 Входной контроль продукции. Основные положения.

## 3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящей методике приняты следующие термины и сокращения.

**Термины, обозначения, сокращения**

| № п/п | Термин | Документ, на основе которого дано определение | Определение |
|---|---|---|---|
| 1 | Нижний (верхний) концентрационный предел распространения пламени (НКПР) (ВКПР) | ГОСТ 12.1.044 | Минимальное (максимальное) содержание горючего вещества в однородной смеси с окислительной средой, при котором возможно распространение пламени на любое расстояние от источника зажигания |
| 2 | Минимальное взрывоопасное содержание кислорода (МВСК) | ГОСТ12.1.044 | Концентрация кислорода в горючей смеси, состоящей из горючего вещества, воздуха и флегматизатора, меньше которой распространение пламени становится невозможным при любой концентрации горючего в смеси, разбавленной данным флегматизатором |
| 3 | Минимальная флегматизирующая концентрация флегматизатора (МФК) | ГОСТ12.1.044 | Наименьшая концентрация флегматизатора в смеси с горючим и окислителем, при которой смесь становится неспособной к распространению пламени при любом соотношении горючего и окислителя |
| 4 | Флегматизатор | ОСТ 78 2 | Вещество, введение которого в смесь сужает область ее воспламенения или полностью устраняет возможность горения |

# 4. ОСНОВНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ И ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА

Экспериментальная установка, принципиальная схема которой представлена на рис. 1, имеет следующие основные части:

1) сферический реакционный сосуд внутренним диаметром (205 ±5) мм и объемом (4,3 ±0,1) дм$^3$, изготовленный из нержавеющей стали и рассчитанный на рабочее давление 15,0 МПа при температуре 250 °С. Сосуд помещен в термостат и равномерно обогревается по поверхности нагревателями. Сосуд снабжен штуцерами для подсоединения газовых магистралей, ввода источника зажигания, датчика давления и манометра.

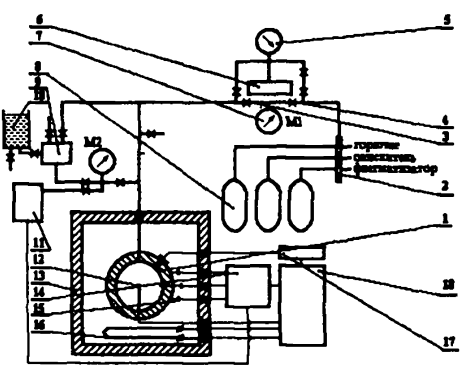



*Рис. 1. Принципиальная схема установки для определения концентрационных пределов распространения пламени, МВСК, МФК:*

*1 - реакционный сосуд; 2 - коллектор; 3 - вентили; 4 - вентиль точной регулировки; 5 - вакуумметр; 6 - вакуумнасос; 7 - манометры; 8 - мерные емкости; 9 - расширительный бачок; 10 - мерная емкость; 11 - парогенератор; 12 - источник зажигания; 13 - термостат; 14 - терморегулятор; 15 - термопреобразователи; 16 - электронагреватель; 17 - датчик давления; 18 - пульт управления*

2) систему газоприготовления, обеспечивающую дозированную подачу в реакционный сосуд газообразных компонентов в виде окислителя, горючего и разбавителя и включающую в себя:

а) коллектор и трубопроводы с вентилями. Условный диаметр прохода трубопроводов должен быть (8,0 ±0,5) мм, вентилей не менее 4 мм.

Длина трубопроводов между коллектором и реакционным сосудом, а также между парогенератором и реакционным сосудом должна быть менее (0,3 ±0,1) м. Объем коллектора до вентиля точной регулировки не должен превышать 1 % объема реакционного сосуда;

б) вакуумметр класса точности 0,4; манометр с диапазоном измерения 2,5 МПа класса точности 0,4 и манометр с диапазоном измерения 16,0 МПа класса точности 1,0;

в) вакуумный насос, обеспечивающий остаточное давление в реакционном сосуде не более 1,0 кПа;

г) три мерные емкости объемом 5,0 $дм^3$;

3) систему дозированной подачи воды, состоящую из расширительного бачка объемом 4,0 $дм^3$ и мерной емкости объемом 5,0 $дм^3$;

4) парогенератор, предназначенный для создания водяного пара заданной плотности и представляющий собой теплоизолированный цилиндрический сосуд диаметром (140 ±10) мм и длиной (300 ±20) мм, рассчитанный на рабочее давление 10,0 МПа. В нижней части парогенератора расположен теплоэлектронагреватель мощностью 1 кВт. Парогенератор заполняется водой из мерной емкости до уровня 0,8 от высоты;

5) источник зажигания, представляющий собой свечу с двумя электродами, на которых размещается нихромовая проволочка диаметром (0,2 ±0,05) мм и длиной (3 ±1) мм. Проволочка располагается в центре реакционного сосуда и пережигается электрическим током при подаче напряжения (40 ±5) В;

6) термостат, представляющий собой замкнутый объем с термоизоляцией и предназначенный для поддержания заданного температурного режима. Термостат выполнен в виде двухслойного металлического шкафа, внутреннее пространство которого заполнено минеральной ватой толщиной не менее 0,04 м. Обогрев термостата осуществляется электрическими нагревателями, суммарная мощность которых составляет 6,4 кВт;

7) систему термостабилизации, обеспечивающую заданную температуру в термостате и состоящую из первичного преобразователя температуры, размещенного вблизи внутренней поверхности реакционного сосуда, и терморегулятора. Система термостабилизации обеспечивает нагрев реакционного сосуда до 250 °С и поддержание ее с точностью ±5 °С.

Допустимо использование других систем термостабилизации, отвечающих данным требованиям;

8) систему регистрации температуры, обеспечивающую контроль температуры различных частей реакционного сосуда в диапазоне от 15 до 300 °С с точностью ±5 °С и состоящую из двух термопреобразователей, размещенных по внешней поверхности камеры, термопреобразователя, введенного внутрь сосуда, а также термопреобразователя, установленного на парогенераторе. Регистрация температуры осуществляется автоматическим потенциометром (типа А-562, А-565) или другой аналогичной аппаратурой с диапазоном измерения до 300 °С и погрешностью ±5 °С;

9) систему регистрации распространения пламени, состоящую из датчика давления и вторичной аппаратуры, обеспечивающую непрерывную или дискретную запись изменения давления во времени в реакционном сосуде в процесс горения газопаровоздушной смеси в частотном диапазоне от 0 до 1 кГц с верхним пределом измерения до 2,5 МПа;

10) пульт управления, обеспечивающий электропитание и синхронизацию в заданной последовательности работы системы регистрации; источник зажигания и другие систем установки.

## 5. ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ

### 5.1. Подготовка к испытаниям

5.1.1. Перед проведением испытаний устанавливают соответствие исследуемого вещества паспортным данным.

5.1.2. Проверяют герметичность реакционного сосуда на вакуум. Вакуумным насосом проводят разрежение реакционного сосуда до остаточного давления не выше 1 кПа и образцовым вакуумметром контролируют натекание воздуха в сосуд. Установка считается герметичной на вакуум, если в течение 20 мин давление в сосуде повысилось не более чем на 1,0 кПа.

5.1.3. Проверяют герметичность реакционного сосуда на давление.

Для этого в сосуд через коллектор подают воздух или инертный разбавитель (азот) под избыточным давлением 2,0 МПа. Установка считается герметичной, если в течение 5 мин давление упало менее чем на 10 кПа по шкале манометра с диапазоном измерения 2,5 МПа класса точности 0,4.

5.1.4. Проверяют по ТУ 51-166-83 пригодность работы установки на метане, величина ВКПР которого должна составлять (21 ±1) % (об.) при 20 °С и избыточном давлении 1,0 МПа.

### 5.2. Проведение испытаний

Метод предусматривает определение предельных условий горения (распространение пламени или отказ) газопаровоздушных смесей при повышенных давлениях и температурах и заключается в оценке результатов распространения пламени по объему реакционного сосуда путем зажигания парогазовой смеси заданного состава в условиях испытаний.

5.2.1. Для определения НКПР органических веществ, содержащих атомы С, Н, О, N и один атом Cl, и их смесей первоначально приготавливают газопаровоздушную смесь с объемом исследуемого горючего газового компонента в 1,3 раза меньше расчетной величины. Для других веществ и их смесей вначале готовится газовая смесь с объемом горючего в два раза меньше расчетного значения НКПР по ГОСТ 12.1.044 при нормальных условиях.

При невозможности выполнения расчетов опыты начинают при (25 ±10) °С и следующих концентрациях: для паров - 0,4 % (об.), для газов - 1,0 % (об.).

При определении ВКПР первоначально приготавливают газовую смесь, содержащую окислитель в два раза меньше, чем расчетная предельная смесь. При невозможности расчета испытания начинают с концентрации кислорода 4 % (об.).

5.2.2. Включают системы термостабилизации и регистрации температуры и с помощью терморегулятора выводят установку на требуемый температурный режим со скоростью нагрева реакционного сосуда не более 50 °С в час.

5.2.3. Проводят вакуумирование реакционной камеры до остаточного давления не более 1 кПа.

5.2.4. При проведении испытаний при (25 ±10) °С приготавливают газовую смесь в реакционной камере по парциальным давлениям газовых компонентов, определяемым по формуле

$$P_i = P_{общ} \cdot C_i/100, \quad (1)$$

где $C_i$ - объемная концентрация $i$-го газового компонента, % (об.); $P_{общ}$ - общее давление в смеси, кПа; $P_i$ - парциальное давление газового компонента, кПа.

Подачу газов в реакционный сосуд осуществляют через коллектор в порядке возрастания их плотности.

5.2.5. При проведении испытаний при повышенных температурах газовые компоненты смеси подают в реакционный сосуд из мерных емкостей по величине разности падения давления в мерной емкости. Падение давления в мерной емкости контролируется манометром М1.

При этом используют следующую формулу для пересчета парциального давления газового компонента, учитывая влияние температуры:

$$P_i = \Delta P \frac{V_м T_р}{V_р T_м}, \quad (2)$$

где $\Delta P$ - падение давления в мерной емкости, кПа; $V_м$ - объем мерной емкости, дм$^3$; $T_р$ - температура газа в реакционном сосуде, °С; $V_р$ - объем реакционного сосуда, дм$^3$; $T_м$ - температура газа в мерной емкости, °С.

5.2.6. Перегретый водяной пар, используемый в качестве флегматизатора, подают в реакционный сосуд из парогенератора при температуре, равной температуре реакционного сосуда.

Давление пара контролируют манометром, установленным на реакционном сосуде.

При работе с флегматизатором в виде насыщенного водяного пара газовую смесь подают в следующем порядке. В вакуумированный реакционный сосуд из мерной емкости (поз. *15* на рис.1) подают дистиллированную воду - по ГОСТ 6709 при 60-80 °С в количестве (0,15 ±0,02) дм$^3$. Затем реакционный сосуд нагревают до заданной температуры и измеряют

давление насыщенного водяного пара. При достижении заданной концентрации насыщенного водяного пара нагрев реакционного сосуда прекращают и осуществляют подачу других реагентов газопаровоздушной смеси в соответствии с п. 5.2.4.

5.2.7 Приготовленную газовую смесь выдерживают в реакционном сосуде в течение 30 мин при заданных условиях испытаний.

5.2.8. Отключают питание электронагревателей в термостате и осуществляют зажигание газовой смеси путем подачи электрического напряжения на пережигаемую проволочку.

5.2.9. Регистрируют распространение пламени по газопаровоздушной смеси в объеме реакционного сосуда. В случае нераспространения пламени испытания повторяют три раза и регистрируют отказ.

Критерием распространения пламени по газопаровоздушной смеси считают повышение избыточного давления взрыва в реакционном сосуде не менее чем на 2 % от начального давления смеси.

5.2.10. По окончании испытания проводят сброс избыточного давления в реакционном сосуде до атмосферного.

5.2.11. После каждого испытания реакционный сосуд и подводящие трубопроводы вакуумируют для удаления продуктов горения. Последующее испытание начинают после того, как температура в реакционном сосуде достигнет заданной величины.

5.2.12. Если распространения пламени по газопаровоздушной смеси не наблюдалось, то в каждом последующем испытании при определении НКПР (ВКПР) концентрацию исследуемого горючего компонента увеличивают не более чем на 10 % (уменьшают не более чем на 5 %) от первоначальной величины до получения положительного результата.

В случае регистрации распространения пламени по горючей смеси последующие испытания проводят с уменьшением концентрации исследуемого горючего компонента на нижнем пределе и ее увеличением на верхнем концентрационном пределе распространения пламени.

В дальнейшем шаг изменения концентрации компонентов в смеси уменьшают до тех пор, пока наблюдается повторяемость результатов.

### 5.3. Оценка результатов

5.3.1. За величину НКПР (ВКПР) в газопаровоздушной смеси принимают среднее арифметическое двух ближайших концентраций горючего, различающихся не более чем на 0,4 % (об.), при одной из которых наблюдается распространение пламени по объему реакционного сосуда, а при другой - отказ.

5.3.2. По результатам испытаний строят график зависимости НКПР и ВКПР от содержания флегматизатора в газопаровоздушной смеси и определяют точку флегматизации с соответствующим ей значением минимальной флегматизирующей концентрации.

5.3.3. За величину МФК разбавителя в газопаровоздушной смеси, выше которой распространение пламени в смеси становится невозможным при любой концентрации горючего в смеси, разбавленной данным флегматизатором, принимают среднее арифметическое двух ближайших концентраций разбавителя, различающихся не более чем на 0,4 % (об.), при одной из которых наблюдается распространение пламени по газопаровоздушной смеси, а при другой - отказ.

5.3.4. Величину МВСК газопаровоздушной смеси при разбавлении ее данным флегматизатором вычисляют по формуле

$$\text{МВСК} = \mu_{O_2} \cdot (100 - C_г - МФК), \qquad (3)$$

где $\mu_{O_2}$ - мольная доля кислорода в окислителе, моль/моль. Для окислителя в виде чистого кислорода $\mu_{O_2} = 1$, а для воздуха - $\mu_{O_2} = 0{,}206$; $C_г$ - концентрация горючего в экстремальной точке области распространения пламени, % (об.).

5.3.5 Условия и результаты проведения испытаний регистрируют в протоколе, форма которого приведена в приложении.

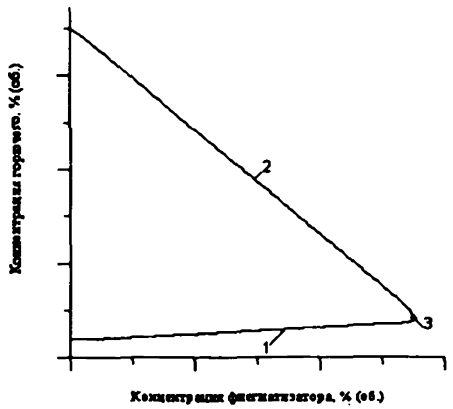



*Рис. 2. Характерный вид области распространения пламени: 1 - нижняя ветвь кривой флегматизации; 2 - верхняя ветвь кривой флегматизации; 3 - точка флегматизации*

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Установку для определения концентрационных пределов распространения пламени при повышенных начальных давлениях и температурах размещают в помещении, оборудованном приточно-вытяжной вентиляцией.

6.2. К обслуживанию установки допускаются лица, достигшие 18-летнего возраста, прошедшие медицинское освидетельствование, производственное обучение и имеющие допуск к обслуживанию сосудов под давлением.

6.3. Проведение испытаний осуществляют два человека. Рабочие места операторов должны удовлетворять требованиям электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и санитарно-гигиеническим требованиям по ГОСТ 12.1.005.

Средства защиты обслуживающего персонала должны соответствовать ГОСТ 12.4.011.

6.4. Не допускается работа на установке при начальном давлении, превышающем 2 МПа.

*ПРИЛОЖЕНИЕ*
*(обязательное)*

**Форма протокола испытаний**

## ПРОТОКОЛ

испытаний по определению концентрационных пределов распространения пламени, минимального взрывоопасного содержания кислорода и минимальной флегматизирующей концентрации газопаровоздушных смесей при повышенных давлениях и температурах

Дата проведения испытаний _____

Наименование исследуемого вещества _____

Условия проведения испытаний:
температура, °С _____
относительная влажность, % _____
атмосферное давление, кПа _____

Параметры исследуемой газопаровоздушной смеси:
давление, кПа _____
температура, °С _____

Характеристика используемых средств измерения

**Протокол испытаний**

| № п/п | Состав газопаровоздушной смеси | | | Избыточное давление взрыва, кПа | Результат испытания на распространение пламени (распространение или отказ) |
|---|---|---|---|---|---|
| | горючее | окислитель | разбавитель | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

## ВЫВОД

Нижний концентрационный предел распространения пламени газопаровоздушной смеси_____ составляет ___ % (об.).

Верхний концентрационный предел распространения пламени газопаровоздушной смеси _____ составляет ___ % (об.).

Минимальное взрывоопасное содержание кислорода газопаровоздушной смеси _____ при разбавлении ее _____составляет __ % (об.).

Минимальная флегматизирующая концентрация газопаровоздушной смеси _____ при разбавлении ее _____ составляет __ % (об.)

Фамилия оператора_____

# ОГЛАВЛЕНИЕ

1. Область применения ..... 3
2. Нормативные ссылки ..... 3
3. Определения и сокращения ..... 3
4. Основное оборудование, средства контроля и вспомогательные устройства ..... 5
5. Порядок проведения испытаний ..... 7
5.1. Подготовка к испытаниям ..... 7
5.2. Проведение испытаний ..... 8
5.3. Оценка результатов ..... 11
6. Требования безопасности ..... 12
*Приложение.* Форма протокола испытаний ..... 14

*Редактор Г.В. Прокопенко*
*Технический редактор М.В. Шикова*

*Ответственный за выпуск С.Н. Кольцов*

Подписано в печать 25.06.98 г. Формат 60x84/16.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,16. Уч.-изд. л. 0,96.
Т. - 150 экз. Заказ № 183.

gost.e-ecolog.ru

ия ВНИИПО МВД России.
*143900, Московская обл., Балашихинский р-н, пос. ВНИИПО, д. 12*