

УДК 614.841; 662.312; 536.37

**Р. Ш. Еналеев, И. В. Красина, В. С. Гасилов,
Ю. С. Чистов, Л. И. Хайруллина**

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ВОСПЛАМЕНЯЕМОСТИ МАТЕРИАЛОВ

Ключевые слова: пожар, моделирование, методы испытания, горючие материалы.

Описаны схемы наиболее распространенных методов испытаний воспламеняемости материалов. Представлены сравнительные характеристики исследовательских испытательных стендов для испытаний воспламеняемости и теплозащитных свойств композиционных материалов в аэрокосмической технике и нефтехимической технологии.

Keywords: fire, simulation, test methods, combustible materials.

The sketches of the most common methods of the materials flammability testing are described. The comparative characteristics of the research test-benches for composite materials flammability and heat-protective properties testing in aerospace engineering and petrochemical technology are represented.

1. Введение

Исследование закономерностей воспламенения и горения природных и синтетических полимеров и композиционных материалов на их основе и расчетно-экспериментальная оценка влияния замедлителей горения (ЗГ) имеют важное практическое значение при создании пожаробезопасных материалов.

Зажигание текстильных полимерных материалов (ТПМ) представляет собой чрезвычайно сложный нестационарный физико-химический процесс.

В соответствии с федеральным законом №123-РФ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности» [1] оценка опасности возгорания ТПМ проводится только по экспериментальным данным [2]. Однако для целенаправленного поиска ЗГ необходимо знание основных характеристик зажигания – времени воспламенения и температуры поверхности в момент зажигания как исходных материалов, так и после их модификации ЗГ. Расчетные методы прогнозирования времени и температуры зажигания ТПМ при нестационарном одностороннем нагреве материала различными механизмами в литературе и нормативных документах отсутствуют.

В данной работе для решения поставленной проблемы предлагается системный подход [3]. В качестве элементов системы рассматривается триада из взаимосвязанных элементов «тепловой источник – замедлитель горения – полимерный тканый материал». Одной из задач проблемы является моделирование теплового источника в лабораторных условиях.

Разработка технических регламентов в области анализа пожарного риска основывается на методах и критериях оценки пожароопасности материалов. В мировой практике оценка характеристик горения и воспламенения ТМ осуществляется более чем по ста лабораторным методикам.

Оценка пожарной опасности материалов должна проводиться с учетом области их применения по соответствующим методам испытаний, предусмотренным международной и национальной системами профильных стандартов [4, 5]. Так, в международной практике действует система стандартов ISO 6940-84, ISO 12 952, ISO 8191-89, ISO ДИС 9151 и др.

В России подобная система разрабатывается во ВНИИПО [6], регламентирующая пожаробезопасное применение текстильных материалов и методы их оценки в зависимости от их функционального назначения. Использование единых нормативов по пожарной безопасности текстильных материалов позволяет правильно оценивать свойства получаемых материалов и более ответственно подходить к выбору их в зависимости от степени потенциальной (в случае пожара) опасности.

Однако каждый метод позволяет оценивать влияние только некоторых пожароопасных факторов. Поэтому ни один из методов не может дать информацию об истинной пожароопасности полимерных материалов. Такая комплексная оценка может быть получена в натурных испытаниях [2], или из анализа последствий реальных аварийных ситуаций [7], или методом математического моделирования [8].

Из всего многообразия методов испытаний можно выделить сравнительные стандартные и исследовательские методы. В большинстве стандартных методов экспериментально определяется одна из характеристик зажигания – концентрация окислителя или время воспламенения. Измерение другой характеристики – температуры поверхности в момент воспламенения в стандартных методиках не предусмотрено.

Без знания обоих характеристик воспламенения невозможно анализировать механизм зажигания и определять кинетические параметры процесса термического разложения. Стандартные методы предназначены для сравнительной оценки

воспламеняемости различных материалов и влияния рецептур замедлителей горения.

Исследовательские методы предназначены для обоснования адекватности моделей твердофазного воспламенения. Кроме того, можно моделировать параметры не только в природных пожарах и пожарах в помещениях, но и в техногенных пожарах.

С целью сравнения экспериментальных данных и модельных расчетов в данной и последующих работах рассматривается применение наиболее распространенных стандартных методов и исследовательских стендов, а также возможности технической модификации стандартных методов в части автоматизации эксперимента.

2. Стандартные методы

Из всех методов испытаний материалов на воспламеняемость наибольшее распространение для сравнительной оценки рецептур замедлителей горения у зарубежных и отечественных специалистов получил метод кислородного индекса.

2.1. Метод кислородного индекса

Стандартный метод экспериментального определения кислородного индекса (КИ) по ГОСТ 12.1.044-89 разработан для сравнительной оценки горючести твердых материалов.

Суть указанного метода состоит в определении минимальной концентрации кислорода в кислородно-азотной смеси, при которой испытываемый материал способен воспламениться и гореть. Образец закрепляется вертикально (рис.1) в середине кварцевой трубы так, чтобы его верхний край находился на расстоянии 0,1 м от верхнего среза трубы. Первое поджигание образца проводят на воздухе. Если образец горит, то испытание начинают при 18 % содержании кислорода в кислородно-азотной смеси, а если – нет, то при 25%.

Концентрацию кислорода в смеси изменяют до минимальной, при которой сгорает 50 см образца или образец горит в течение 3 минут. КИ рассчитывается по формуле:

$$КИ = \frac{V_k}{V_k + V_a} \cdot 100,$$

где V_k - скорость подачи кислорода; V_a - скорость подачи азота.

На рис. 1: 1 - реакционная камера, представляющая собой термостойкую прозрачную трубу из кварца с внутренним диаметром не менее 450 мм, установленную вертикально на основании; 2 - держатель образца для закрепления его в вертикальном положении в центре трубы (все детали держателя выполняются без острых кромок для лучшего обтекания газовым потоком); 3 - металлическое проволочное сито с размером ячейки 1,0-1,6 мм, помещенное над приспособлением для равномерного распределения газовой смеси по сечению трубы; 4 - приспособление для равномерного

распределения газовой смеси по сечению трубы, монтирующееся на дно камеры и состоящее, например, из стеклянных или металлических шариков диаметром 3-5 мм, засыпанных слоем высотой 80-100 мм; 5, 6, 7 - система смешивания и регулировки газов перед поступлением в реакционную камеру, позволяющая достигать необходимой концентрации кислорода в газовой смеси с погрешностью не более $\pm 0,1\%$ объемных; 8 - источник зажигания (например, горелка с диаметром наконечника 2 ± 1 мм, обеспечивающая на пропане высоту пламени 16 ± 4 мм и свободно входящая в камеру через верхний открытый конец).

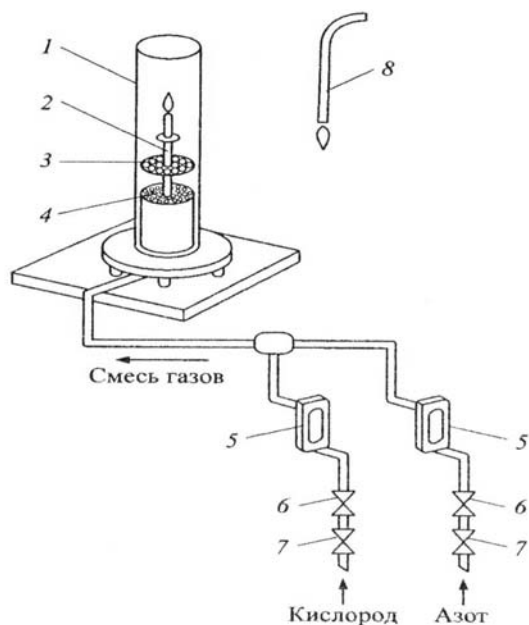


Рис. 1 - Установка для определения кислородного индекса

2.2. Метод испытания на открытое пламя

Стандарт предназначен для испытания текстильных материалов и специальной одежды от воздействия повышенных температур открытого пламени. Суть метода заключается, что пламя определенного размера воздействует в течение 10 сек. на внешнюю поверхность испытуемой пробы.

Схема держателя и элементарной пробы и расположение газовой горелки при испытании показаны на рис. 2.

Держатель для испытуемой пробы представляет собой прямоугольную рамку, имеющую штифты диаметром не более 2 мм, установленные на каждом углу прямоугольника высотой 190 мм и шириной 150 мм. Цилиндрические ограничители (шайбы) диаметром 2 мм и длиной 20 ± 1 мм необходимы для поддержания пробы у опорного штифта. Расстояние от центра опорного штифта до края рамки равно 5 мм, а расстояние от центра опорного штифта до центра ограничителя - 6 мм.

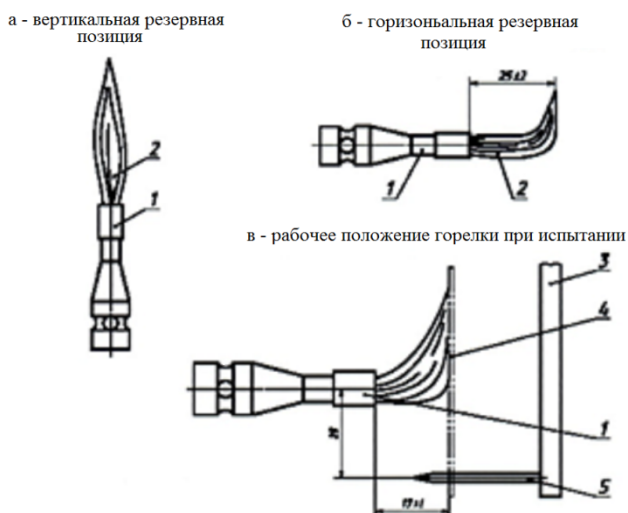


Рис. 2 - Схема расположения пробы и горелки при регулировании пламени

2.3. Стандартный метод нагрева тепловым излучением

Для определения группы воспламеняемости строительных материалов принят отечественный метод ГОСТ 30402-96, идентичный международному методу ISO 5657.

Сущность метода состоит в определении параметров воспламеняемости материала при заданных стандартом уровнях воздействия лучистого теплового потока и пламени от источника зажигания на поверхности образца.

Параметрами воспламеняемости материала являются:

- критическая поверхностная плотность теплового потока, при которой возникает устойчивое пламенное горение,
- время воспламенения от начала облучения до появления пламени над образцом.

Испытательная установка (рис. 3.) состоит из следующих основных частей:

- опорная станина;
- подвижная платформа;
- источник лучистого теплового потока (радиационная панель);
- система зажигания (вспомогательная стационарная горелка, подвижная горелка с механизированной и ручной системами перемещения),

где: 1 - радиационная панель с нагревательным элементом; 2 - подвижная горелка; 3 - вспомогательная стационарная горелка; 4 - силовой кабель нагревательного элемента; 5 - кулачок с ограничителем хода для ручного управления подвижной горелкой; 6 - кулачок для автоматического управления подвижной горелкой; 7 - приводной ремень; 8 - втулка подсоединения подвижной горелки к системе подачи топлива; 9 - монтажная плита для систем зажигания и перемещения подвижной горелки; 10 - защитная плита; 11 - вертикальная опора; 12 - вертикальная направляющая; 13 - подвижная платформа для

образца; 14 - основание опорной станины; 15 - ручное управление; 16 - рычаг с противовесом; 17 - привод к электродвигателю.

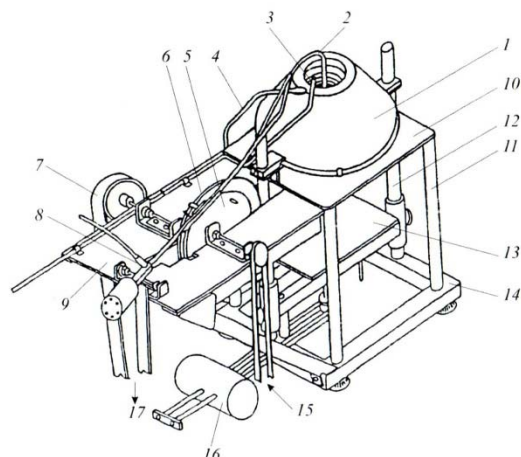


Рис. 3 - Схема установки на воспламеняемость

Радиационная панель в форме усеченного конуса обеспечивает заданные стандартом уровни плотности теплового потока от 10 до 50 кВт/м².

Авторами получены адекватные натурным испытаниям результаты по зажиганию древесины [9].

3. Исследовательские стенды

В реальных природных и техногенных пожарах основным поражающим фактором является тепловое излучение с плотностью теплового потока до 600 кВт/м², что на порядок превышает энергетические характеристики стандартных методов.

В связи с этим специалистами разрабатываются исследовательские стенды, моделирующие параметры реальных пожаров. Источником излучения в таких установках являются ксеноновые лампы – шаровые и трубчатые.

Благодаря высокой температуре плазмы, на установках с ксеноновыми лампами получают высокоинтенсивные тепловые потоки.

3.1. Оптическая печь

В качестве примера на рис. 4 приведена конструкция установки, в которой источником потока лучистой энергии является ксеноновая лампа ДКСР-10000 [10].

Из 10 кВт мощности, выделившейся на лампе, - 5,5 кВт приходится на излучение в оптической области. Распределение излучения по спектру составляет: 0,5 кВт (9 %) в ультрафиолетовой части; 2 кВт (36 %) в видимой и 3 кВт (55 %) в инфракрасной части спектра. Максимальная плотность потока лучистой энергии в пятне диаметром 10⁻² м составляет 4000 кВт/м². Установка обеспечивает стабильность излучения во времени не ниже 95 %, равномерность распределения потока лучистой энергии в пятне диаметром 2·10⁻² м не ниже 87 %. Изменение плотности потока лучистой энергии при отклонении от фокальной плоскости по оптической

оси на расстояние $2 \cdot 10^{-3}$ м не превышало 5%. Диаметр сфокусированного потока составлял около $2 \cdot 10^{-2}$ м.

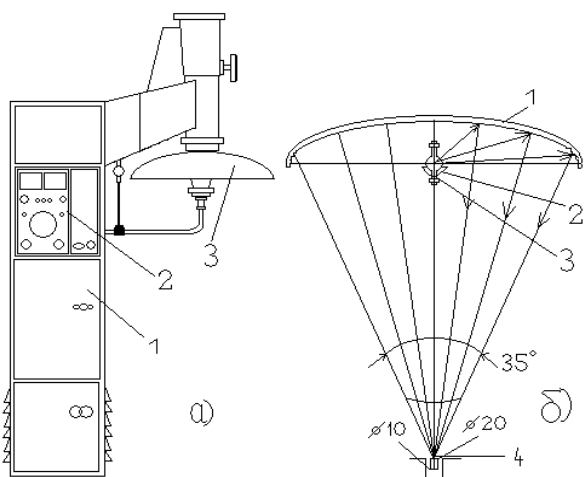


Рис. 4 - Оптическая печь типа УРАН – 1 с ксеноновой лампой 10 кВт: а – конструктивное выполнение; б – оптический излучатель; 1 – отражатель; 2 – контротражатель; 3 – лампа; 4 – рабочее пятно

Блок регистрации экспериментальной установки обеспечивал измерения плотности потока лучистой энергии, времени экспозиции, момента появления пламени. Он включает датчик плотности потока лучистой энергии, фотодиоды, реле времени и светолучевой осциллограф Н-117/1.

Регулирование плотности лучистого потока в фокальном пятне осуществлялось с помощью ослабителей излучения и путем плавного изменения мощности электрической энергии подводимой к ксеноновой лампе. Ослабители лучистого потока представляют собой металлическую сетку, которая устанавливается перпендикулярно оптической оси на расстоянии 0,3-0,4 м от фокальной плоскости. Применение ослабителей, рассеивающих излучение, способствует более равномерному распределению лучистого потока в фокальном пятне.

Для защиты исследуемого образца от преждевременного нагрева лучистым потоком и дозированной подачи энергии излучения служит система затворов, которая состоит из металлической заслонки и центрального затвора. Заслонка предохраняет ослабители и лепестки затвора от перегрева при поджоге лампы и во время выхода на заданный режим работы. Центральный затвор имеет две шторки, которые приводятся в движение вручную. Время раскрытия (закрытия) затвора составляет $4 \cdot 10^{-2}$ сек.

Установки типа Уран-1 имеются в Томском федеральном университете, Институте тепло- и массообмена (Минск), СО наук РАН.

3.1. Широкоформатная установка высокоинтенсивного нагрева

Анализ энергетических характеристик излучения природных пожаров, огненных шаров и

факельного горения углеводородов, возникающих в реальных чрезвычайных ситуациях, позволяет сформулировать основные требования к лабораторным имитаторам теплового излучения.

Источники излучения должны обеспечивать плотность теплового потока в зоне нагрева до нескольких миллионов Вт/м², безынерционное регулирование подводимой к объекту энергии излучения, одномерный нагрев поверхности облучения. Из двух типов излучателей – твердотельных [11] и газоразрядных [12], последние в большей степени отвечают отмеченным требованиям, благодаря более высокой температуре излучения (~ 6000 °С) и удельной потребляемой электрической мощности.

Перечисленным требованиям в наибольшей степени отвечают газоразрядные ксеноновые трубчатые лампы.

Применение установок с ксеноновыми газоразрядными лампами в номинальном режиме питания [13] позволяет исследовать воспламеняемость полимерных материалов до максимальной плотности теплового потока 0,2 МВт/м². Запатентованный способ электрического питания газоразрядных ламп в режиме многократных перегрузок позволяет увеличить плотность теплового потока до 2 МВт/м² на площади 30 см² [14]. Применение тиристорного регулятора подводимой к лампе электрической мощности реализует возможность программного изменения плотности теплового потока в процессе излучения. Дальнейшее увеличение энергетических характеристик излучения ксеноновых ламп достигается их включением в трехфазную сеть переменного тока. Такой способ подключения обеспечивает равномерность распределения по фазам электрической мощности в несколько сот кВт, сглаживает пульсации светового потока и, самое главное, увеличивает значение плотности теплового потока до 3 МВт/м² на площади облучения 100 см² [15].

В настоящее время ведутся исследования по разработке новых конструкций газоразрядных источников излучения на основе магнетронного разряда (МПР). В отличие от разрядов в замкнутой оболочке, в МПР отсутствуют ограничения на вводимую электрическую энергию, обусловленные механической прочностью кварцевых цилиндров газоразрядных трубчатых ламп. Согласно последней публикации [16] мощность излучения с поверхности плазмы достигает 30 МВт/м², площади излучения 5×8 см², время непрерывного излучения 0,2 сек, температура плазмы 5000 К, плотность теплового потока на расстоянии 100 см от поверхности излучения – 0,04 МВт/м². Кратковременность и нестабильность излучения ограничивают применение МПР для исследования процессов взаимодействия импульсного излучения с объектами различной физической природы. Но метод создания гиперинтенсивных источников излучения является перспективным.

Схема экспериментальной установки представлена на рис. 5. Поток излучения контролируется специальной программой.

Оптическая система концентрации света обеспечивает равномерное облучение образца на площади от 20 до 100 см².

Установка предназначена для исследования процесса зажигания полимерных материалов и тепло-массообмена в пакете материалов одежды.

Температура середины образца измеряется ленточными микротермопарами, вмонтированных между сплетениями волокон материала. Давление в зазоре измеряется микроманометром, потеря веса – торсионными весами.

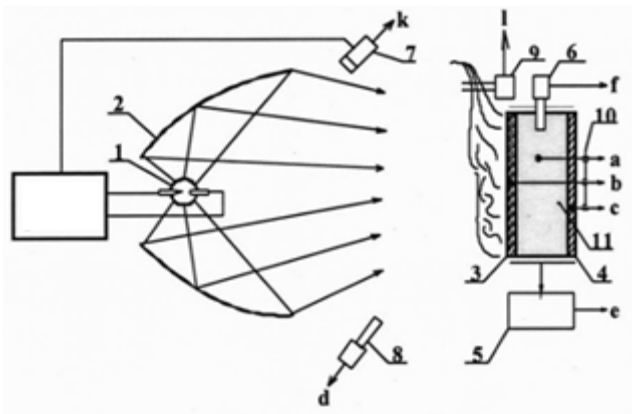


Рис. 5 - Техника эксперимента: 1 – ксеноновый источник излучения, 300 кВт; 2 – концентратор; 3 – испытуемый образец; 4 – калориметр; 5 – электронные весы; 6 – датчик давления; 7 – фотоэлектрический датчик; 8 – тепловизор; 9 – детектор воспламенения; 10 – микротермопары; 11 – воздушный зазор

Таким образом, анализ технических характеристик стандартных методов и исследовательских стендов позволяет обоснованно выбирать методику эксперимента в зависимости от назначения и применения горючих материалов и рецептуры замедлителей горения.

Литература

1. Федеральный закон РФ от 22.07.2008 г. № 123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности». Принят ГД ФС РФ от 04.07.2008 г.

© **Р. Ш. Еналеев** – к.т.н., ст. науч. сотр. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ, firepredict@yandex.ru; **И. В. Красина** – д.т.н., зав. каф. технологии химических, натуральных волокон и изделий КНИТУ, irina_krasina@mail.ru; **В. С. Гасилов** – к.т.н., доц. каф. промышленной безопасности КНИТУ; **Ю. С. Чистов** – асс. каф. машин и аппаратов химических производств КНИТУ, yura-chistov@yandex.ru; **Л. И. Хайруллина** – к.с.н., доц. каф. промышленной безопасности КНИТУ, lhda79@mail.ru.

2. А.В. Смотаев. *Исследование времени воспламенения веществ и материалов при пожаре*. Москва, 1989, 137 – 147.
3. Р.Ш. Еналеев, Э.Ш. Теляков, И.В. Красина, В.С. Гасилов, О.А. Тучкова. *Вестник Казанского технологического университета*, **16**, 8, 322 – 332 (2013).
4. А.Н. Баратов, Н.И. Константинова, И.С. Молчадский. *Пожарная опасность текстильных материалов*. ФГУ ВНИИПО МЧС России, Москва, 2006. 273 с.
5. Н.И. Константинова. *Текст. химия*, 1(16), 41 – 44 (1999).
6. Л.Г. Филин, Е.Д. Михайлова. *Методы оценки воспламеняемости текстильных материалов: Обзор. инф.* М.: ВНИИПО МВД, 1991, 45 с.
7. В. Маршалл. *Основные опасности химических производств*. Мир, Москва, 1989. 671 с.
8. R.Sh. Enalejev. *Mathematical model of the ignition of fuels*. Book of abstracts of the 4-th Fire behavior and Fuels conference, St.Petersburg, 1-4 July 2013. 77 p.
9. Р.Ш. Еналеев, И.В. Красина, В.С. Гасилов, Ю.С. Чистов, О.А. Тучкова. *Вестник Казанского технологического университета*, **16**, 10, 99 – 106 (2013).
10. В.Т. Кузнецов, А.И. Фильков. *ФГВ*, **47**, 1 74 – 79 (2011).
11. Р. Борхерт, В. Юбиц. *Техника инфракрасного нагрева*. Госэнергоиздат, Ленинград, 1963. 278 с.
12. Г.Н. Рохлин. *Газоразрядные источники света*. Энергия, Москва, 1966. 210 с.
13. Р.Ш. Гайнутдинов, Р.Ш. Еналеев, В.И. Аверко-Антонович. *Экспериментальные исследования процесса воспламенения древесины под действием теплового потока излучения*. 6 Республиканская межвузовская конференция по вопросам испарения, горения и газовой динамики дисперсных систем. Тезисы докладов. Изд. Киевского университета, 1966. 45 с.
14. Р.Ш. Еналеев, К.И. Синаев, В.А. Матеосов. *Экспериментальное исследование процесса зажигания конденсированных веществ при динамических условиях подвода лучистой энергии*. Изд. Чувашского государственного университета, Чебоксары, 1972.
15. Р.Ш. Еналеев, А.М. Осипов, В.А. Качалкин. *Исследование высокотемпературных процессов на установках интенсивного нагрева излучением*. Изд. МЭИ, Москва, 1998, **6**, 282 – 285.
16. А.Г. Бедрин, С.П. Дашук, И.С. Миронов. *ТВТ*, **45**, 2, 153 – 186 (2007).