



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4898—2017

危险品 固体氧化性试验方法 重量法

Dangerous goods—Test method for oxidizing solids—Gravimetric test

2017-08-29 发布

2018-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：于晓、万敏、陈相、李红霞。

危险品 固体氧化性试验方法 重量法

警示——使用本标准的人员应具有相关的检验或检测工作经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了固体危险品的氧化性试验(重量法)的试验方法。

本标准适用于固体危险品的氧化性测定,不适用于爆炸物质、易燃物质和有机过氧化物。

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 6944 危险货物分类和品名编号

GB/T 21617 危险品 固体氧化性试验方法

3 术语和定义

GB/T 21617 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氧化性物质 oxidizing substance

本身未必燃烧,通常因释放氧引起或促使其他物质燃烧的物质。

3.2

检测混合物 I mixture substance tested I

待测物质与干纤维素丝质量比为 1 : 1 的混合物。

3.3

检测混合物 II mixture substance tested II

待测物质与干纤维素丝质量比为 4 : 1 的混合物。

3.4

标准混合物 I mixture substance of reference I

过氧化钙与干纤维素丝质量比为 3 : 1 的混合物。

3.5

标准混合物 II mixture substance of reference II

过氧化钙与干纤维素丝质量比为 1 : 1 的混合物。

3.6

标准混合物 III mixture substance of reference III

过氧化钙与干纤维素丝质量比为 1 : 2 的混合物。

4 方法原理

将待测物质制成检测混合物进行试验,并把该混合物的燃烧速率与标准混合物进行比较,确定其氧化性能力。

5 试验准备

5.1 制备过氧化钙标准物质

使用浓度 $75\% \pm 0.5\%$ 的工业纯细粉状过氧化钙作为参考物质。过氧化钙中含有的氯化物或燃烧过程中产生水分的化合物等杂质浓度应很低,因为可能影响参考堆垛的燃烧情况。可使用符合下列规格的过氧化钙,无需进一步的预处理: CaO_2 含量: $75\% \pm 0.5\%$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 含量: $20\% \sim 25\%$, CaCO_3 含量: $0\% \sim 5\%$, 氯化物含量: $\leq 500 \mu\text{g/g}$, 粒径: 最少 $99\% < 75 \mu\text{m}$, 其中最少 $50\% < 20 \mu\text{m}$ 。

5.2 制备干纤维素丝

使用纤维长度为 $50 \mu\text{m} \sim 250 \mu\text{m}$, 平均直径为 $25 \mu\text{m}$ 的干燥纤维素丝, 将其做成厚度不大于 25 mm 的一层, 在 105°C 条件下干燥处理到恒定重量(至少 4 h), 保持在干燥器(装有干燥剂)内冷却备用。含水量按干重计应少于 0.5% 。必要时应延长干燥时间以确保含水量 $< 0.5\%$ 。干纤维素丝的体积密度应足够高, 使标准混合物Ⅲ能完全装入锥形漏斗。

5.3 试样检查

检查将用于运输形式的物质是否含有直径 $< 500 \mu\text{m}$ 的颗粒。如果直径 $< 500 \mu\text{m}$ 的粉末占总质量的 10% 以上, 或者如果该物质是易碎的, 那么在进行试验之前应将全部试验样品磨成粉末以便照顾到在装卸和运输过程中粒度减小的情况。

5.4 制备检测混合物

将 $30.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 的待测物质(其粒度为将用于运输的粒度, 见 5.3)和纤维素分别制成检测混合物 I、检测混合物 II。每一混合物应以机械方法适当用力地尽可能彻底混合, 每一样品混合物应单独准备, 尽快地使用, 不从一批混合物中提取。试验前用 6.4 中的玻璃漏斗将混合物做成底部直径 70 mm 的截头圆锥体, 覆盖在试验板上的环形点火金属线上。

5.5 制备标准混合物

将 $30.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 的过氧化钙标准物质和纤维素分别制成标准混合物 I、标准混合物 II、标准混合物 III。每一混合物应以机械方法适当用力地尽可能彻底混合。试验前用 6.4 中的玻璃漏斗将混合物做成底部直径 70 mm 的截头圆锥体, 覆盖在试验板上的环形点火金属线上。

6 仪器与设备

6.1 点火源

一根与电源连接、具有下列特性的惰性金属线(例如镍/铬、AluChrom):

- a) 长度 $30 \text{ cm} \pm 1 \text{ cm}$;
- b) 直径 $< 1 \text{ mm}$;
- c) 金属线耗电功率 $150 \text{ W} \pm 7 \text{ W}$, 形状按照图 1 所示。

6.2 天平

一台有合适的测量范围、精度和数据传送功能的天平(量程至少为 $1\,000 \text{ g}$, 精度至少为 0.1 g), 配置用于数据采集的接口(如 USB 或 RS232), 对所需数据(时间、质量)加以记录, 应达到每秒至少 5 个数

据的采集频率。任何能记录天平测量结果的合适软件均可使用。

6.3 试验板

优先选用长 150 mm、宽 150 mm、厚 6 mm、温度为 0 °C 时热导率 $\leq 0.23 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 的平板。也可以使用热导率相似的其他平板。

6.4 玻璃漏斗

应用一个窄的一端封闭、内直径 70 mm 的 60°玻璃漏斗。

6.5 通风柜

通风柜的气流速度应 $\leq 0.5 \text{ m/s}$ 。

6.6 支撑结构和挡风板

6.6.1 为在天平上构造燃烧试验的支撑结构,应使用一块坚固材料(钢或其他适当材料)构成的基板、一块定位板及若干导杆。优先采用一块挡风板,以防整个试验设备受到通风或环境气流影响。

6.6.2 燃烧圆锥堆垛应始终置于天平中央,并应保护天平在试验中不接触热源和燃烧颗粒。

6.6.3 使用两块板,确保始终处于天平上的同一位置并保护天平。基板大于天平,用坚固材料制成,可以在板底附着某种缓冲材料以减少环境振动。将 2~4 个金属导杆固定在基板上,以确保定位板和试验板在试验过程中始终处于天平上的同一位置。基板应足够坚硬(如采用 4 mm 钢板或 16 mm 聚酰胺板),以保持导杆始终在稳定位置。天平应始终处于基板上的中心位置,如图 2 所示。

6.6.4 定位板用阻燃、低传导率材料制成,特性与试验板相同(见 6.3)。定位板上用于固定导杆的钻孔直径应比导杆直径约大 8 mm。

6.6.5 导杆应始终位于钻孔中央,防止定位板与导杆有任何接触,以免影响天平工作。应在定位板上固定某种核对标记,使试验板处于天平中央的正确位置。

6.6.6 电源与加热线之间的电气连接应足够灵活,以免振动或位移干扰天平托盘的自由移动。可使用软接线并在靠近试验板之处使用某种支撑物。支撑物与试验板之间的接线盘成圈形可增加灵活度。

6.6.7 挡风板可装在底板上或设置在整個试验设备周围。挡风板底部不应有空隙。挡风板本身围成封闭圈,并高出设备约 10 cm,以防顶部气流影响。

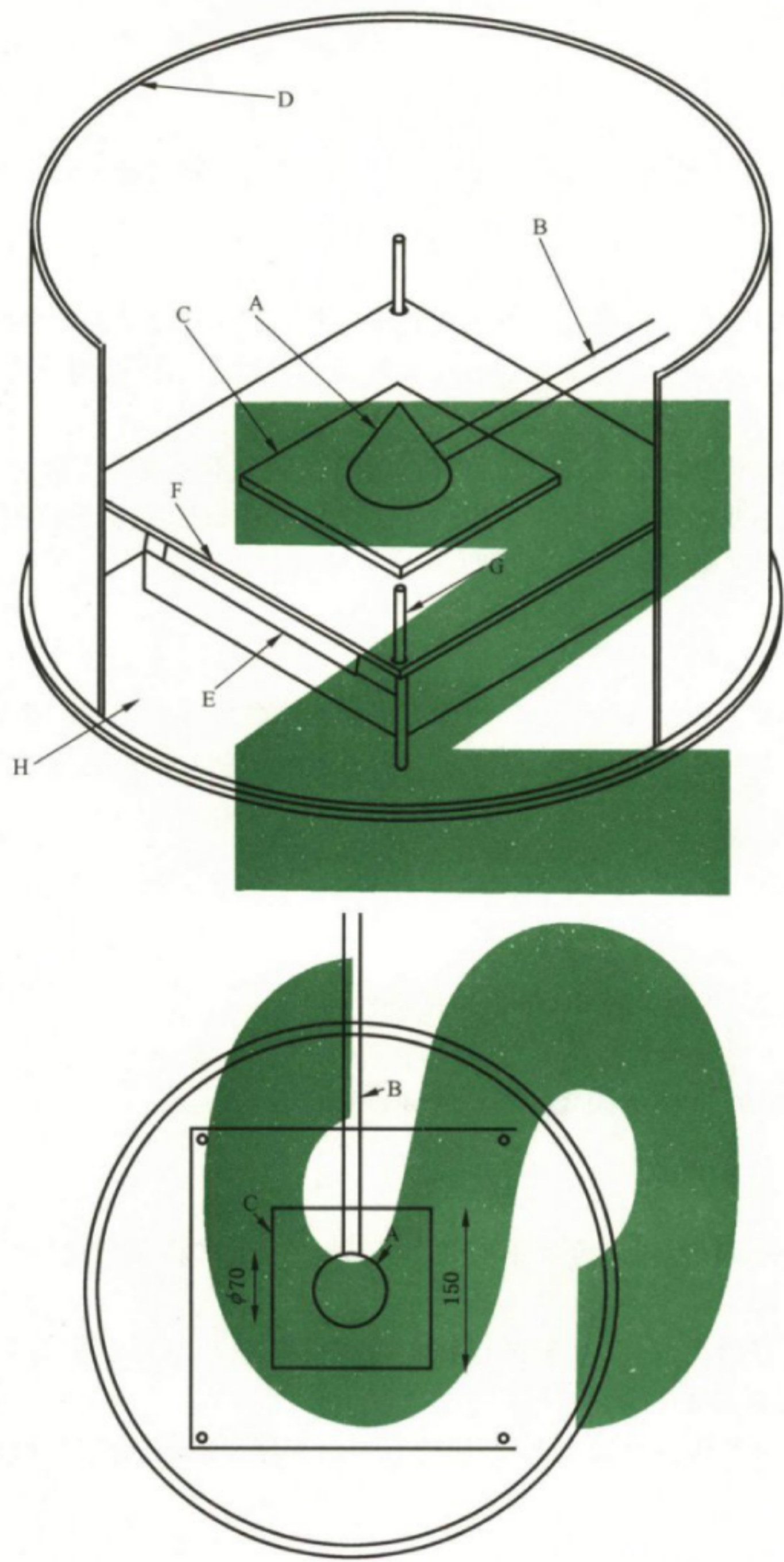
单位为毫米



说明：
A ——圆锥体样品底部(直径 70 mm)；
B ——加热金属线；
C ——低导热板。

图 1 试验板和点火金属线

单位为毫米



说明：

A —— 圆锥堆垛；

B —— 加热线；

C —— 试验板；

D —— 挡风板；

E —— 带连接端口的天平；

F —— 定位板；

G —— 用于将定位板(F)和试验板(C)固定在天平上规定位置的导杆；

H —— 基板。

图 2 支撑结构和挡风板

7 试验步骤

7.1 试样环境

试验应在通风柜中,并在大气压力、环境温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $<60\%$ 下进行。

7.2 试验

7.2.1 天平归零并置于以上所述通风处。点火线接通电源,并在试验过程中保持通电。如混合物不引燃或不燃烧,则保持通电 3 min。数据收集应在电源接通前数秒开始持续到反应结束,或持续到质量损失 $<1\text{ g/min}$ 为止。

7.2.2 如加热金属线在试验期间断裂,应重新进行试验,以确保不因线断而影响试验结果。

7.2.3 对未划定包装类别或确定物质是否不应划入 GB 6944 中危险类别 5.1 项所需的每种检测混合物与标准混合物应进行 5 次试验,并绘制以时间为函数的质量损失图谱。

7.3 燃烧速率

燃烧速率(burning rate, BR)取决于燃烧强度和混合物内含纤维素数量。燃烧速率定义为圆锥堆垛所含纤维素总量的 60% 与主燃烧时间 t_{20-80} 之商,如下式所示。总质量损失为引燃前质量与主反应结束时质量之差,主反应结束定义为质量损失率 $<1\text{ g/min}$ 。

$$BR_{20-80} = \frac{0.6 \times m_{\text{cellulose}}}{t_{20-80}}$$

式中:

BR_{20-80} ——20%~80%的燃烧速率,单位为克每秒(g/s);

$m_{\text{cellulose}}$ ——混合物所含纤维素的质量,单位为克(g);

t_{20-80} ——总质量损失 20%~80%的燃烧时间,单位为秒(s)。

7.4 试验精密度

7.4.1 5 次试验燃烧速率的标准离差合计不应超过 10%。每次试验在质量损失 20%~80%之间的相关系数(R^2)应至少为 0.95。

7.4.2 如果怀疑结果为假阳性,在对结果进行判定时也应考虑在所涉物质与某惰性材料混合情况下和/或在惰性气体中所做试验的结果。

7.4.3 如果质量损失曲线形状表明试验无效,应检查混合程序或影响天平托盘自由移动的试验配置。

8 结果的表示

8.1 结果的评估

8.1.1 将检测混合物的平均燃烧速率与标准混合物的平均燃烧速率比较。

8.1.2 检测混合物是否引燃并燃烧。

8.2 确定物质氧化性质的试验标准

8.2.1 I 类包装:检测混合物 I 或检测混合物 II 的平均燃烧速率大于标准混合物 I 的平均燃烧速率。

8.2.2 II 类包装:检测混合物 I 或检测混合物 II 的平均燃烧速率大于或等于标准混合物 II 的平均燃烧速率,且未达 I 类包装标准。

8.2.3 Ⅲ类包装:检测混合物Ⅰ或检测混合物Ⅱ的平均燃烧速率大于或等于标准混合物Ⅲ的平均燃烧速率,且未满足Ⅰ类包装和Ⅱ类包装的标准。

8.2.4 非第5.1项:任何检测混合物Ⅰ或检测混合物Ⅱ进行试验时,均未引燃和燃烧,或平均燃烧速率小于标准混合物Ⅲ的平均燃烧速率。

注:包装类别的含义见 GB/T 15098。
