

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4608—2016

易燃液体爆炸点的测定

Determination of flammable liquid explosion point

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准参考了 BS EN 15794—2009《易燃液体爆炸点》(英文版),其技术内容完全一致。

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:中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:李宁涛、于艳军、胡新功、熊中强、韩伟、何成。

易燃液体爆炸点的测定

1 范围

本标准规定了空气中易燃液体爆炸点测定试验的术语和定义、试验原理、试验要求、试验方法、试验结果。

本标准适用于大气环境压力下、环境温度范围为 $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 到 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间的易燃液体爆炸点的测定。

本标准不适用于爆炸物或在试验条件下热不稳定的液体(如聚合、氧化材料等)。

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 3186—2006 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 27867—2011 石油液体管线自动取样法

EN 13237—2012 潜在爆炸性环境 在潜在的爆炸性环境中使用的设备和保护系统(Potentially explosive atmospheres—Terms and definitions for equipment and protective systems intended for use in potentially explosive atmospheres)

3 术语和定义

EN 13237—2012 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

环境压力 ambient atmosphere

设备和保护系统周围的正常压力。

3.2

环境温度 ambient temperature

设备工作时所处的空气或其他介质的温度。

3.3

爆炸 explosion

剧烈的氧化或分解反应时温度或压力升高,或两者同时升高的现象。

3.4

爆炸极限 explosions limits

爆炸范围的界限值。

3.5

低爆炸点 lower explosion point; LEP

空气中易燃液体饱和蒸汽压的浓度与爆炸下限相同时的温度。

3.6

高爆炸点 upper explosion point; UEP

空气中易燃液体饱和蒸汽压的浓度与爆炸上限相同时的温度。

3.7

爆炸范围 explosion range

易燃物质在空气中能够产生爆炸的浓度范围。

3.8

易燃液体 flammable liquid

在任何可预见的操作条件下可能产生易燃蒸汽的液体。

3.9

点火源 ignition source

具有一定能量,凡能够引起可燃燃烧的热能源。

3.10

防爆 explosion resistant

用于防爆炸压力或者爆炸冲击的适当的容器和设备。

3.11

潜在爆炸性环境 potentially explosive atmosphere

由于局部和操作条件可能会引起爆炸的环境。

3.12

自燃温度 auto ignition temperature

在空气或空气/惰性气体中易燃气体或易燃蒸汽在规定试验条件下发生着火的最低温度。

4 试验原理

将样品放置在一个圆柱形容器内,加热到指定的温度。当在预设的温度下液相和气相达到平衡之后,通过产生一系列的感应火花进而开始燃烧,这个过程中将能观察到火焰脱离或温度升高的发生。试验设备的温度将会逐步上升或逐步降低,直至观察不到燃烧。

5 试验要求

5.1 试剂和材料

5.1.1 易燃液体

5.1.1.1 易燃液体可以是:

- 单一组分液体样品或成分确定的液体混合物;
- 经加工的样品(已知或未知成分)。

5.1.1.2 当使用单一组分样品或成分确定的液体混合物时,每种液体的物质的量浓度应为 99.8% 以上。混合物或未知成分的加工样品,应该进行标记,以确定其来源以及相关的工艺条件。

5.1.2 取样与存储

5.1.2.1 取样过程依据 GB/T 4756、GB/T 27867—2011 和 GB/T 3186—2006 或等效的国家标准进行。

5.1.2.2 取样对象应该足量并存储于适当材质的密封容器中。在试验开始前,样品应充满容器体积的 85%~95%。

5.1.2.3 样品应在蒸汽损失最小的条件下储存,可采用增大环境压力的方法避免蒸汽的损失。

5.1.2.4 样品存储温度应保持与环境温度相当或低于试验起始温度(预估爆炸点)5℃以下,样品应保持在两者中较低的温度或更低的温度,直至试验完成。

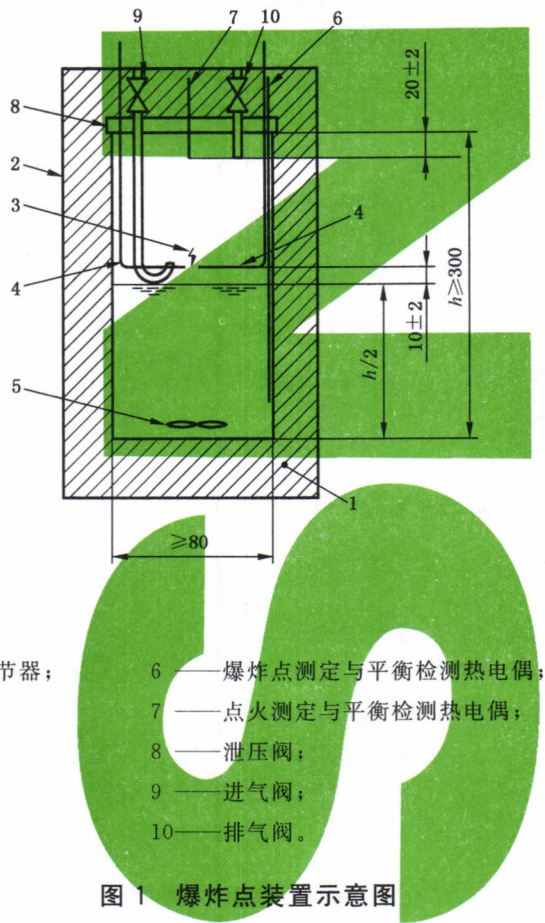
5.1.2.5 黏性液体、冷却后结晶的液体样品、聚合样品和分解样品应存储于避免该样品发生结晶、聚合和分解的温度环境中。取样前、后应保持样品容器密闭以避免样品成分的改变。

5.2 试验装置

5.2.1 易燃液体爆炸点试验装置

见图 1。

单位为毫米



说明：

- 1——加热室空气流量、温度调节器；
- 2——试验容器；
- 3——点火源；
- 4——电极；
- 5——搅拌器；

- 6——爆炸点测定与平衡检测热电偶；
- 7——点火测定与平衡检测热电偶；
- 8——泄压阀；
- 9——进气阀；
- 10——排气阀。

图 1 爆炸点装置示意图

5.2.2 试验容器

5.2.2.1 试验容器是由耐压玻璃(1 MPa)制成的立式圆柱容器,内径为 80 mm~100 mm、高度为 300 mm~500 mm。顶部加装泄压阀泄除过大的压力(例如:光滑金属板覆盖在光玻璃表面上)。

5.2.2.2 点火源电极顶端距液体表面中心上方 10 mm±2 mm 或保持足够距离以避免润湿。气相温度测定热电偶位于容器垂直轴下方 20 mm±2 mm,点火检测的热电偶其最大直径 0.5 mm,测量误差 1.0 ℃。爆炸点测量热电偶应至少进入液相 20 mm,盖顶安装进气阀、排气阀以排除蒸汽。

5.2.3 加热/冷却室

试验容器置于具有空气流通的加热/冷却室内,下面垫低导热垫片与地面隔离。加热/冷却室体积至少为测试体积的 10 倍并应大于 15 L。室内每小时要进行不少于 10 次空气交换以避免易燃蒸汽累积,温差不应超过 1 ℃,温度调节装置应满足以下要求：

SN/T 4608—2016

——试验容器包括盖子应该均匀加热,以保证空的试验容器各个方向的温度分布相差不会超过 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$;

——试验容器的温度可以逐步的增加 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

注:加热/冷却室可加装防爆风机,以进行空气交换,避免易燃蒸汽的累积。

5.2.4 点火源

5.2.4.1 点火源由两个电极组成,可产生连续火花。

5.2.4.2 点火源可用不锈钢电极材料,电极直径最大为 4 mm ,其顶端应倾斜 $60^{\circ} \pm 3^{\circ}$,两个电极尖端距离 $5\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ 。电极应气体密封,以便能测量出其与液面间距离的变化,且具有防高温、能够测试混合物的功能,并且能提供足够大的电阻以防止短路。

5.2.4.3 使用试验电压为 $13\text{ kV} \sim 16\text{ kV}$ (开路电压),短路电流为 $20\text{ mA} \sim 30\text{ mA}$ 的高压变压器制造点火源,高压变压器主端与电源连接并通过定时装置设定放电时间。

5.2.4.4 点火火花放电时间 0.2 s ,若 0.2 s 放电时间不能点燃样品可将放电时间调高至 0.5 s 测试。

5.2.4.5 感应火花的能量大小取决于气体混合物及其压力。在大气压下,依据热量和电量的测量值可知点火源产生火花的能量约为 10 W 。

5.2.5 搅拌器

磁力搅拌器从容器底部搅拌,以便不干扰火焰的分离。

5.2.6 气压计

精度 0.1 kPa ,不可使用预校正海平面大气压的气压计。

5.3 试验装置校准

所有使用的设备和测试程序应参照附录 A 进行验证。

5.4 安全要求

安全要求参见附录 B。

6 试验方法

6.1 方法概述

测定低爆炸点(LEP)或高爆炸点(UEP)时,首先应了解样品的闭杯闪点或预估爆炸点(参见附录 C)。在样品成分未知时,应首先确定闪点。若样品所含化合物无闪点,尽可能预先估算物质的爆炸范围。如果不能分析确定混合物成分具有最低闪点,可直接将闪点定为起始温度。

6.2 试验过程

6.2.1 步骤 1

6.2.1.1 记录试验设备周围的环境压力。

6.2.1.2 选择一个适当的起始温度。当测定 LEP 时,对于单一组分液体,起始温度应比闪点或预估爆炸点低 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (适合于 LEP 低于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的物质)或 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (适合于 LEP 高于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的物质);对于混合物,起始温度应至少比闪点低 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。测量 UEP 时,对于单一组分液体,起始温度应比闪点高 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$;对于混合物,起始温度应比闪点高 $75\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或比预估 UEP 高 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.1.3 如预估爆炸点低于环境温度,应将储存容器中的样品冷却至预计爆炸点以下 5℃,并在添加样品之前要重新冷却试验容器。

注:不要将样品加热到自燃温度。

6.2.2 步骤 2

在试验容器中加入其体积一半的试验样品,如果预估爆炸点高于 100℃,应考虑液体样品的体积膨胀。

注:在特殊情况下,爆炸点取决于样品填充率,尤其是当测定 UEP 的时候。

6.2.3 步骤 3

6.2.3.1 试验容器应保持在试验温度下至气液平衡。当液相、气相温差小于 0.5℃时,可认为气相和液相温度达到平衡,这个过程至少需要 30 min。气液温度平衡后应进一步搅拌 30 min 以达到浓度平衡,搅拌过程中避免润湿电极。

6.2.3.2 达到平衡条件后应对点火源进行观察以确定是否达到着火的标准,着火(自蔓延燃烧)标准为视觉上可观察到从火花间隙的火焰向上运动至少 100 mm(“火焰分离”的例子参见附录 D),或有光晕到达容器顶部。另外,当热电偶(图 1 中“7”)测量的气相温度比参比测量值高 1℃时,也可以看作是着火。参比测量值是在相同试验步骤但测试容器中无任何液体的试验条件下进行测量的(整个测试只包含空气,无易燃蒸汽和液体)。

注:蒸汽或空气混合物中蒸汽含量稍微高于其爆炸范围时,可能会出现发光现象,称为“光晕”,在火花间隙上方并未与火花间隙分离(参见附录 D)。光晕的形成不能认为是着火,除非其达到容器的顶部。

6.2.4 步骤 4

6.2.4.1 测量 LEP 时如观察到着火,则返回步骤 2 并将温度降低 5℃进行试验测定,直到观察到否定结果。测量 UEP 时如观察到了着火,则返回步骤 2 并将温度升高 5℃进行试验测定,直到观察到否定结果。点火试验中每次试验均应更换样品,除非试验样品是单一成分的纯液体物质。单一成分纯液体物质每次点火之后均应对气相进行空气吹扫,以确保下次点火试验有充足的氧气。

6.2.4.2 如果未观察到着火,则返回步骤 3,在试验容器中放入相同的样品,根据要求的准确度不同逐渐升高温度 1℃或 2℃,至获得肯定结果。

6.2.5 步骤 5

在最接近着火温度的非着火温度点以新样品进行测试,以验证试验结果。试验中若发生着火则应依据要求的温度增量精度重复步骤 4;否则,在步骤 5 中未着火温度分别记为样品的 LEP₀、UEP₀。

7 试验结果

7.1 低爆炸点的试验结果(或者是试验结果平均值)应使用式(1)在 101.3 kPa 的参考压力下校准。

$$LEP = LEP_0 + a(p_{ref} - p) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

LEP ——校准低爆炸点,单位为摄氏度(℃);

LEP₀ ——试验测定低爆炸点,单位为摄氏度(℃);

a ——0.25℃/kPa;

p_{ref} ——101.3 kPa;

p ——试验环境压力,单位为千帕(kPa)。

注:本校准方程仅适用于环境压力为 98.0 kPa~104.7 kPa 范围。

SN/T 4608—2016

7.2 高爆炸点的试验结果(或者是试验结果平均值)应使用式(2)在 101.3 kPa 的参考压力下校准。

$$UEP = UEP_0 + a(p_{\text{ref}} - p) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

UEP ——校准高爆炸点,单位为摄氏度(℃);

UEP_0 ——试验测定高爆炸点,单位为摄氏度(℃);

a ——0.25 ℃/kPa;

p_{ref} ——101.3 kPa;

p ——试验环境压力,单位为千帕(kPa)。

注:本校准方程仅适用于环境压力为 98.0 kPa~104.7 kPa 范围。

8 试验报告

试验报告应提供下列信息:

- a) 实验室名称,操作人员和日期;
- b) 实验条件——环境压力;
- c) 样品信息——组分、纯度和来源;
- d) 试验装置,如与标准不同——容器形状和体积,填充百分比;
- e) 试验偏差;
- f) LEP_0 ;
- g) LEP ;
- h) UEP_0 ;
- i) UEP ;
- j) 参考文献。

试验测试结果扩展不确定度为 4 ℃,是加热室内温度控制和温度梯度不确定度的两倍,试验结果报告样例参见附录 E。

附 录 A
(资料性附录)
验 证

此验证程序用于新设备以及现有设备的性能检查,现有设备应该每 12 个月检查一次,如果设备超过 12 个月未被使用或者设备中任何一个部件更换或更新,均应进行重新检查。此验证应以表 A.1 中样品,依据试验过程 6.2 进行。新设备推荐验证下面列出的所有液体,现有设备至少验证两种液体。如果不需要低温测量就不用验证丙酮。验证时需足以填满测试容器体积的 10%,如果其 LEP 值在表中所列范围之内,则验证通过。参考液体的浓度至少要达到 99.8%。

表 A.1 数据验证参考样品

样品	LEP/℃
丙酮	-23.0 ± 2.0
间二甲苯	23.0 ± 2.0
正辛醇	77.5 ± 2.0
正十六烷	122.0 ± 2.0

注:从设备中获得的额外的特定数据对检验设备的性能检测是很有帮助的。

附 录 B
(资料性附录)
安 全 要 求

如果本方法适用并被使用,下列建议应被采纳:

- a) 确保试验装置中气体/蒸汽的排出地无点火源,或者被空气稀释至爆炸下限以下。
- b) 应尽量减少试验区域易燃液体的数量以降低火灾危险。
- c) 如果加热室发生泄漏,应立即关闭加热/冷却室,但是空气循环系统和排气系统需保持运行。
- d) 使用适当的塑料容器或具有塑料涂层的玻璃容器,而不是纯粹的玻璃容器,因为它们不易破裂,即使破裂也不易泄漏。
- e) 采取足够的预防措施,防止人员暴露在有毒物质和燃烧产物浓度在有害水平。
- f) 防止接触热表面以减少烧伤的危险。
- g) 如果产生混合物,需确保它们之间不发生反应,且储存时不会发生变化。
- h) 变压器的高压连接,电源线和测试容器中的电极应尽量做好防护,以降低触电的风险。
- i) 确保测试的液体在所有测试条件下都是热稳定的。
- j) 在加热室安装一个溢出托盘以收集溢出的液体。

附 录 C

(资料性附录)

爆炸点估算

注:这些计算只是为了估算试验起始温度,而不应该作为爆炸点结论性的判断。

C.1 总则

对爆炸点估算的先决条件:

- 可信的蒸汽压力曲线(Antoine 方程);
- 可信的活性系数;
- 可信的爆炸极限。

C.2 纯物质

高爆炸点和低爆炸点,单位℃,使用式(C.1)计算。

$$EP = \frac{B}{A - \log_{10}(\varphi_{lim} \cdot P_0 \cdot 0.01)} - C_A \quad \text{..... (C.1)}$$

式中:

- EP —— 爆炸点,单位为摄氏度(℃);
- A、B、C_A —— Antoine 方程常数;
- φ_{lim} —— 爆炸极限(上限或下限),体积浓度;
- P₀ —— 1 kPa。

C.3 混合物的可燃组分

先决条件:每一混合组分的饱和蒸汽压是已知的并且由温度所决定,混合物预估爆炸点按式(C.2)计算。

$$\sum_{i=1}^k r_i \cdot x_i \cdot 10^{\frac{B_i(EP_{mix} - EP_i)}{(EP_{mix} + C_{Ai})(EP_i + C_{Ai})}} = 1 \quad \text{..... (C.2)}$$

式中:

- k —— 混合物的组分个数;
- i —— 混合物中的组分;
- r_i —— 第 i 个组分的活度系数;
- x_i —— 第 i 个组分在液态混合物中的摩尔分数;
- C_{Ai}、B_i —— 第 i 个组分在液态时的 Antoine 方程常数;
- EP_{mix} —— 混合物的预估爆炸点;
- EP_i —— 第 i 个组分的爆炸点,单位为摄氏度(℃)。

注:经验表明,式(C.2)测算值比 UEP 实际值偏低,当使用这个估计值作为 UEP 起始温度时要特别注意。

附录 D
(资料性附录)
火焰分离标准

火焰分离标准见图 D.1 和图 D.2。

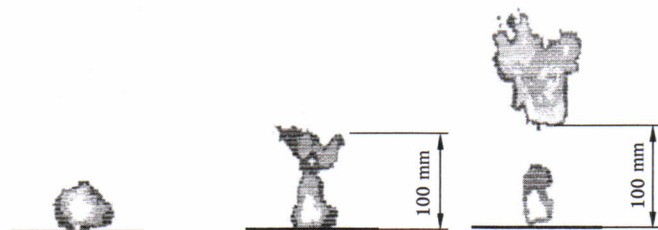


图 D.1 火焰分离



图 D.2 火焰未分离

附 录 E
(资料性附录)
试验报告形式结果实例

测试实验室名称：
LEP[]UEP[]的测定的依据：
样品：
纯度：
来源：
环境压力：
测试容器尺寸：
填充百分比：

	℃
LEP ₀ [] UEP ₀ []	
LEP[] UEP[]	

温度范围：
在规定的温度下,样品没有 LEP[]UEP[]
评论：
日期：实验员：
签名：

中华人民共和国出入境检验检疫

行 业 标 准

易燃液体爆炸点的测定

SN/T 4608—2016

*

中国标准出版社出版

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字

2017年12月第一版 2017年12月第一次印刷

印数 1—500

*

书号: 155066·2-32282 定价 18.00 元



SN/T 4608—2016