

ОЦЕНКА ГОРЮЧЕСТИ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ СИНХРОННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Лузина М.Д., Беззапонная О.В.

Уральский институт ГПС МЧС России, г. Екатеринбург, Россия

masha.luzina00@mail.ru, bezzaponnay@mail.ru

Аннотация. Описан подход для оценки горючести материалов методом синхронного термического анализа. Приведены результаты исследований древесины, линолеума, композитного полимерного состава методом синхронного термического анализа (СТА) на приборе STA 449 F 5 Jupiter «Netzsch» (Германия) в инертной среде азота и окислительной среде воздуха. Установлено, что в качестве критериев для оценки горючести и определения группы горючести исследуемого материала целесообразно использовать такие термоаналитические характеристики как экзотермический эффект процесса термоокислительной деструкции материала, интенсивность тепловыделения и зольный остаток. Разработана методика определения группы горючести веществ и материалов методом синхронного термического анализа. Результаты апробации методики не противоречат результатам методов, применяемым для оценки горючести материалов, но при этом характеризуются высокой точностью (погрешность не превышает 3 %).

Ключевые слова: группа горючести, термический анализ, экзотермический эффект, скорость тепловыделения, зольный остаток.

ASSESSMENT OF THE FLAMMERABILITY OF MATERIALS BY THE METHOD SYNCHRONOUS THERMAL ANALYSIS

Luzina M.D., Bezzaponnaya O.V.

Ural Institute of State Fire Service EMERCOM of Russia, Yekaterinburg, Russia

Annotation. An approach is described for assessing the combustibility of materials by the method of synchronous thermal analysis. The results of studies of wood, linoleum, composite polymer composition by the method of synchronous thermal analysis (STA) on the device STA 449 F 5 Jupiter "Netzsch" (Germany) in an inert nitrogen atmosphere and an oxidizing air environment are presented. It has been established that it is advisable to use such thermoanalytical characteristics as the exothermic effect of the process of thermal-oxidative degradation of the material, the intensity of heat release and the ash residue as criteria for assessing the combustibility and determining the combustibility group of the material under study. A technique has been developed for determining the flammability group of substances and materials by

the method of synchronous thermal analysis. The results of testing the methodology do not contradict the results of the methods used to assess the combustibility of materials, but at the same time they are characterized by high accuracy (the error does not exceed 3%).

Key words: combustibility group, thermal analysis, exothermic effect, heat release rate, ash residue.

Горючие материалы представляют пожарную опасность. Оценка горючести материалов является важной задачей при оценке пожарной опасности материала и динамики развития пожара. В соответствии с ГОСТ 12.1.044-2018 «Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения», вещества и материалы по горючести подразделяются на горючие, трудногорючие и негорючие. Для строительных материалов группа горючести определяется в соответствии с ГОСТ 30244-94. Однако применяемые методы характеризуются высокой погрешностью и низкой воспроизводимостью. В настоящее время всё более востребованными методами для решения диагностических задач экспертных исследований являются современные инструментальные методы, характеризующиеся высокой точностью и воспроизводимостью результатов, в частности, метод синхронного термического анализа (СТА). Термический анализ имеет ряд преимуществ перед другими методами исследований: гибкость постановки эксперимента, одновременное получение нескольких термоаналитических характеристик материала, быстрое снятие информации, возможность автоматизации при обработке данных, малое количество вещества для анализа.

Несмотря на большое количество достоинств метода СТА, метод недостаточно разработан: отсутствуют методики, используя которые эксперты могли бы решать диагностические задачи при производстве пожарно-технической экспертизы. В связи с этим, разработка методики оценки горючести различных веществ и материалов методом СТА является весьма актуальной.

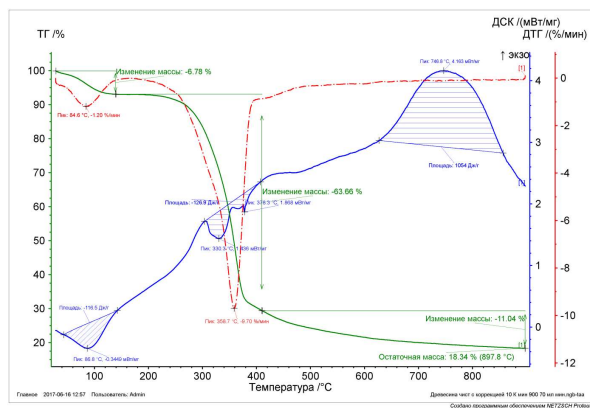
Исследования материалов проводились методом синхронного термического анализа (СТА) на приборе STA 449 F 5 Jupiter «Netzsch» (Германия). В качестве объектов исследования выбраны различные по химической природе материалы: самый распространённый природный полимер, характеризующийся высокой горючестью – древесина (берёза); полимер, часто применяемый в качестве отделочного материала домов и квартир – линолеум, основным компонентом которого является поливинилхлорид (ПВХ); композитный полимерный состав, способный терморасширяться при воздействии высоких температур. Условия проведения испытаний образцов различных материалов приведены в таблице 1.

Таблица 1 Условия проведения испытаний

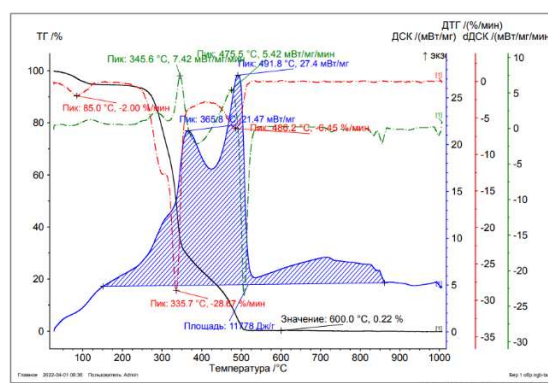
Условия испытаний	Используемый метод (модуль)	
	ТГ	ДСК
Термопара (материал)	S типа (Pt/PtRh)	
Тигель (материал, объем)	Al ₂ O ₃ (85 мкл)	
Атмосфера	воздух или азот (99,9999 %)	
Расход газа, мл/мин	75	
Скорость нагрева, °C/мин	20	
Конечная температура нагрева, °C	900	

Для оценки горючести анализируемых материалов испытания проводились как в инертной среде, так и в среде воздуха. Для учёта экзотермических процессов, протекающих параллельно с процессом термоокислительной деструкции, необходимо проводить исследования в инертной среде. Такими экзотермическими процессами могут быть: процессы кристаллизации и структурирования, полимеризации, адсорбции и другие. Данные процессы протекают как в инертной среде, так и в окислительной среде (атмосфере воздуха). Процесс же термоокислительной деструкции (горения) протекает только в окислительной среде. Отсутствие экзотермического эффекта в окислительной среде свидетельствует о негорючести исследуемого материала.

Термограммы исследуемых материалов в инертной и окислительной средах представлены на рисунках 1-3.

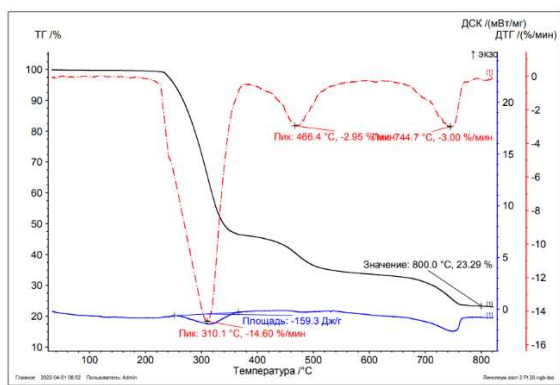


а

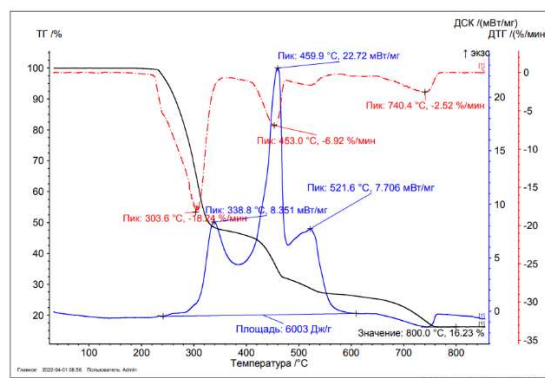


б

Рисунок 1 – Термограмма древесины (берёзы) в инертной (а) и окислительной (б) среде

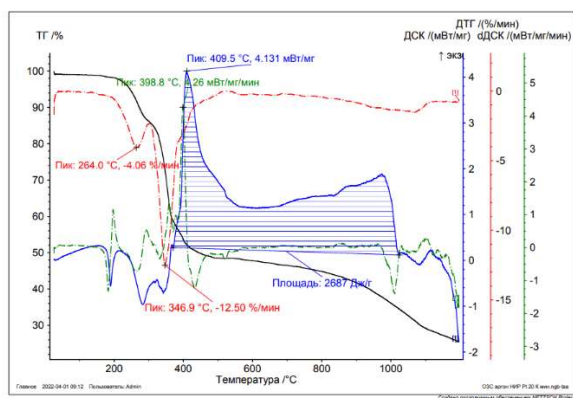


а

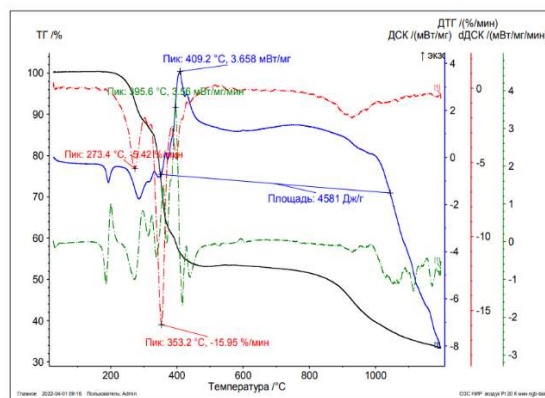


б

Рисунок 2 – Термограмма линолеума в инертной (а) и окислительной (б) среде



а



б

Рисунок 3 – Термограмма композитного полимерного материала в инертной (а) и окислительной (б) среде

Полученные в ходе термического анализа термоаналитические кривые были обработаны и проанализированы с использованием программного обеспечения Proteus Thermal Analysis. Анализ результатов экспериментальных исследований различных материалов методом СТА позволил сделать вывод о целесообразности применения в качестве критериев для оценки горючести материалов такие термоаналитические кривые как тепловой эффект, интенсивность тепловыделения и зольный остаток. Результаты обработки термограмм представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Термоаналитические характеристики горючести исследуемых материалов

№ п/п	Исследуемый материал	Тепловой эффект, Q , Дж/г		Интенсивность тепловыделения $\frac{dQ}{dt}$, мВт/мг/мин		Коксовый остаток КО, %	Зольный остаток ЗО, %
		Инертная среда	Окислит. среда	Инертная среда	Окислит. среда	Инертная среда	Окислит. среда
1	Древесина (берёза)	-	11 778	-	7,42	18,34	0,22
2	Линолеум	-	6 003	-	3,81	23,29	16,23
3	Композитный полимер	2 687	4 581	4,26	0	26,41	36,27

Анализ результатов исследований показал, что наибольшим экзотермическим эффектом и интенсивностью тепловыделения в окислительной среде характеризуется древесина. У линолеума теплота горения практически в два раза ниже. При оценке горючести композитного полимера необходимо учитывать, что параллельно с процессом термоокислительной деструкции материала, протекают экзотермические процессы, связанные с образованием пенококса, то есть структурированием материала.

Для оценки горючести и определения группы горючести исследуемых материалов после проведения испытаний материала необходимо определить количество баллов по каждому из критериев (табл. 3).

Таблица 3 – Критерии оценки горючести различных веществ и материалов

Критерий оценки	Значение	Количество баллов
Экзотермический тепловой эффект, Дж/г	≤ 2000	0
	2000-3000	1
	3000-7000	2
	> 7000	3
Скорость тепловыделения, мВт/мг/мин	$\leq 2,0$	0
	2,0-4,0	1
	4,0-6,0	2
	$> 6,0$	3
Зольный остаток, %	> 80	0
	50-80	1
	20-50	2
	< 20	3

Для определения группы горючести материалов предлагается рассчитать суммарное количество баллов и определить группу горючести исследуемого материала (таблица 4).

Таблица 4 – Определение группы горючести материалов

Суммарное количество баллов	Группа горючести
0-2	Группа негорючих веществ и материалов
3-5	Группа трудно горючих веществ и материалов
>6	Группа горючих веществ и материалов

В соответствии с методикой определены баллы и группа горючести исследуемых материалов. Результаты представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Оценка горючести различных исследуемых материалов

Критерий оценки	Древесина (берёза)	Линолеум	Композитный полимер
Экзотермический тепловой эффект	3	2	0
Скорость тепловыделения	3	1	0
Зольный остаток	3	3	2
Суммарное количество баллов	9	6	2
Группа горючести	Группа горючих веществ и материалов	Группа трудно горючих веществ и материалов	Группа негорючих веществ и материалов

Полученные результаты не противоречат результатам методов, применяемых для оценки горючести материалов, но при этом характеризуются высокой точностью (погрешность не превышает 3 %).

Таким образом, метод СТА целесообразно применять для оценки горючести материалов, и пользуясь этими данными, проводить реконструкцию возникновения и развития пожара, отрабатывать версии о причине возникновения пожара при производстве пожарно-технической экспертизы.