

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Materiały wybuchowe	6091-41
	Oznaczanie stałości metodą różnicowej analizy termicznej	Grupa katalogowa X 79

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest oznaczanie stałości materiałów wybuchowych oraz ich wybuchowych i niewybuchowych składników metodą różnicowej analizy termicznej zwanej RAT.

W dalszej treści normy wyrazy „materiały wybuchowe” zostały zastąpione skrótem MW.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada badania polega na umieszczeniu w środowisku grzejnym próbek z substancją badaną i następnie podnoszeniu temperatury ze ściśle określoną szybkością z równoczesnym rejestrowaniem temperatury środowiska grzejnego i różnic temperatur między środowiskiem grzejnym a badanymi próbkami.

Na zarejestrowanych krzywych różnic temperatur między środowiskiem grzejnym a badanymi próbkami ujawniają się w postaci tzw. pików rozkładu wszystkie przemiany termiczne zachodzące w ogrzewanych próbkach badanej substancji.

Miarą stałości termicznej próbki badanej substancji jest temperatura w kelwinach (K), w której rozpoczyna się rozkład egzotermiczny badanej próbki. Temperaturę tę odczytuje się z wykresu jako temperaturę środowiska grzejnego, w której rozpoczyna się rozkład badanej próbki z szybkością charakteryzującą się przyrostami temperatury 3 K/min. Wtedy krzywa różnic temperatur bezpośrednio przed pikiem rozkładu odchyła się od przebiegu początkowego o 3 K (3°C).

2.2. Przyrządy i materiały

a) Aparatura, której zasadniczy schemat podano na rys. 1, obejmuje:

1 — zestaw grzejny do ogrzewania próbek z badanymi próbkami, składający się z trzech niezależnych pieców elektrycznych we wspólnej obudowie, z których każdy ma u góry pięć równoległych otworów o średnicy 12 mm i długości 70 mm do próbek z badanymi próbkami i umieszczonymi w nich termoparami; w górnej części każdego pieca znajduje się 15 otworów o średnicy 5 mm do chłodzenia pieca wentylatorem;

2 — termoparę typu Fe — Konstantan, umieszczoną w piecu na wysokości dna próbek; służącą i rejestrującą temperaturę pieca w postaci prostej A zarejestrowanej na wykresie;

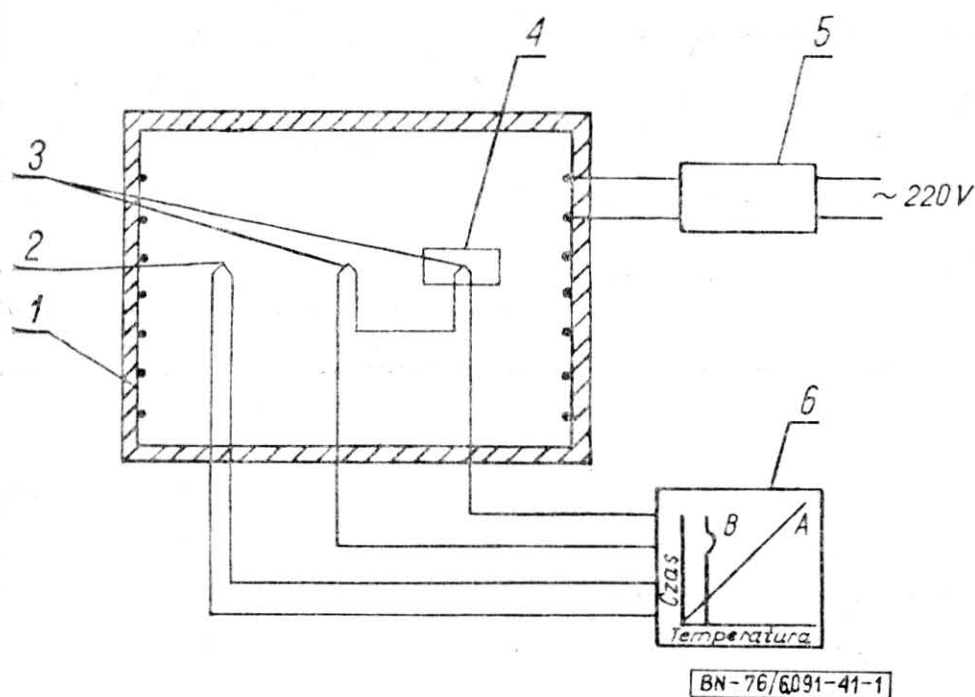
3 — układ termopar typu Fe — Konstantan, w osłonkach szklanych rejestrujących różnice temperatur między badanymi próbkami a piecem w postaci krzywej B na rejestrowanym wykresie;

4 — zestaw badanych próbek MW;

5 — zestaw sterujący z układem grzejnym złożony z programowego regulatora (programatora) temperatury umożliwiającego liniowy przyrost temperatury z szybkością 3 stopnie na minutę w zakresie 273 ÷ 573 K (0 ÷ 300°C) oraz układów i podzespołów pomocniczych zapewniających współpracę programatora z zestawem grzejnym;

6 — zestaw rejestrujący w postaci 6-punktowego rejestratora o czułości 2 mV (np. typu MKV) przygotowany do pomiaru przez zastosowanie odpowiednich dzielników napięcia, służący do rejestrowania z określoną prędkością temperatury pieca oraz różnic temperatur między temperaturą pieca a temperaturami poszczególnych badanych próbek.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw i Farb
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw i Farb
dnia 8 listopada 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą
od dnia 1 października 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 3/1977 poz. 8)



Rys. 1

b) Probówki ze szkła termisil o wymiarach $100 \times 10 \times 1$ mm z zaznaczoną pojemnością $0,5 \text{ cm}^3$.

c) Lejek laboratoryjny szybkosący o długości nóżki $45 \div 50$ mm i średnicy zewnętrznej nóżki $7 \div 8$ mm.

d) Ziemia krzemionkowa surowa wg BN-65/6011-03 lub tlenek glinu wg PN-74/H-11500.

e) Osłonki szklane do termopar ze szkła termisil długości 115 mm, średnicy zewnętrznej 6 mm, średnicy wewnętrznej 4 mm, przy dnie średnica zewnętrzna powinna wynosić 4 mm na długości 10 mm.

2.3. Pobieranie próbek — wg norm przedmiotowych dla badanej substancji.

2.4. Przygotowanie próbek do badań

2.4.1. Substancje ciekłe. Do probówki z zaznaczoną pojemnością $0,5 \text{ cm}^3$ należy wlać przez lejek do kreski badaną substancję, unikając przy tym zwilżenia ścianek probówki powyżej kreski. Następnie do probówki z odmierzoną próbką wsypać przez suchy lejek $0,5$ g ziemi krzemionkowej lub tlenku glinu.

2.4.2. Substancje sypkie. Z pobranej próbki wg 2.3 należy odważyć $1,0 \pm 0,01$ g badanej substancji sypkiej i wsypać ją przez lejek do probówki, unikając zabrudzenia ścianek probówki.

2.4.3. Substancje plastyczne. Z pobranego naboju MW wg 2.3 po odwinieciu osłonki naboju odciąć od końca łopatką z materiału nieiskrzącego 1-centymetrową warstwę i odrzucić. Po czym odważyć $1,0 \pm 0,01$ g próbkę i umieścić ją za pomocą suchego pręcika szklanego w probówce, unikając przy tym rozmazania MW po ściance probówki.

2.5. Warunki oznaczania. Oznaczanie stałości metodą RAT należy przeprowadzać w oddzielnym pomieszczeniu, specjalnie do tego przeznaczonym.

Układ grzejny wraz z badanymi próbkami należy umieścić pod wyciągiem laboratoryjnym,

a układ sterujący i rejestrujący zabezpieczyć przed wpływem drgań, wibracji i wstrząsów.

Do badania należy używać dokładnie oczyszczonych i osuszonych probówek i termopar oraz badana substancja nie może znajdować się na bocznych ściankach probówki.

Podczas jednej operacji można badać pięć próbek substancji tego samego rodzaju, nawet pochodzących z różnych partii lub dostaw.

2.6. Wykonanie oznaczania. Do wnętrza próbki w probówce należy włożyć tak termoparę, aby jej koniec dotykał dna probówki. Probówkę z próbką i termoparą należy włożyć do otworu pieca przejnego nr 1. W ten sam sposób przygotować dalsze cztery probówki z kolejno badanymi próbkami.

Nastawić w programatorze mechanizm krzywkowy w pozycji odpowiadającej temperaturze, do jakiej zamierza się ogrzewać badane próbki.

Nacisnąć przycisk „sieć” w celu uruchomienia urządzenia. Prawidłowe włączenie powoduje uruchomienie mechanizmu przesuwu taśmy rejestratora oraz rejestrację wskazań poszczególnych termopar za pomocą pisaków i sygnalizowane jest zaświeceniem się lampki „z”.

Włączyć klawiszem 1 w układzie sterującym ogrzewanie pieca nr 1. Prawidłowe sygnalizowanie polega na zapaleniu się lampki czerwonej na piecu nr 1, białej na piecu nr 2 i zielonej na piecu nr 3 oraz równoczesnym zapaleniu się takich samych lampek na rejestratorze 6 w rzędach odpowiadających poszczególnym piecom.

Lampki czerwone sygnalizują ogrzewanie pieca, zielone jego chłodzenie, a białe gotowość pieca do następnej operacji.

Następnie uruchomić mechanizm krzywkowy przez podniesienie i opuszczenie dźwigni „D” oraz przekręcenie gałki „W”, zgodnie z ruchem wskazówek zegara, do napisu „Program”. Badanie trwa do momentu osiągnięcia przez badane próbki temperatury ustawionej na krzywce, tzn. do zetknięcia się krzywki ogranicznikiem mechanizmu krzywkowego.

Zjawisko rozkładu badanych próbek rejestrowane jest wyraźnym odchyleniem krzywych różnic temperatur od chwili ich początkowego przebiegu w postaci tzw. piku rozkładu, charakterystycznego dla poszczególnych substancji.

Po zasygnalizowaniu końca programu należy wyłączyć:

— mechanizm krzywkowy poprzez przesunięcie bolca „B” w lewo w kierunku napisu „Wyłączono”,

— ogrzewanie pieca nr 1 przez wciśnięcie klawisza 2, czemu towarzyszy ustawienie się wszystkich klawiszy w jednakowym położeniu,

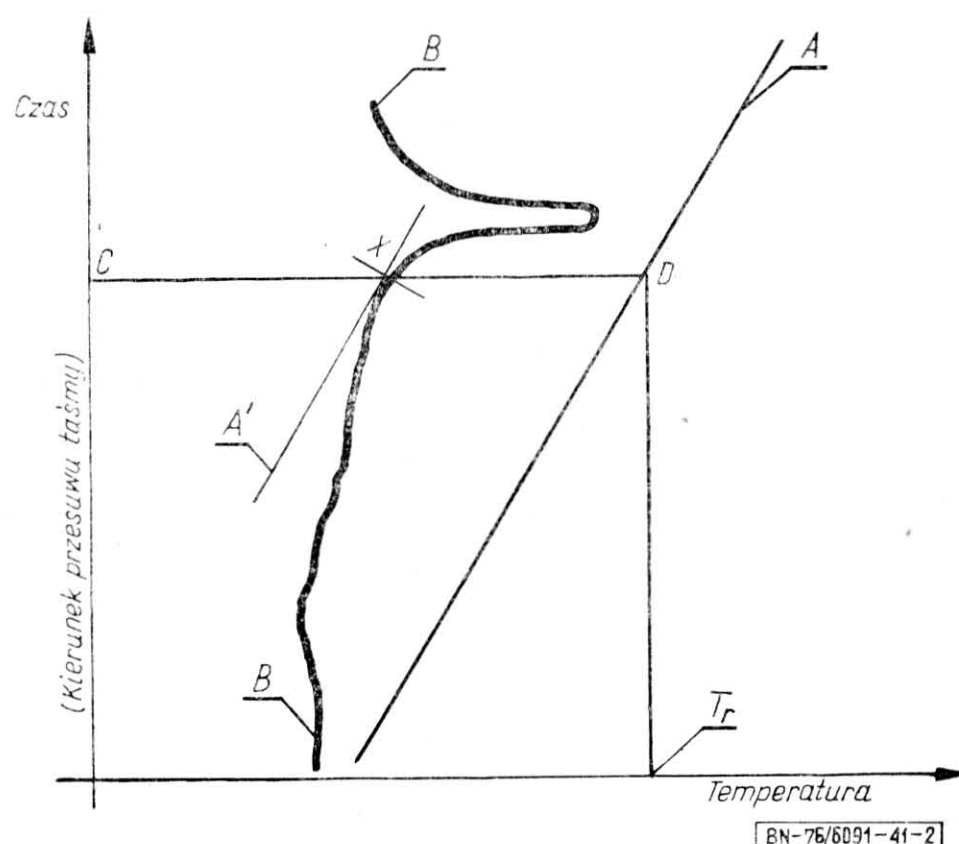
— urządzenie spod napięcia przez naciśnięcie przycisku „sieć” na rejestratorze, czemu towarzyszy zgaśnięcie lampki „z” oraz unieruchomienie pracy mechanizmu przesuwu taśmy i pisaków.

W przypadku zaobserwowania rozłożenia się wszystkich badanych próbek przed ukończeniem programu, urządzenie należy wyłączyć w wyżej podany sposób.

2.7. Wynik badania. Za wynik badania dopuszczeniowego dla danej próbki należy przyjąć temperaturę pieca, przy której rozpoczął się egzotermiczny rozkład badanej próbki, zaś przyrost temperatury wynosi 3 stopnie na minutę bezpośrednio przed pikiem całkowitego rozkładu. Temperaturę tę określa się z wykresu zapisanego na taśmie rejestratora. Przykład wykresu przedstawiono na rys. 2.

Za wynik badania kontrolnego przyjmuje się temperaturę ustaloną w normie przedmiotowej na dany wyrób, przed której osiągnięciem nie wystąpił pik całkowitego rozkładu z szybkością 3 stopnie na minutę.

Szukaną temperaturą początku rozkładu T_r danej próbki jest temperatura w punkcie X mierzona odcinkiem CD , odczytana na skali temperatur.



Rys. 2

A — prosta temperatury pieca, B — krzywa różnic temperatur w badanej próbce i piecu dla każdej próbki wykreślona odrębnym kolorem, CD — prosta pomocnicza do wyznaczania temperatury rozkładu egzotermicznego badanej próbki, przechodząca przez punkt X przyrostu temperatury o 3 stopnie na minutę, równoległa do osi temperatury.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Tworzyw Sztucznych ERG w Tychach — Bieruniu Starym.

2. Normy związane

PN-74/H-11500 Tlenek glinu

BN-65/6011-03 Ziemia krzemionkowa surowa

3. Autorzy projektu normy — mgr inż. Elżbieta Olczek, inż. Hilary Kuś, inż. Stanisław Chudek, Zenona Zaprzalka — Zakłady Tworzyw Sztucznych ERG w Tychach — Bieruniu Starym.

4. Cechowanie przyrządu. Temperaturę pieca rejestrowaną w postaci wykresu na taśmie rejestracyjnej wzorcować przez zastosowanie zamiast badanej substancji — w oddzielnych próbkach substancji o znanych temperaturach wrzenia lub topnienia, pamiętając, że wrzenie i topnienie są procesami endotermicznymi. Takimi substancjami są np. naftalen o temperaturze wrzenia 491 K (218°C), woda destylowana o temperaturze wrzenia 373 K (100°C). W tym celu można zastosować również substancje o znanych temperaturach krystalograficznych.