



干粉灭火剂中磷酸二氢铵含量检测的影响因素

陈现景¹, 马娟¹, 王忠², 邓小波¹, 赵美玲¹

(1. 山东省产品质量监督检验研究院, 山东 济南 250100; 2. 山东省公安消防总队, 山东 济南 250014)

摘要:为了更准确地检测干粉灭火剂中磷酸二氢铵组分含量,根据工作经验,对磷酸二氢铵检验结果的影响因素及控制措施进行探讨,重点讨论不同试验条件及操作方法对磷酸二氢铵检验结果的影响。结果表明,丙酮加入量为 2 mL,溶解试样水温在 70 ℃左右,微沸时加入沉淀剂,喹钼柠酮用量达到 40 mL 时,检测结果既能保证磷酸二氢铵组分检测数据的准确性,又符合国家标准的要求。

关键词:干粉灭火剂;磷酸二氢铵;检测

中图分类号:TQ569 文献标志码:A

文章编号:1008-5548(2013)04-0059-03

Influencing Factors on Ammonium Dihydrogen Phosphate Test Results of Dry Fire Extinguishing Powders

CHEN Xianjing¹, MA Juan¹, WANG Zhong²,
DENG Xiaobo¹, ZHAO Meiling¹

(1. Shandong Supervision and Inspection Institute for Product Quality, Jinan 250100; 2. Shandong Provincial Public Security Fire Department, Jinan 250014, China)

Abstract: In order to ensure more accurate detection of ammonium phosphate in dry fire extinguishing powders, through a large number of experiments, the influencing factors on the content test results of ammonium dehydrogenate phosphate in fire extinguishing powders and control measures were discussed. The effects of different experimental conditions and operation method on the test results were focused on. The results show that adding amount of acetone as 2 mL, the sample is dissolved in water at 70 ℃, adding precipitant at boiling state, $C_6H_8O_{24}P_6$ concentration reaches 40 mL, the test results not only can guarantee the accuracy of data, but also satisfy the standard requirements.

Key words: fire extinguishing powders; ammonium dihydrogen phosphate; test

干粉灭火剂是一种干燥的易于流动的细微固体粉末,一般借助于灭火器或灭火系统中的气体压力将其从容器中以粉雾的形式喷出扑灭火灾^[1]。根据灭火组分的不同,灭火剂主要可以分为以下 3 类^[2]:1)ABC

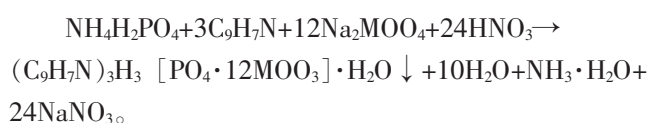
类,如磷酸铵盐干粉灭火剂;2)BC 类,如碳酸氢钠干粉灭火剂、碳酸氢钾干粉灭火剂、氯化钾干粉灭火剂、硫酸钾干粉灭火剂;3)D 类,如氯化钠干粉灭火剂、碳酸氢钠干粉灭火剂和石墨干粉灭火剂。

ABC 干粉灭火剂主要由活性灭火组分、疏水成分、惰性填料组成。疏水成分主要是硅油和疏水白炭黑;惰性填料主要起防振实、结块,改善干粉流动性,催化干粉硅油聚合以及改善与泡沫灭火剂的共容等作用^[3]。窒息、冷却及对有焰燃烧的化学抑制作用是干粉灭火效能的集中体现,其中化学抑制作用是灭火的基本原理^[4]。磷酸二氢铵在燃烧过程中发生吸热反应,有较好的冷却作用;分解产生的游离氨能与火焰燃烧反应中产生的 OH 自由基反应,减少并终止燃烧反应产生的自由基,降低了燃烧反应速率^[5]。另外,高温下燃烧分解反应,在固体物质表面生成一层覆盖物,冷却后形成脆性覆盖物,能够隔绝燃烧表面与空气接触,当覆盖物达到一定厚度时就能阻止复燃,从而达到阻止燃烧的作用。

磷酸铵盐组分含量对干粉灭火剂的灭火效果有很大影响,所以磷酸二氢铵含量检测的准确性是企业产品质量及社会安全的保证。本文中对 ABC 干粉灭火剂中检验结果的影响因素及控制措施进行探讨,以便能更准确地检测干粉灭火剂中磷酸二氢铵组分含量。

1 方法原理

磷酸二氢铵溶液中的正磷酸根离子在酸性介质中和喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,经过滤、洗涤、干燥后,称量所得沉淀的质量,经过计算即可得到试样中磷酸二氢铵含量 w_1 (质量分数,以下同)。反应式为



$$w_1 = \frac{m_1 \times 1.0396}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

式中: m_0 为试验时所取试样质量, g; m_1 为磷钼酸喹

收稿日期:2013-01-31,修回日期:2013-06-04。

第一作者简介:陈现景(1982—),女,硕士,工程师,从事材料化学安全检测工作。电话:13589092380, E-mail: cw55@163.com。

啉沉淀质量, g。

国家标准 GB 4066.2—2004《干粉灭火剂:第 2 部分:ABC 干粉灭火剂》中要求 ABC 干粉灭火剂中主要组分含量为厂方公布值 $\pm 3\%$,本文中用到的 ABC 干粉灭火剂主要组分磷酸二氢铵的质量分数厂方公布值为 50%。文中将分别讨论检测过程中不同影响因素对试验结果的影响。

2 影响磷酸二氢铵检测结果的因素

2.1 丙酮加入量及研磨过程的影响

GB 4066.2—2004 附录 A.4.1a 待测溶液的制备中规定,在试样中加入丙酮 2 mL,并不断搅拌,其作用是破坏灭火剂中的硅油膜,使磷酸二氢铵全部溶于水。为了研究丙酮加入量对磷酸二氢铵含量检测的影响,在其他试验条件一定的情况下,对同一个灭火剂试样分别加入不同体积的丙酮(0、0.5、1.0、2.0 mL),同时充分搅拌、研磨,检测到的磷酸二氢铵质量分数分别为 30.23%、47.80%、48.44%、51.03%(如图 1)。可以看出,丙酮加入量及是否充分研磨破坏硅油膜对灭火剂中磷酸二氢铵含量的检测有较大的影响。如果加入丙酮的量不足或搅拌不均匀,不能达到破坏硅油膜的作用,致使磷酸二氢铵被硅油包裹,不能使灭火剂中的磷酸二氢铵全部溶解于水,从而导致黄色的磷酸铝喹啉沉淀偏少,检验结果偏小,所以在检测过程中一定要加入足够的丙酮,并且尽量充分研磨,达到有效破坏硅膜的作用。在试验中可以采用大头的玻璃棒研磨的效果更佳。

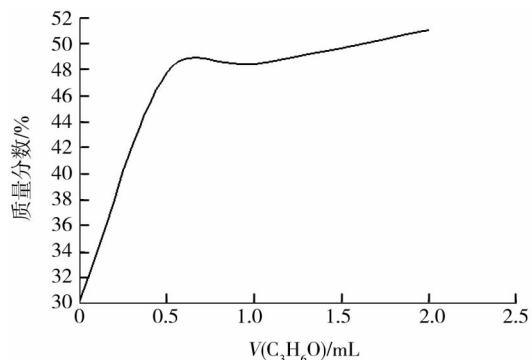


图 1 丙酮加入量对磷酸二氢铵检测结果的影响

Fig. 1 Influence of acetone content on ammonium dihydrogen phosphate test results

2.2 溶解试样水温的影响

GB 4066.2—2004 附录 A.4.1b 中规定,研磨试样待丙酮挥发后,加入少量热三级水(60~70 °C)溶解过滤。为了节省试验时间,确定最佳溶解试样水温,在其他试验条件一定的情况下,研究了溶解试样水温对磷酸二氢铵检验结果的影响,结果如图 2 所示。

可以看出,溶解试样水温对检测结果有比较明显

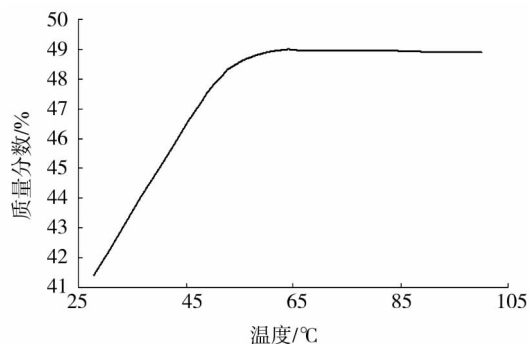


图 2 溶解试样水温对磷酸二氢铵检测结果的影响

Fig. 2 Influence of water temperature of sample dissolving on ammonium dihydrogen phosphate test results

的影响,在其他实验条件保持不变的情况下,溶解试样水温在室温(28 °C)的情况下,检测出的磷酸二氢铵质量分数仅为 41.44%,而随着水温的升高,检测到的磷酸二氢铵含量逐渐升高,在 50 °C 时为 47.80%,60 °C 时达到了 48.90%,70 °C 时为 48.96%,沸水溶解检测到的磷酸二氢铵含量为 48.90%。可见,溶解试样水温过低不能充分溶解试样,随着溶解试样水温的升高,试样充分溶解,当水温达到 60 °C 时对检测结果的影响趋于平缓,所以在试验过程中,要控制好溶解试样水温。为了节省试验时间,在不影响试验结果的情况下,溶解试样水温达到 60 °C 左右即可,并非温度越高溶解试样越好。

2.3 加入沉淀剂温度的影响

GB 4066.2—2004 附录 A.4.2 中规定,待测溶液预热近沸,加入喹啉酮试剂,盖上表面皿,在封闭电炉上微沸 1 min 或置于沸水浴中至沉淀分层。为了研究最佳沉淀温度,加入沉淀剂时选择了以下不同的水温下加入:1)室温(27 °C)加入,静置至沉淀分层;2)加热到 50 °C 后立即加入沉淀剂并停止加热,静置至沉淀分层;3)加热到 80 °C 后立即加入沉淀剂并停止加热,静置至沉淀分层;4)加热到 100 °C 后立即加入沉淀剂并停止加热,静置沸水浴中至沉淀分层;5)微沸(约 95 °C)时加入沉淀剂,保持微沸状态 1 min 后取下,静置至沉淀分层;6)微沸(约 95 °C)时加入沉淀剂,置于沸水浴中至沉淀分层。测试结果如图 3 所示。

可以看出,加入沉淀剂的温度对试验结果影响比较明显。随着温度升高,沉淀质量逐渐增大,如在室温时检测的磷酸二氢铵质量分数为 51.21%,50 °C 时为 52.18%,80 °C 时为 53.18%,100 °C 时为 53.38%,按国家标准要求置于沸水浴中测出磷酸二氢铵质量分数为 52.59%,可见室温下与国家标准要求置于沸水浴中得到的沉淀质量分数报出值相差 1.38%,对测试结果有较大影响。在试验过程中发现,在水温低时加入沉淀剂,沉淀很缓慢地出现,且沉淀物发白,呈现絮状结块。沉淀温度越高,生成的沉淀颗粒越大,疏松且不

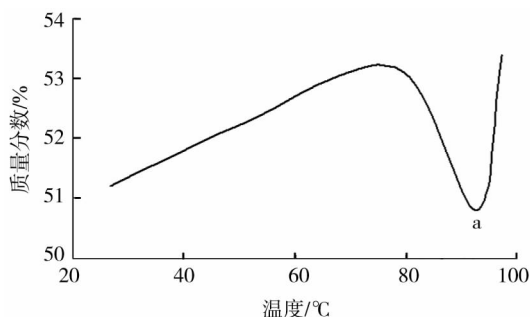


图3 加入沉淀剂温度对磷酸二氢铵检测结果的影响

Fig. 3 Influence of temperature of adding precipitation agent on ammonium dihydrogen phosphate test results

粘附杯壁,易于过滤洗涤,并且沉淀颜色呈亮黄色,沉淀分层良好。如果微沸下加入沉淀剂,控制不好容易导致沉淀溅出,使检测结果偏小,如图中点a。当待测溶液预热近沸,加入喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在封闭电炉上微沸1 min,检测到的磷酸二氢铵质量分数仅为50.80%,因此一定要注意避免沉淀溅出。综上所述,生成沉淀温度最佳选择为微沸时加入沉淀剂,置于沸水浴中至沉淀分层。

2.4 喹钼柠酮试剂用量的影响

GB 4066.2—2004 附录 A.4.2 中规定,加入喹钼柠酮试剂的量为40~45 mL。为了考察喹钼柠酮试剂用量对磷酸二氢铵检测结果的影响,分别在其他试验条件一定的情况下,加入20、30、40、45 mL的喹钼柠酮,检测到的磷酸二氢铵质量分数分别为44.11%、47.52%、51.00%、50.94%。从检测结果可以看出,喹钼柠酮试剂的用量既要足够,又要适当。沉淀时可根据试样中的磷酸二氢铵公称含量适当加入喹钼柠酮试剂,其用量切不可少,以免沉淀不完全,但也不宜太多。喹钼柠酮用量过多,在过滤、洗涤时,滤液容易出现白色沉淀,虽然不影响结果,但也是浪费。

2.5 硝酸加入量的影响

由于干粉灭火剂中磷酸二氢铵检验的方法原理可知,磷钼酸喹啉沉淀的生成必须在一定的酸度下进行。酸度过小,沉淀不完全;酸度过大,沉淀的物理性能欠佳。在其他试验条件一定的情况下,分别测定了待测溶液加入不同体积硝酸后溶液的pH值,考察在待测溶液中加入硝酸的量对磷酸二氢铵检验结果的影响。分别加入5、10、20、30 mL硝酸时,pH值均为1,检测磷酸二氢铵质量分数为50.67%~50.77%之间;不加硝酸时,pH值为6,磷酸二氢铵质量分数为50.59%,结果见如图4。可以看出,在待测溶液中加入硝酸的量对试验结果影响不大,这可能是因为在喹钼柠酮试剂中含有大量硝酸,体积分数占到

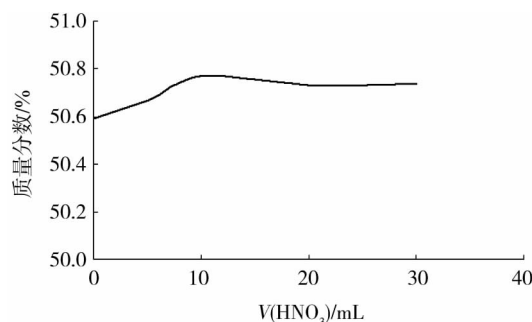


图4 硝酸加入量对磷酸二氢铵检测含量的影响

Fig. 4 Influence of HNO₃ amount on ammonium dihydrogen phosphate test results

12%,所以在加入沉淀剂后溶液呈强酸性,促进了沉淀的形成。

2.6 其他影响因素

由于干粉灭火剂粒子在制备中残存微量水分,以及粒子与大气接触吸潮,都会导致粒子之间由于表面溶解和重结晶而形成无数“盐桥”,从而使微粒之间发生连接作用,并逐步结块丧失流动性,同时溶解的干粉对贮存容器具有很强的电化学腐蚀作用^[6],导致干粉中有铁屑等杂质,影响磷酸二氢铵含量的检测。另外,在检验过程中,一定要注意对容器的清洗,防止出现如移液管挂壁现象等。

3 小结

影响干粉灭火剂中磷酸二氢铵检测结果的因素很多,如丙酮的加入量、溶解试样水温、加入沉淀剂的温度等,每一步都会对结果产生较大的影响,使检测结果偏离实际值,因此在试验过程中,检测人员要严格按国家标准进行,并能正确理解加入的各种试剂在检测过程中的原理和作用,正确掌握用量,这样作为质检部门,能够为客户提供具有公正、科学、准确的检测结果;对于生产企业,能够在出厂检验及成品、半成品生产批量检验过程中有效地控制产品的质量。

参考文献(References):

- [1] 陈文贵. 中国消防全书[M]. 长春: 吉林人民出版社, 1994: 927-932.
- [2] 费书梅. 超细磷酸铵盐抗结块性研究[D]. 南京: 南京理工大学, 2006.
- [3] 周文英, 邵宝州, 李文泉, 等. 干粉灭火剂浅论[J]. 消防技术与产品信息, 2002(7): 69-71.
- [4] 周文英, 杜泽强, 介燕妮, 等. 超细干粉灭火剂[J]. 中国粉体技术, 2005, 11(1): 42-44.
- [5] 张巍, 肖春红, 景晓燕, 等. 超微磷酸盐干粉灭火剂的制备[J]. 消防科学与技术, 2001(4): 39-40.
- [6] 舒中俊. 干粉灭火剂发展的挑战与机遇 [C]// 中国消防协会. 中国消防协会年会, 1999: 307-310.