

# ENGINEERING AND TECHNOLOGY

---

**Belozerov V.V., Golubov A.I., Kalchenko I.E.**

## ABOUT UNIFICATION OF DIAGNOSTICS AND TESTS OF SOLID AND LIQUID MATERIALS AND FIREPROOF COVERINGS

**Belozerov V. V., Russia, Rostov, don state technical university, associate professor, doctor of technical sciences**

**Golubov A. I., Russia, Moscow, Academies of the public fire service of Emercom of Russia**

**Kalchenko I. E., Russia, Moscow, Academies of the public fire service of Emercom of Russia**

### **Abstract**

The solution of the problem of expansion on liquid and viscous environments of a thermoelectro-acoustic method which is based on synchronous application of four physical (and four computing) of methods - of the thermal analysis, an electrometry, a method of acoustic emission and IR Fourier spectrometry realized in the first domestic derivatograf "OCTAEDR", by his addition with the modified thermo-electro-dilatometer on the thermoacoustic waveguide, for researches and tests of liquid and viscous materials, including fireproof coverings is offered.

**Keywords:** thermal analysis, elektrometriya, acoustic emission, FIR spectrometry, thermoelectrodilatometer, diagnostics of solid and liquid materials.

### **Введение.**

Актуальность сокращения социально-экономических потерь в обществе от пожаров не вызывает сомнений, т.к. и мировая, и отечественная статистика подтверждают их

## 7th International Scientific and Practical Conference «Science and Society» 2015

неумолимый рост, фиксируя тем самым тот факт, что существующие методы оценки пожарной опасности и средства противопожарной защиты не могут остановить увеличение социально-экономических потерь от пожаров. Обусловлено это, по нашему мнению, тем, что существующие международные и национальные стандарты, а также методические и нормативные материалы, устанавливающие качественные методы и средства определения надежности, долговечности, устойчивости, старения и горючести жидких и твердых веществ и материалов (ЖТВМ), не позволяющие количественно оценивать опасность изделий из них и технологических процессов с их применением, а также оборудования, транспортно-энергетических средств и систем, объектов, зданий и сооружений, что требует разработки и применения новых методов и средств диагностики и контроля [1, 2].

В то же время и в производстве, и в быту не во всех случаях удается использовать пожаровзрывобезопасные материалы и изделия. Поэтому последнее время получил широкое распространение метод обработки материалов и изделий из них специальными покрытиями, обеспечивающими не только защиту от эксплуатационных воздействий (влаги, колебаний давления и температур и т.д.), но и от огня, т.е. от воздействия опасных факторов пожара (ОФП). Однако существующие методы и средств испытаний огнезащитных покрытий (ОЗП) не унифицированы (НПБ 236-97 ОЗП для стальных конструкций; НПБ 251-98 ОЗП для древесины; НПБ 238-97 ОЗП для кабелей и т.д.), а также не дают необходимых характеристик, для объективной оценки изменений пожарной опасности защищаемых материалов и изделий [2, 3].

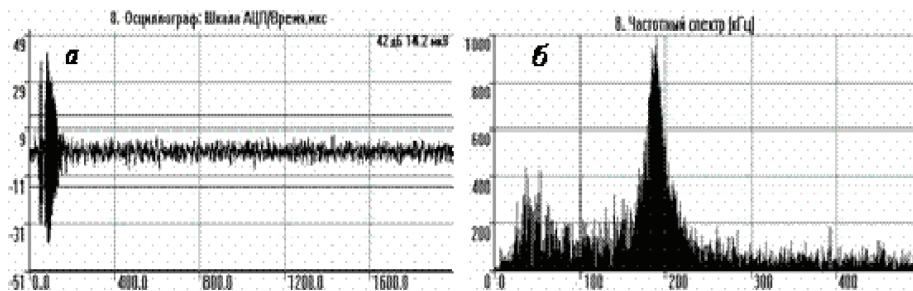
Настоящий подход, и в этом его научная новизна, направлен на решение этой проблемы расширением термоэлектроакустического (ТЭА) метода, который базируется на синхронном комплексировании четырёх физических (и четырёх вычислительных) методов термического анализа (ТА), электрометрии, метода акустической эмиссии (АЭ) и ИК Фурье-спектрометрии (ИКФС), реализованных в первом отечественном дериватографе «ОКТАЭДР», путем его дополнения модифицированным термоэлектродилатометром на термоакустическом шток-волноводе (ТЭД ТАШВ), для исследований и испытаний жидких и вязких материалов, в т.ч. ОЗП [1 - 4].

Методология исследований.

Возможность распространения указанного выше утверждения на жидкие материалы подтвердили исследования

**7th International Scientific and Practical Conference  
«Science and Society» 2015**

по гранту РФФИ 09-08-00283-а, где АЭ-метод показал блестящие результаты в исследовании реакций в жидких средах. На рис. 1 и 2 приведены параметры сигналов АЭ, отражающих кинетику процесса растворения кристаллов  $\text{NiSO}_4$  а также возникновения АЭ (рис. 3) в процессе роста кристаллов [6].



Риснок 1. Форма (а) и частотный спектр (б) импульса АЭ при растворения  $\text{NiSO}_4$

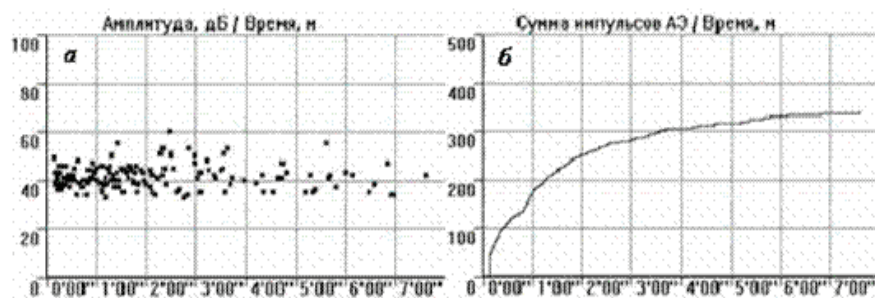


Рисунок 2. Амплитуда (а) и кинетика накопления импульсов АЭ при растворении  $\text{NiSO}_4$

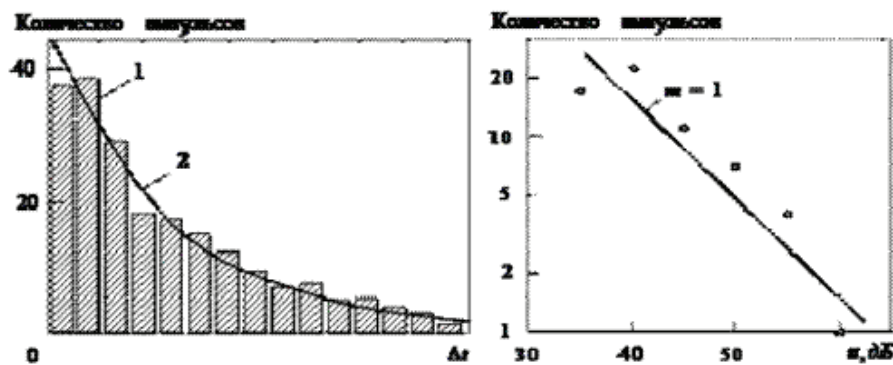


Рисунок 3. Гистограмма АЭ кристаллизации льда (а) и амплитудное распределение АЭ (б)

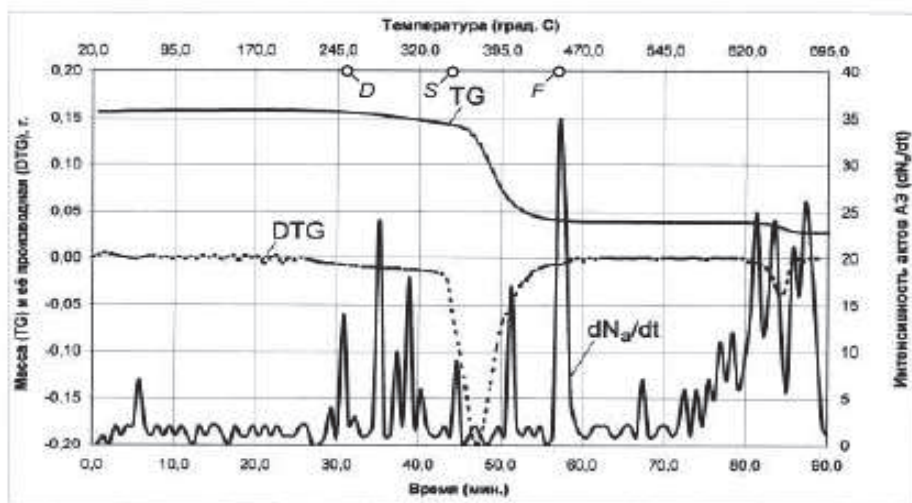


Рисунок 4. Коррелированные сигналы АЭ, ТГ и ДТГ

Проведенный нами эксперимент с ОЗП показал (рис.4), что уже синхронизация ТГ и ДТГ с АЭ, регистрируя «вспучивание» ОЗП задолго до убыли его массы, позволяет, во-первых, диагностировать «старение ОЗП», во-вторых, получить не только время огнестойкости защищенного материала, а и изменение механической прочности и теплоты сгорания материала с ОЗП, т.е. утверждать о том, что предлагаемый ТЭА-метод может «заменить» все существующие в указанных НПБ.

Для реализации изложенного выше подхода, т.е. распространения метода баро-электро-термо-акустометрии (БЭТА) на испытания жидких и вязких материалов, включая огнезащитные покрытия (ОЗП), необходимо:

- создать в БЭТА-анализаторе модификацию ТЭД ТАШВ для испытаний жидких и вязких материалов, в т.ч. с ОЗП на твердых материалах;
- провести экспериментальные исследования образцов жидких и вязких сред (ЖВС), в т.ч. материалов с ОЗП;
- обобщить результаты и сформировать в соответствии с ГОСТ 12.1.044 единую методологию испытаний жидких, вязких и твердых материалов (ЖВТМ), в т.ч. с ОЗП;
- разработать новую редакцию ГОСТ 12.1.044 с использованием методологии термоакустоэлектрометрии и одного БЭТА-анализатора вместо 23-х испытательных установок.

В связи с тем, что все ранее сформированные требования к ОКТАЭДРу остаются в силе, очевидно, что

## 7th International Scientific and Practical Conference «Science and Society» 2015

конструктивная реализация ТЭД ТАШВ должна представлять собой «поплавковую» модификацию (рис. 5).

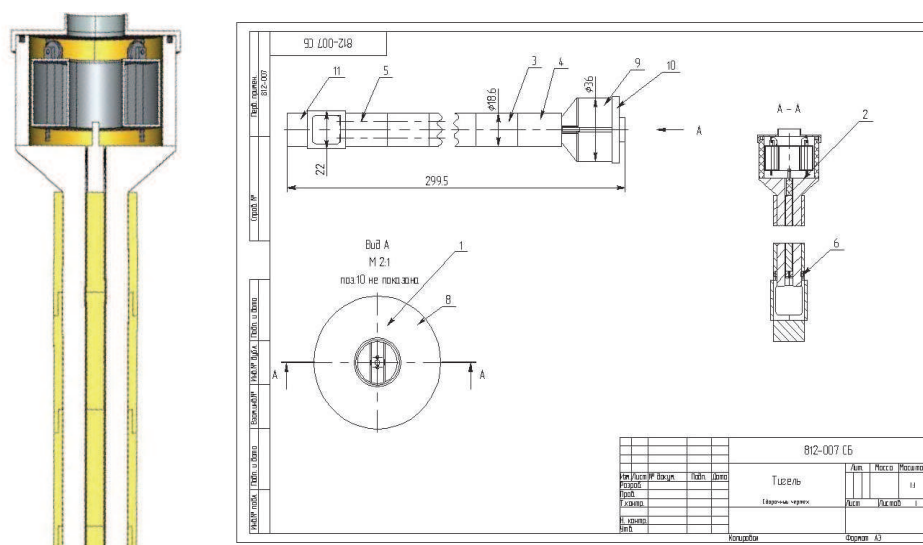


Рисунок 5. Модификация ТЭД ТАШВ для ЖВС

Основным ограничением при этом служит предел (200 г.) измерения веса системы «ТЭД-образец-ТАШВ» с двумя датчиками акустической эмиссии (АЭ), устанавливаемой на двух волноводах, в которые встроены термодинамические акустоэмиссионные эталоны (ТДАЭ), и, следовательно, вес и объемы ТЭД и «поплавка» в нём с ТАШВ и датчиками не должны превышать в сумме 150 г.

В связи с тем, что «поплавок» будет погружаться в ЖВС в соответствии с законом Архимеда, то необходимо рассчитать предельные объемы навески ЖВС и конструкцию «поплавка» так, чтобы при его погружении вытесняемая ЖВС не «доставала» до его поверхности в установленных диапазонах давлений и температур.

Как следует из закона Архимеда [7], на поплавок, погружаемый в ЖВС будут действовать две силы: вес поплавок  $F_{\Pi} = \rho_{\Pi} \cdot g \cdot V_{\Pi}$  и выталкивающая сила  $F_{ЖВС} = - \rho_{ЖВС} \cdot g \cdot V_{ЖВС}$  и, следовательно, глубина погружения поплавок под уровень ЖВС зависит от соотношения их плотностей:

$$\frac{V_{ЖВС}}{V_{\Pi}} = \frac{\rho_{\Pi}}{\rho_{ЖВС}} \quad (1)$$

Однако, если «плотность поплавок» в установленных диапазонах давлений и температур можно считать величиной постоянной, то плотность ЖВС будет изменяться, в связи с чем,

**7th International Scientific and Practical Conference  
«Science and Society» 2015**

глубина погружения, а, следовательно, и измеряемые с помощью «поплавка» величины, также изменяются.

Более того, т.к. ЖВС не являются идеальными жидкостями, то закон Архимеда следует использовать в общем виде:

$$F_A = - (\rho_{ЖВС} + \beta \cdot h_{\Pi}) \cdot g \cdot V_{\Pi Ч} \quad (2)$$

где  $\rho_{ЖВС}$  - изменяющаяся плотность ЖВС, подлежащая определению;

$\beta = - (\partial V / \partial P) / V$  - изотермический коэффициент сжатия ЖВС, подлежащий определению;

$h_{\Pi}$  - изменяющаяся глубина погруженной в ЖВС части поплавка;

$g$  - ускорение силы тяжести;

$V_{\Pi Ч}$  - изменяющийся объем погруженной в ЖВС части поплавка.

Обозначим глубину погружения поплавка  $h_{\Pi}$ , глубину ЖВС в ТЭД -  $h_{ЖВС}$ , площадь поперечного сечения ТЭД -  $S_{ТЭД}$ , площадь горизонтального сечения поплавка -  $S_{\Pi}$ , тогда, если объем ЖВС в ТЭД -  $V_{ЖВС}$ , то зная его, получим:

$$V_{ЖВС} = S_{ТЭД} \cdot h_{ЖВС} - S_{\Pi} \cdot h_{\Pi}, \text{ откуда} \\ S_{\Pi} \cdot \Delta h_{\Pi} / S_{ТЭД} = \Delta h_{ЖВС} \quad (3)$$

где  $\Delta h_{\Pi}$  - приращение глубины погружения поплавка;

$\Delta h_{ЖВС}$  - приращение глубины ЖВС в ТЭД.

Заменим конечные приращения глубин на соответствующие им бесконечно малые приращения, то есть рассмотрим изменение глубины жидкости в ТЭД при погружении поплавка на бесконечно малую глубину  $dh_{\Pi}$ .

$$dh_{ЖВС} = \frac{S_{\Pi}}{S_{ТЭД}} \cdot dh_{\Pi}$$

и проинтегрируем

$$\int dh_{ЖВС} = \int \frac{S_{\Pi}}{S_{ТЭД}} \cdot dh_{\Pi}$$

В связи с тем, что погружаемый поплавок имеет цилиндрическую форму, величина его площади горизонтального сечения  $S_{\Pi}$  не зависит от глубины его погружения (если бы погружаемое тело было, например, конусом или сферической формы, такое условие бы не выполнялось), то величина  $S_{\Pi} / S_{ТЭД} = k$  постоянна до полного погружения поплавка, поэтому имеем:

$$\int dh_{ЖВС} = \int k \cdot dh_{\Pi} \text{ и } h_{ЖВС} = k \cdot h_{\Pi} + C$$



## 7th International Scientific and Practical Conference «Science and Society» 2015

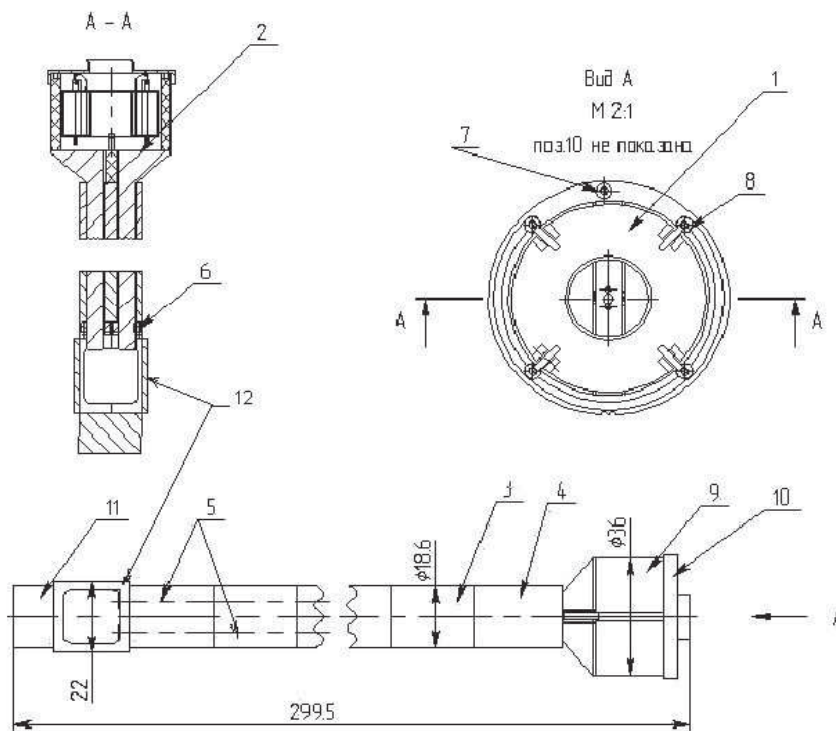
Определим величину постоянной интегрирования через глубину ЖВС в ТЭД -  $h_{ЖВС0}$  и глубину погружения поплавка -  $h_{П0}$  при нормальных условиях:

$$C = h_{ЖВС0} - k \cdot h_{П0}$$

Таким образом, искомая формула:

$$h_{ЖВС} = h_{ЖВС0} + k \cdot (h_{П} - h_{П0}) \quad (4)$$

В связи с тем, что измерение объема (глубины) ЖВС осуществляется термоэлектродилатометром [4], и, принимая во внимание, что ЖВС с точки зрения электропроводности (как и твердые материалы) делятся на диэлектрики (например, дистиллированная вода), проводники (электролиты) и полупроводники (например, расплавленный селен), скорректируем соответствующие алгоритмы вычислений для «поплавкового» ТЭД ТАШВ с учетом его размеров, веса и плотности (рис.6).



1 – верхняя поверхность поплавка с колесиками; 2 – керамическая трубка для проводников ТЭД; 3- керамический элемент сборки ТАШВ; 4 – керамический элемент стыковки ТЭД с ТАШВ; 5 – два молибденовых АЭ волновода-проводника со встроенными ТСМ и эталонами; 6 - гайка «стяжки» элементов сборки и «пятки» ТАШВ; 7 – проводник с электроконтактом для «крышки ТЭД»; 8 – проводник-паз с электроконтактами для колесиков поплавка; 9 – керамический

**7th International Scientific and Practical Conference  
«Science and Society» 2015**

корпус ТЭД; 10 – молибденовая крышка ТЭД; 11- «пятка» ТАШВ под весы; 12 – кроссовая колодка.

Рисунок 6. Разрез и вид сверху «поплавкового» ТЭД  
ТАШВ

Эквивалентные схемы [4, 8], как это следует из конструкции ТЭД ТАШВ остались практически прежними (за исключением «добавления» ёмкости/сопротивления 2-го волновода – рис.7,8), поэтому остается в формулы для вычислений линейного размера (глубины погружения) ЖВС добавить полученные результаты моделирования и указанного параллельного добавления емкости/сопротивления между сегментами двух акустических волноводов (АВ).

$$\begin{cases} \ell - h_{ЖВС} = +0,18 \cdot S_C \cdot \varepsilon_{ЖВС} / (C_{C1} + C_{C2}) \\ \varepsilon_{ЖВС} = 1 - i \cdot \operatorname{tg} \delta_{ЖВС} \\ \ell_K = h_{ЖВС} + 0,09 \cdot S_{ВО} \cdot \varepsilon_B / C_K \\ \varepsilon_B = 1 - i \cdot \operatorname{tg} \delta_B \\ h_{ЖВС} = h_{ЖВСО} + 0,923 \cdot (h_{П1} - h_{П0}) \end{cases} \quad (5)$$

где  $\ell$  – глубина ЖВС под поплавком в ТЭД;  $S_C$  – площадь сегмента АЭ волновода-проводника;  $\varepsilon_{ЖВС}$  – диэлектрическая проницаемость ЖВС;  $C_{C1} = C_{C2}$  – емкости между сегментами АВ и дном поплавка;  $i$  – мнимая единица;  $\operatorname{tg} \delta_{ЖВС}$  – тангенс угла потерь ЖВС;  $\ell_K$  – расстояние от верхней поверхности поплавка до крышки;  $C_K$  – емкость между верхней поверхностью поплавка и крышкой;  $\varepsilon_B$  – диэлектрическая проницаемость воздуха/вакуума;  $\operatorname{tg} \delta_K$  – тангенс угла потерь воздуха/вакуума.

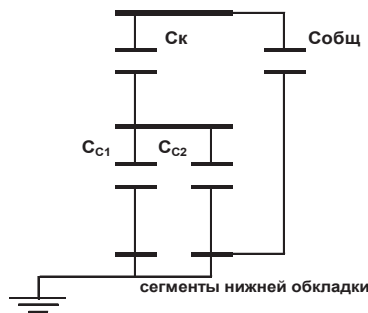


Рисунок 7. Эквивалентная схема с двумя АВ и скорректированный алгоритм для диэлектриков

Для электролитов (и полупроводниковых ЖВС) эквивалентная схема другая (рис.8). Вместо ёмкости с образцом измеряется его проводимость  $G$ , активное сопротивление  $R$ ,



реактивное сопротивление  $X$ , модуль комплексного сопротивления  $Z$  и угол фазового сдвига комплексного сопротивления  $\varphi$ , и система уравнений принимает следующий вид:

$$\begin{cases} \ell = \frac{R_1 \cdot R_2}{R_1 + R_2} \cdot S_{ТЭД} / \rho_{ЖВС} \\ \ell_K = h_{ЖВС} + 0,09 \cdot S_{ВО} \cdot \varepsilon_B / C_K \\ \varepsilon_B = 1 - i \cdot \text{tg} \delta_B \\ h_{ЖВС} = h_{ЖВС0} + 0,923 \cdot (h_{II} - h_{IIO}) \end{cases} \quad (6)$$

где  $R_1 = R_2$  - активное сопротивление электролита;  $S_{ТЭД}$  - площадь горизонтального сечения ЖВС (тигля);  $\rho$  - удельное сопротивление ЖВС, остальные обозначения такие же, как в предыдущих формулах (4, 5).

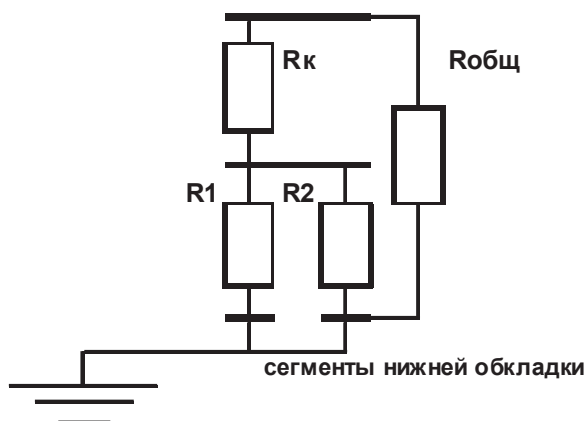


Рисунок 8. Эквивалентная схема с двумя АВ и скорректированный алгоритм для электролитов

Возможность измерителя иммитанса программно изменять частоты измерений параметров ЖВС в ТЭД ( $G$ ,  $Z$ ,  $\varphi$ ,  $C$  и  $\text{tg} \delta$ ) в широком диапазоне, обеспечивает определение двумерных зависимостей магнитной проницаемости  $\mu$  образца от температуры  $T$  и частоты  $\omega$ , решением уравнений импеданса:

$$\mu = Z^2 \cdot 2\ell / S_{ТЭД} \cdot G \cdot (1+i)^2 \cdot \mu_0 \cdot \omega - \text{ для электролитов (и п / п ЖВС) } \quad (7)$$

$$\mu = Z^2 \cdot (1-i \text{tg} \delta) - \text{ для диэлектриков, } \quad (8)$$

где  $Z$  - измеренное значение комплексного сопротивления;  $G$  - измеренное значение проводимости;  $\mu_0$  - магнитная постоянная;  $\omega$  - частота измерения, остальные обозначения такие же, как в предыдущих формулах.

## 7th International Scientific and Practical Conference «Science and Society» 2015

Циклическое измерение индуктивности  $L$  и определение указанных выше параметров ЖВС дает возможность вычисления следующих критериев гомохронности (критериев подобия):

$$No_1 = \omega t; \quad (\text{электродинамического}) \quad (9)$$

$$No_2 = \mu \ell^2 / \rho t; \quad (\text{электромагнитного}) \quad (10)$$

$$No_3 = \varepsilon \rho / t; \quad (\text{диэлектрического}) \quad (11)$$

$$No_4 = L/R t; \quad (\text{электроиндуктивного}) \quad (12)$$

$$No_5 = C/G t; \quad (\text{электроемкостного}) \quad (13)$$

где  $t$  – время;  $L$  – измеренное значение индуктивности; остальные обозначения такие же, как в предыдущих формулах.

По взаимной корреляции критериев подобия с предыдущими параметрами, осуществляется идентификация микро - и макроструктурных изменений в ЖВС (поляризация, полиморфные превращения и т.д.).

Выводы.

Предлагаемый подход позволяет, во-первых, использовать единую методологию ГОСТ 12.1.044 для определения пожаровзрывоопасности жидких и твердых веществ и материалов, в т.ч. с ОЗП, во-вторых, решить проблему метрологического обеспечения (динамической калибровкой всех измерительных каналов с помощью термодинамических акустико-эмиссионных микроэталонов) не только при испытаниях твердых материалов, но и их образцов с ОЗП, а также жидких и вязких сред, что применено впервые, в-третьих, позволит определять не только теплоемкость, электромагнитные параметры и остальные калорические и термические коэффициенты, но и термодинамические потенциалы и критерии подобия, которые до настоящего времени не определялись и не использовались в идентификации изменений физико-химических свойств самих жидких и твердых материалов и их образцов с ОЗП, включая горючесть, огнестойкость и пожаровзрывоопасность [1, 3, 5].

Существенным достоинством «поплавковой конструкции» ТЭД является то, что появляется возможность диагностики процессов в «расплавах» твердых тел, которых была лишена предыдущая конструкция по причине полного погружения в образец при его плавлении сплошной молибденовой обкладки ТЭД.

### References

- [1]. Belozеров В. В., Босы С. И., Калченко И. Е., Нестеров А. А., Прус Ю. В. About a thermoelectro-acoustic method of definition of characteristics of fire-and-explosion hazard of

**7th International Scientific and Practical Conference  
«Science and Society» 2015**

- strong and liquid substances and materials - Technologies of a technosphere safety. - 2010, No. 6. Page 2. - <http://ipb.mos.ru/ttb>.
- [2]. Boguslavsky E.I., Belozerov V. V., Boguslavsky N. E. Forecasting, the analysis and fire safety / Uch.Posobiye's assessment under the editorship of the prof. of Boguslavsky E.I. / - Rostov N / Д: RGSU, 2004. – 151 s.
- [3]. Belozerov V. V., Golubov A. I. Many a parametrical assessment of fire danger of paint and varnish substances, materials and coverings - Technologies of a technosphere safety – 2012, No. 4 of Page 3 - <http://ipb.mos.ru/ttb>.
- [4]. Belozerov V. V. The automated system of tests of materials of the electrotechnical and radio-electronic industry with control of their fire danger - the abstract of the thesis on competition of an academic degree Candidate of Technical Sciences / Moscow, 2008. – 26 s.
- [5]. GOST 12.1.044 (MEK 79-4; ISO 1182, etc.). Occupational safety standards system. Fire-and-explosion hazard of substances and materials. Product indicators and methods of their definition. – M.: Standards Publishing House, 1990. – 143 s.
- [6]. Builo S. I., Kuznetsov D. M.: ACOUSTIC-EMISSION TESTING AND DIAGNOSTICS OF THE KINETICS OF PHYSICOCHEMICAL PROCESSES IN LIQUID MEDIA - Russian Journal of Nondestructive Testing. 2010. T. 46. № 9. s. 684 - 689.
- [7]. Physical encyclopedic dictionary / Gl. Red. A.M. Prokhorov – M.: Soviet encyclopedia, 1984, page 33
- [8]. Belozerov V. V., Bosy S. I., Panchenko E. M., Udovichenko Y. I. «A way of the synchronous interfaced thermal analysis of substances and materials and installation for its implementation» - the Patent Russian Federation for the invention No. 2343467 of 10.01.2009.