中华人民共和国国家标准

GB 4396—2005

代替 GB 4396—1984

二氧化碳灭火剂

Fire extinguishing agent—carbon dioxide
(ISO 5923: 1989, Fire extinguishing media:carbon dioxide,NEQ)

2005-04-22 发布

2005-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局

中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第3章为强制性的，其余为推荐性的。

本标准对应 ISO 5923: 1989《消防 灭火剂 二氧化碳》，本标准与 ISO 5923: 1989 的一致性程度为非等效，主要差异如下：

- 按汉语习惯对一些编排格式进行了修改；
- 将一些适用于国际标准的表述改为适用于我国标准的表述；
- 增加了醇类（以乙醇计）含量的要求；
- 修改了油含量的测定仪器和试验方法；
- 修改了总硫化物含量的测定装置和试验方法。

本标准代替 GB 4396—1984《二氧化碳灭火剂》。

本标准与 GB 4396—1984 相比主要变化如下：

- 取消了二级品；
- 增加了总硫化物含量要求；
- 修改了水含量的测定装置和试验方法；
- 修改了醇类含量的测定仪器和试验方法；
- 修改了检验规则。

本标准由中华人民共和国公安部消防局提出。

本标准由全国消防标准化技术委员会第三分技术委员会（SAC/TC 113/SC3）归口。

本标准起草单位：公安部天津消防科学研究所。

本标准主要起草人：庄爽、侯敬成。

本标准所代替标准历次版本发布情况为：

- GB 4396—1984。

二氧化碳灭火剂

1 范围

本标准规定了二氧化碳灭火剂的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和包装。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修改版均不适用于本标准，然而，鼓励根据标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 1917—1994 食品添加剂 液体二氧化碳（发酵法）

3 要求

二氧化碳灭火剂的质量指标见表 1。

表 1

项 目	指 标
纯度/%（体积分数）	≥99.5
水含量/%（质量分数）	≤0.015
油含量	无
醇类含量（以乙醇计）/（mg/L）	≤30
总硫化物含量/（mg/kg）	≤5.0
注：对非发酵法所得的二氧化碳，醇类含量不作规定。	

4 试验方法

4.1 纯度

采用气相色谱法或其他化学吸收法。

4.1.1 仪器

气相色谱仪，热导检测器，灵敏度不低于 1 000 mV·mL/mg（氢气为载气，苯为样品）。

4.1.2 测定条件

测定条件见表 2。

表 2

项 目	条 件	项 目	条 件
仪器	气相色谱仪	载气流速/（mL/min）	50
检测器	热导检测器	进样口温度/℃	80
色谱柱	HP-PLOT（molecular sieve 5A）15 m×0.53 m×50.0 μm	柱温/℃	100
载气	氦气，纯度 99.999%	检测器温度/℃	80

4.1.3 测定步骤及计算方法

气相色谱仪启动后，按 4.1.2 规定的条件调节色谱仪，待仪器稳定并符合要求后，即可测定二氧化碳的纯度。从液相中取样，用峰面积归一化法计算二氧化碳的纯度。

4.1.4 测定步骤及允许偏差

取三次测定结果的算数平均值为测定结果，每次测定的绝对偏差应小于 0.05%。

4.2 水含量

可采用五氧化二磷吸收重量法、气相色谱法或能获得相同结果的其他方法。

4.2.1 五氧化二磷吸收重量法

本方法适用于不含有能被五氧化二磷吸收的有机杂质的样品。

4.2.1.1 试剂及材料

4.2.1.1.1 五氧化二磷：化学纯。

4.2.1.1.2 玻璃棉：将玻璃棉用盐酸洗涤后并用蒸馏水洗至无酸性，在 105℃ 电热鼓风干燥箱中烘 2 h，取出后保存于干燥器内备用。

4.2.1.2 仪器及装置

4.2.1.2.1 天平：准确度，1 g。

4.2.1.2.2 天平：准确度，0.000 1 g。

4.2.1.2.3 具有磨口塞的 U 型吸收管：见图 1。在红外灯干燥下，均匀地装填等量的玻璃棉和五氧化二磷的混合物，装填量为 U 型吸收管体积的 80% 左右。装填好的吸收管质量要求在 40 g 以内。装填五氧化二磷的吸收管及塞子需擦净。将 U 型吸收管存放于干燥器内备用。

4.2.1.2.4 夹层缓冲瓶：见图 2。

4.2.1.2.5 水含量测定装置，见图 3。各件之间均用清洁和干燥的橡胶管紧密连接。

1——磨口塞。

图 1 五氧化二磷吸收管

图2 夹层缓冲瓶

1——取样钢瓶；	6——夹层缓冲瓶；
2——减压稳压阀；	7——三通活塞；
3——浓硫酸计泡器；	8、9、10——五氧化二磷吸收管；
4——五氧化二磷吸收球管；	11——氯化钙干燥瓶。
5——内填玻璃棉的小球管；	

图3 五氧化二磷吸收重量法水含量测定装置

4.2.1.3 操作步骤

先将预先经过干燥的二氧化碳以约 2.5 g/min 的流量通过 U 型吸收管 20 min，再用干燥的氮气以每秒一个气泡的流量通过吸收管 30 min，关闭吸收管上的磨口塞，将吸收管置于干燥器中，15 min 后称重（称准至 0.000 1 g）。

将二氧化碳样品钢瓶擦净后在天平上称重（称准至 1 g），用干燥的橡胶管和整个水含量测定装置紧密连接，倒放钢瓶慢慢打开阀门，使二氧化碳以约 2.5 g/min 的流量通入 U 型吸收管中，总量约为 250 g（取样量及通入速度可视二氧化碳的含水量而适当增减）。通气完毕

后关闭钢瓶阀门,用干燥的氮气通入U型吸收管 30 min,称量吸收管质量(称准至 0.000 1 g),并在天平上再次称取钢瓶质量(称准至 1 g)。按式(1)计算样品中的水含量 X_1 :

$$X_1 = \frac{(G'_1 - G_1) + (G'_2 - G_2) - 2(G'_3 - G_3)}{W_1 - W_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

G_1 ——第一个U型吸收管吸收水分前的质量,单位为克(g);

G_2 ——第二个U型吸收管吸收水分前的质量,单位为克(g);

G_3 ——第三个U型吸收管吸收水分前的质量,单位为克(g);

G'_1 ——第一个U型吸收管吸收水分后的质量,单位为克(g);

G'_2 ——第二个U型吸收管吸收水分后的质量,单位为克(g);

G'_3 ——第三个U型吸收管吸收水分后的质量,单位为克(g);

W_1 ——测定前取样钢瓶的质量,单位为克(g);

W_2 ——测定后取样钢瓶的质量,单位为克(g)。

4.2.1.4 允许误差

两次测定结果的偏差应小于 0.000 5%。

注:测定中如发现第二个U型吸收管(图3中的8)有明显增重时,说明第一个吸收管中五氧化二磷的吸水性能已下降,需重新填装五氧化二磷及玻璃棉的混合物。

4.2.2 气相色谱法

本方法适用于含有能被五氧化二磷吸收的乙醇等有机杂质的样品。

4.2.2.1 仪器

同 4.1.1 中规定的气相色谱仪。

4.2.2.2 测定条件

同 4.1.2 中规定的测定条件。

4.2.2.3 测定步骤及计算方法

测定步骤同 4.1.3 的规定,用归一化法,按式(2)计算样品中的水含量 X_2 :

$$X_2 = \frac{f_{\text{水}} \times A_{\text{水}}}{\sum_{i=1}^n A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$f_{\text{水}}$ ——水在热导检测器上的相对校正因子, $f_{\text{水}}=0.60$, $f_{\text{二氧化碳}}=1$;

$A_{\text{水}}$ ——水的峰面积;

A_i ——色谱图中某一组分的峰面积。

4.2.2.4 取三次测定结果的算术平均值 X_2 为测定结果,每次测定的绝对偏差应小于 0.001%。

4.3 油含量

将一个干净的帆布口袋套入处于水平位置的二氧化碳钢瓶阀门的引出管接头上并扎紧,迅速从钢瓶中放出二氧化碳,使其在口袋内形成干冰。称取 10 g 干冰堆放在滤纸上,堆放的直径为 5 cm,待干冰升华后,观察滤纸上有无油渍斑点。

4.4 醇类含量(以乙醇计)

按 GB 1917—1994 中 4.4 的规定进行试验。

4.5 总流化物含量

4.5.1 仪器

微库仑灶硫仪：硫的最小检测浓度不大于 0.5 mg/kg，见图 4。

4.5.1.1 转化炉

由温度能调节控制的三个不同加热区组成；预热区的温度应能保证试样完全汽化；燃烧区的温度应能保证试样燃烧完全并有利于二氧化硫的生成；出口区的温度应能保证试样燃烧生成产物无变化地进入滴定池。

4.5.1.2 滴定池

滴定池是由一个做为主池的柱形管及两侧支管组成，池中盛有电解液并插入一对电解电极和一对参比电极。

1——氧气钢瓶；	12——高温毫伏计；
2——氮气钢瓶；	13——电位指示计；
3、4——针形阀；	14——搅拌器；
5、6——转子流量计；	15——滴定池；
7——匀速进样器；	16——恒流电源；
8——四通阀；	17——电解控制器；
9——转化炉；	18——计时器；
10——温度控制器；	19——数字显示器。
11——温度指示计；	

图 4 微库仑定硫仪流程图

4.5.1.3 微库仑计

用以检测指示电极间电位差，提供可选择的电介电流及滴定过程中的控制和测定结果的计量和显示。

4.5.1.4 匀速进样器

匀速进样器是一套机电装置，用以保证样品能均匀稳定进入转化炉的预热区。

4.5.1.5 电磁搅拌器

电磁搅拌器的搅拌速度应可调节。

4.5.2 试剂及配制

- 4.5.2.1 试验用重蒸馏水或去离子水。
- 4.5.2.2 冰醋酸（分析纯）。
- 4.5.2.3 碘化钾（分析纯）。
- 4.5.2.4 噻吩（分析纯）。
- 4.5.2.5 异辛烷（分析纯）。
- 4.5.2.6 氯化钾(分析纯)。
- 4.5.2.7 氧气（99.9%）。
- 4.5.2.8 氮气（99.9%）。
- 4.5.2.9 电解液：由 0.05%碘化钾溶液和 0.04%冰醋酸溶液配制而成。
- 4.5.2.10 标准溶液：在 250 mL 棕色容量瓶内，先加入异辛烷约 240 mL，用 1 μL 微量注射器准确抽取噻吩 1 μL，用擦镜纸擦去针外余液，将针尖稍伸入异辛烷液面上，将噻吩注入异辛烷中，迅速盖上瓶盖，充分摇匀，然后用异辛烷稀释到刻度，再摇匀。此溶液内硫含量为 1.53 ng/μL。用移液管吸取上述标准溶液 5 mL 于 100 mL 容量瓶中，异辛烷稀释到刻度，所得溶液的硫含量为 0.076 μg/μL。依次类推，可得到一系列不同硫含量的标准溶液。

4.5.3 试验步骤

4.5.3.1 转化率的测定

- 4.5.3.1.1 在滴定池中加入新鲜电解液，液面高出电极 5 mm~10 mm。
- 4.5.3.1.2 将滴定池四支电极连接导线分别与微库仑仪面板上相应接线柱相接。
- 4.5.3.1.3 开动电磁搅拌器。
- 4.5.3.1.4 开通氮气及氧气钢瓶阀门，调节氮气流量为 160 L/min，氧气流量为 40 L/min。
- 4.5.3.1.5 接通转化炉温控电源，调节预热区温度为 420℃±50℃，燃烧区温度为 720℃±50℃，出口区温度为 620℃±50℃。
- 4.5.3.1.6 当转化炉出口温度达到 500℃时，将滴定池与转化炉出口连接上。
- 4.5.3.1.7 调节微库仑计使终点电位稳定在一定位置上。
- 4.5.3.1.8 根据所测样品中总硫化物的含量范围选定标准溶液，用匀速进样器向转化炉注入标准溶液，进行滴定试验。
- 4.5.3.1.9 按式（3）计算转化率 F:

$$F = \frac{W}{A \times V} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- W——微库仑计滴定的硫含量，单位为纳克（ng）；
- V——标准溶液的体积，单位为微升（μL）；；
- A——标准溶液中硫含量,单位为纳克每微升（ng/μL）；
- F——转化率。

4.5.3.2 样品中硫含量的测定

- 4.5.3.2.1 从取样钢瓶中抽取 5 mL 样品。
- 4.5.3.2.2 按 4.5.3.1.1~4.5.3.1.8 测定样品中总硫化物含量.
- 4.5.3.2.3 按式（4）计算样品中总硫化物含量:

$$L = 0.28 \times 10^{-4} \frac{L_1}{F} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- L——样品中总硫化物含量,单位为毫克每千克（mg/kg）；
- L₁——微库仑计的显示值，单位为纳克（ng）；

F——转化率。

每个样品进行3次平行试验，取3次试验的平均值作为检验结果。

5 检验规则

5.1 检验类别与项目

5.1.1 出厂检验

纯度及水含量为出厂检验项目。

5.1.2 型式检验

第3章规定的全部项目为型式检验项目。

有下列情况之一时,应进行产品型式检验:

- a) 生产厂新试制的产品;
- b) 改变原料工艺影响产品性能时;
- c) 停产一年以上,恢复生产时;
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.2 组、批

组为一次性投料于加工设备制得的均匀物质。

批为在相同的环境条件下,用相同的原料和工艺生产的产品,包括一批或多批。

5.3 抽样

5.3.1 型式检验样品应从出厂检验合格的产品中抽取。

5.3.2 按“组”和“批”抽样,都应随机抽取不小于2 kg样品。

5.4 判定规则

出厂检验、型式检验结果应符合本标准第3章规定的要求,如有一项不符合本标准要求,则判定为不合格产品。

6 标志、标签和包装

6.1 盛装二氧化碳灭火剂的钢瓶应专用,瓶体表面漆为大红色,并在瓶口阀下锥形部分清晰牢固地标明“二氧化碳灭火剂”字样(字体采用仿宋体)。

6.2 盛装二氧化碳灭火剂的钢瓶应随有产品合格证和使用说明书,合格证应标明以下内容:产品名称、净重、批号、执行标准、生产厂、地址、生产日期等。

6.3 盛装二氧化碳灭火剂的钢瓶应符合国家有关压力容器的规定。

6.4 盛装二氧化碳灭火剂的钢瓶在运输过程中应旋紧瓶帽,轻装轻卸,严禁抛、滚、滑、碰。

6.5 盛装二氧化碳灭火剂的钢瓶应置于专用仓库贮存,仓库内应通风干燥避免曝晒。