



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU 216 066

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 19 02 81  
(21) PV 1178 - 81

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> G 01 N 1/10

(40) Zveřejněno 10 09 81  
(45) Vydáno 15 05 1984

(75)

Autor vynálezu VAŠÍČEK EDUARD ing., BRNO

- (54) Způsob odběru vzorků suspenzí a heterogenních směsí z tlakového prostředí a zařízení k provádění tohoto způsobu

### 1

Vynález se týká způsobu odběru vzorků suspenzí a heterogenních směsí z tlakového prostředí, kupř. z potrubí či chemických reaktorů při výrobě polypropylenu, suspenzního PVC anebo jiných plastických hmot. Současně je předmětem vynálezu i odběrové zařízení určené k provádění tohoto způsobu. Způsob a zařízení podle vynálezu je však možno aplikovat i v jiných odvětvích chemického či petrochemického průmyslu.

Účelem odběru vzorků ať již v provozních, výrobních jednotkách anebo zkušebních, laboratorních zařízeních je obvykle analytický rozbor složení reakční směsi, který umožní kontrolu průběhu technologického procesu, tj. kupř. určení stupně konverze, koncentrace jednotlivých složek, atp., a současně umožní stanovení optimálních parametrů pro jeho vedení. Odběr musí být proveden tak, aby se získal potřebný objem reprezentativního vzorku a přitom poměr váhy vzorkovnice k váze odebraného vzorku byl co nejmenší. Při odběru z tlakového prostředí je kromě toho nutno splnit i technické podmínky určené pro manipulaci s tlakovými nádobami, neboť vzorkovnice po odpojení od zdroje tlaku se stává přenosnou tlakovou nádobou.

Dosud užívaná odběrová zařízení tyto požadavky vesměs nesplňovala a pro odběr z tlakového prostředí nevyhovovala. Ze starší praxe je známo odběrové zařízení, které bylo zkonstruováno pro odběr z tlakového prostředí a které spočívalo v tom, že do zvláště vytvořeného obtokového potrubí byla zamontována vyjímatelná tlaková odměrka. Toto uspořádání

vyžadovala zabudování většího počtu tlakových ventilů, z nichž dva tvořily součást odměrky a byly spolu s ní vyjímány. Odměrka v tomto uspořádání měla značnou váhu a proto manipulace s ní byla obtížná. Kromě toho se zde dosahovalo krajně nepříznivého poměru váhy odměrky k váze odebíraného vzorku a vlivem mrtvých spojovacích cest docházelo i ke zkreslení kvality vzorku.

Tyto nedostatky jsou naproti tomu odstraněny u způsobu a zařízení pro odběr vzorků suspenzí a heterogenních směsí podle vynálezu. Nový postup odběru vzorku z tlakového prostředí je charakterizován tím, že vzorek je odebrán ve směru, který se směrem proudění vzorkované směsi v odběrovém místě svírá úhel 30 až 60°. Tímto uspořádáním se dosahuje toho, že odběr vzorku představuje zrcadlový obraz normálního toku vzorkované směsi, takže se v co největší míře simulují skutečné chování směsi v reakční nádobě či v potrubí, především podmínky separace jednotlivých fází.

Odebraný vzorek se během odběru dále nejméně jednou přetlačí zpět a smísí se s hlavním objemem proudící směsi. Tím se vyloučí zkreslující vliv spojovacích cest a dosáhne se toho, že vzorek odpovídá skutečnému stavu a složení směsi v místě odběru. V případě, že se přetlačuje větší objem vzorku do vyššího tlaku, je účelné použít k tomu přetlaku inertního tlakového prostředí, kupř. dusíku. Tento způsob je také rychlejší než přetlačení pomocí mechanických prostředků, kupř. ručně ovládaným pístem, které je možno popřípadě použít pro přetlačení menšího objemu vzorku do relativně nižšího tlaku.

Příkladné zařízení k provádění odběru způsobem podle vynálezu je pak charakterizováno tím, že sestává z odběrového zařízení trvale instalovaného ve stěně reakční nádoby nebo potrubí a z přenosné tlakové vzorkovnice, která je uzpůsobena pro napojení na odběrové zařízení na jedné straně a na pomocné tlakové zařízení na druhé straně. Odběrové zařízení přitom tvoří odběrové hrdle, jehož podélná osa svírá se směrem proudění vzorkované směsi v místě zaústění potrubí do reakční nádoby úhel 30 až 60°, a v němž jsou postupně zabudovány tlakový ventil, odvětrávací element a připojovací šroubení se zaslepovací zátkou.

Přenosnou vzorkovnici tvoří tlaková trubka, v níž je pohyblivě uložen volný píst a která je na jednom konci uzavřena tlakovým ventilem s nátrubkem pro připojení na odběrové zařízení, zatímco na druhém konci rozabíratelným dnem s nátrubkem pro napojení na pomocné tlakové zařízení. Na dnem tlakové trubky je umístěn pružný element, kupř. šroubová pružina nebo pryžový silent-blok, jehož účelem je jednak tlumení rázů volného pístu, jednak vyrovnání přírůstku objemu odebraného vzorku při minimálním nárůstu tlaku v případě, kdy ve vzorku i po odpojení vzorkovnice od odběrového místa a nástřiku katalytického jedu dále dobíhá vlastní reakce, provázená vývojem reakčního tepla a vzestupem teploty směsi. Pružný element není naopak nezbytný v případě, kdy po odpojení vzorkovnice od zdroje teplota vzorku klesá a vývin reakčního tepla se zastaví.

Odběrové zařízení v provedení podle vynálezu zajišťuje žádeucí zrcadlový odběr vzorku, zatímco přenosná vzorkovnice s jedním vestavěným tlakovým ventilem splňuje současně jak technické předpoklady pro manipulaci s tlakovými nádobami, tak i podmínku zredukované hmotnosti. Vzorkovnice je současně velmi jednoduchými prostředky uzpůsobena pro napojení jak na odběrové zařízení tak i na pomocné tlakové zařízení, jež umožňuje opakované přetlače-

ní vzorku a jeho smísení s hlavním podílem vzorkované směsi. Konstruktivní uspořádání vzorkovnice současně umožňuje, aby v případě potřeby účinek pomocného vnějšího tlakového prostředí mohl být nahrazen ručním ovládáním volného pístu.

Pomocné tlakové zařízení mohou tvořit alternativně anebo v kombinaci buď přenosná tlaková nádoba se stlačeným inertním plynem anebo vnější zdroj tlakového prostředí. Oba tyto zdroje tlaku jsou buď samostatně anebo společně napojeny přes redukční ventil, uzavírací ventil a odvzdušňovací ventil pomocí převlečné matice s nátrubkem na nátrubek přenosné vzorkovnice. Příkladné provedení odběrového zařízení podle vynálezu je dále blíže znázorněno na výkrese, kde obr. 1 představuje ve svislém řezu dno reakční nádoby a jednotlivé části odběrového zařízení v rozpojeném stavu, a obr. 2 představuje schematické znázornění optimálního umístění odběrového hrdla vzhledem ke směru toku vzorkované směsi v potrubí.

V odběrovém zařízení znázorněném na obr. 1 jsou nad sebou, v rozpojeném stavu uspořádány: odběrové zařízení A, přenosná tlaková vzorkovnice B a pomocné tlakové zařízení C. Vedle přenosné vzorkovnice B je ve funkční poloze naznačena injekční stříkačka D.

Odběrové zařízení A tvoří odběrové hrdlo 2 ve formě krátkého nátrubku, připojeného ke dnu míchané tlakové nádoby 1 a opatřené tlakovým ventilem 3, odvzdušňovacím šroubem 4 a šroubením s převlečnou maticí 5. Převlečná matice 5 je v době mimo odběr vzorku zaslepena zátkou 6.

Přenosná tlaková vzorkovnice B má tvar štíhlé trubky 7, jejíž stěna vykazuje tloušťku odpovídající pracovnímu tlaku. Na horním konci je do trubky 7 zabudován tlakový ventil 8, vně ukončený nátrubkem 9 se závitem. Bezprostředně pod tlakovým ventilem 8, který je stejně jako tlakový ventil 3 v odběrném zařízení A - proveden nejlépe jako ventil kulový, je do trubky 7 zaveden odvzdušňovací šroub 10 a je zde vytvořeno místo 11 pro případný nástřik katalytického jedu z injekční stříkačky D. Vstříkové místo 11 je utěsněno bobtnavou pryží. Uvnitř trubky 7 je uložen volný píst 12, těsněný nejlépe o - kroužky. Ve spodní části trubky 7 je pod pístem 12 uložena šroubová pružina 13, jejímž účelem je tlumení rázů ventilu 12 a vyrovnání případného nárůstu objemu vzorku. Pružina 13 může být případně - jak již bylo dříve uvedeno - nahrazena i pryžovým silent-blokem anebo zcela vypuštěna. Spodní konec tlakové trubky 7 uzavírá rozebíratelné dno s nátrubkem 14. K uchopení a přenášení vzorkovnice B slouží izolovaná rukojeť 15.

K manipulaci při odběru slouží dále pomocné tlakové zařízení C, které tvoří alternativně anebo v kombinaci jednak nenaznačený vnější zdroj tlakového prostředí, jednak přenosná tlaková nádoba 20 se stlačeným inertním plynem, nejlépe dusíkem. Oba zdroje tlakového prostředí jsou při odběru na nátrubek 14 přenosné vzorkovnice B napojeny přes redukční ventil 19, uzavírací ventil 17 a odvzdušňovací ventil 18. V případě, že pracovní tlak v reakční nádobě 1 je nízký a k přetlaku postačí stlačený technologický plyn, který je v závodě k dispozici, nebo stlačený plyn z jiného zdroje, zaslepí se převlečná matice 23, sloužící k napojení přenosné tlakové nádoby 20 a do odběrového zařízení se potrubím 21 přes tlakový ventil 22 připouští tento inertní tlakový plyn. V případě, že pracovní tlak v reakční nádobě 1 je vysoký, použije se stlačeného plynu z přenosné tlakové nádoby

20 anebo v kombinaci obou zdrojů tlakového prostředí.

Schematické znázornění umístění odběrového hrdla vzhledem ke směru toku vzorkované směsi v potrubí je uvedeno na obr. 2. Při odběru vzorku z potrubí se odběr provádí v místě, kde potrubí mění svůj směr, takže směr odběru představuje zrcadlový obraz dalšího toku prostředí v potrubí, přičemž směr odběru svírá s původním směrem toku v potrubí úhel  $30^\circ$ .

Při odběru vzorků za pomoci zařízení znázorněného na obr. 1 se postupuje následujícím způsobem:

Ve výchozím stavu odběrového zařízení, tj. před zahájením odběru vzorku, je tlakový ventil 3 v odběrovém hrdle 2 uzavřen a zaslepovací zátka 6 je odšroubována. Přenosná vzorkovnice B je spojena s pomocným tlakovým zařízením C, přičemž redukční ventil 19 pomocného tlakového zařízení C je nastaven na tlak o cca 0,5 MPa vyšší než je tlak, který panuje v místě odběru vzorku. Vzorkovnice B, spojená s pomocným tlakovým zařízením C, se pak pomocí šroubení s převlečnou maticí 5 napojí na odběrové zařízení A. Injekční stříkačka D je připravena k nástřiku vypočteného množství katalytického jedu.

Zařízení se připraví k odběru přetlačením volného pístu 12 do horní polohy pomocí inertního tlakového prostředí otevřením uzavíracího ventilu 17 a odvzdušňovacího šroubu 10. Při odběru se odvzdušňovací šroub 10 opět uzavře a otevrou se oba tlakové ventily 3 a 8. Odvzdušňovacím ventilem 18 se pak odpustí inertní plyn a tím do vzorkovnice B vnikne podíl vzorkované látky.

Jelikož stav a složení tohoto prvního podílu odebrané látky se vlivem spojovacích cest liší od skutečného stavu a složení reakční směsi, přetlačí se odebraný vzorek zpět do nádoby tím, že se uzavře odvzdušňovací ventil 18 a otevře se uzavírací ventil 17, kterým do prostoru pod pístem 12 natéká buď tlakové prostředí z přenosné nádoby 20 anebo se přes ventil 22 potrubím 21 přivádí pomocné tlakové prostředí z nenaznačeného vnějšího zdroje. Opětovným uzavřením ventilu 17 a otevřením odvzdušňovacího ventilu 18 se pak vzorkovnice znovu naplní. V případě, že se vyžaduje zvýšená přesnost, je možno takovéto přetlačení vzorku opakovat několikrát.

Po skončení odběru se uzavrou oba tlakové ventily 3 a 8, injekční stříkačkou se do vzorku v místě 11 nastříkne katalytický jed, prostor mezi tlakovými ventily 3 a 8 se odvzdušní a jednotlivé části odběrového zařízení se navzájem rozpojí. Vzorkovnice se zváží a odečtením její váhy se stanoví váha odebraného vzorku včetně katalytického jedu. Odvzdušňovacím šroubem 10 se pak uvolní tlak, přičemž expandují a vytékají zkapalněné podíly plyných složek. Zbývající podíly plyných komponent, popřípadě i kapalně komponenty se pak ze vzorku vypudí ohřevem po rozebrání vzorkovnice. Vysušený vzorek se zváží a zjištěná váha dělená objemem vzorkovnice pak udává příslušnou koncentraci vzorku (v  $\text{g/cm}^3$ ). Jednotlivé složky odebraného vzorku se stanoví běžnými analytickými metodami.

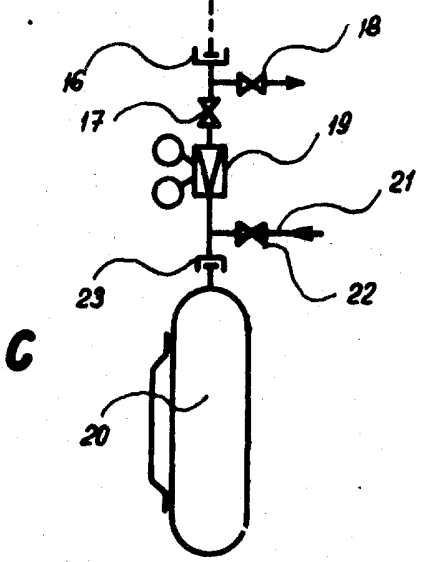
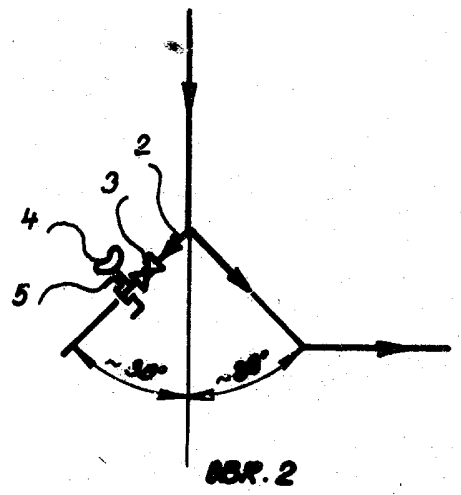
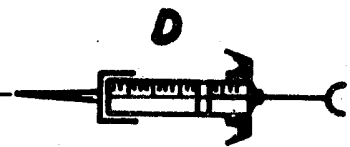
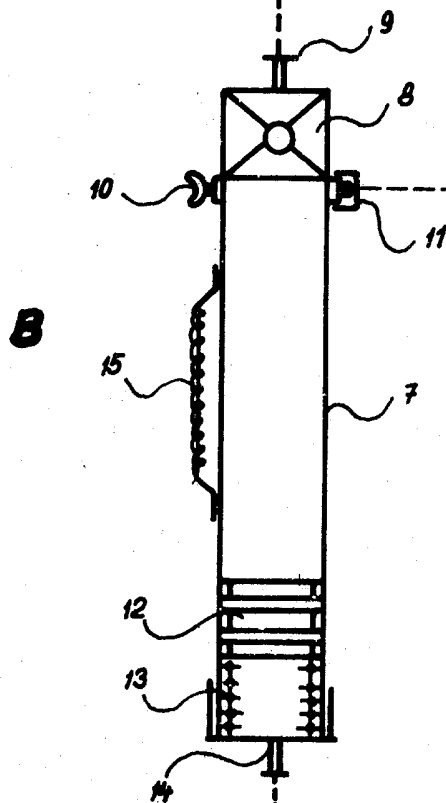
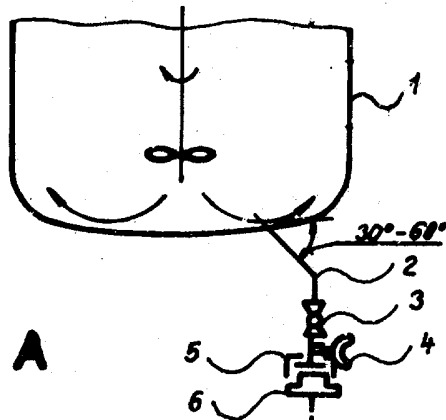
Rozměry odběrového zařízení, především přenosné vzorkovnice, se volí v závislosti na požadovaném objemu vzorku a samozřejmě také na charakteru místa, kde se odběr provádí, tj. zda jde o zařízení provozní či zkušební anebo laboratorní. Současně je nutno ovšem respektovat i požadavek minimální váhy vzorkovnice v poměru k odebranému vzorku. S tím souvisí

i volba materiálu, z něhož je vzorkovnice zhotovena. Materiál musí odpovídat daným tlakovým podmínkám a přitom vykazovat co nejnižší specifickou hmotnost. Vhodným materiálem může být kupř. pochromovaná ocel, hliník, elektron a v některých případech i plastická hmota.

Zatímco odběrové zařízení A je instalováno trvale na všech odběrových místech, volí se počet přenosných vzorkovnic B v závislosti na počtu odběrových míst, četnosti měření a rychlosti použití analytických metod. Pro všechna odběrová místa pak v nejjednodušším případě - pokud není nutno provádět větší počet odběrů současně - postačí jediné pomocné tlakové zařízení C.

#### P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob odběru vzorků suspenzí a heterogenních směsí z tlakového prostředí, vyznačený tím, že vzorek se odebírá ve směru, který se směrem proudění vzorkované směsi v odběrovém místě svírá úhel 30 až 60°, přičemž během odběru se vzorek nejméně jednou přetlačí zpět a smísí s hlavním objemem proudící směsi.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že opakované přetlačení odebíraného vzorku se provádí přetlakem inertního tlakového prostředí.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že opakovaného přetlačení odebíraného vzorku se provádí mechanickými prostředky.
4. Zařízení na odběr vzorků suspenzí a heterogenních směsí z tlakového prostředí k provádění způsobu podle bodu 1, které zahrnuje jednak pevné odběrové místo, jednak přenosnou tlakovou vzorkovnici, vyznačené tím, že pevné odběrové místo tvoří odběrové zařízení (A), které je trvale instalováno ve stěně reakční nádoby (1) nebo potrubí a které sestává z odběrového hrdla (2), jehož osa svírá se směrem proudění vzorkované směsi v místě zaústění hrdla (2) do reakční nádoby (1) či potrubí úhel 30 až 60° a v němž jsou postupně zabudovány tlakový ventil (3), odvzdušňovací ventil (4) a připojovací šroubování (5) se zaslepovací zátkou (6), zatímco přenosnou tlakovou vzorkovnici (B) tvoří tlaková trubka (7), v níž je pohyblivě uložen volný píst (12) a která je na jednom konci uzavřena tlakovým vnetilem (8) s nátrubkem (9) pro připojení na odběrové zařízení (A), přičemž druhý konec tlakové trubky (7) je opatřen rozebíratelným dnem s nátrubkem (14) pro napojení na pomocné tlakové zařízení (C), které tvoří přenosná tlaková nádoba (20), popřípadě jiný vnější zdroj tlakového prostředí, napojený na nátrubek (14) přenosné vzorkovnice (B) přes redukční ventil (19), uzavírací ventil (17) a odvzdušňovací ventil (18) pomocí převlečné matice s nátrubkem (16).
5. Zařízení podle bodu 4, vyznačené tím, že na dně tlakové trubky (7), tvořící přenosnou vzorkovnici (B), je uložen pružný prvek, např. šroubová pružina (13).
6. Zařízení podle bodů 4 a 5, vyznačené tím, že ve stěně tlakové trubky (7), tvořící přenosnou vzorkovnici (B), je bezprostředně pod tlakovým vnetilem (8) vytvořeno místo (11) pro zavedení jehly injekční stříkačky (D) s katalytickým jedem.
7. Zařízení podle bodů 4 a 6, vyznačené tím, že tlakový ventil (8) přenosné vzorkovnice (B), popřípadě i tlakový ventil odběrového zařízení (A) jsou provedeny jako ventily kulové.



**0BR. 1**