



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225566
(11) (B1)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 27 07 82
(21) PV 5678-82

(51) Int. Cl.³
G 01 N 25/00

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 30 09 85

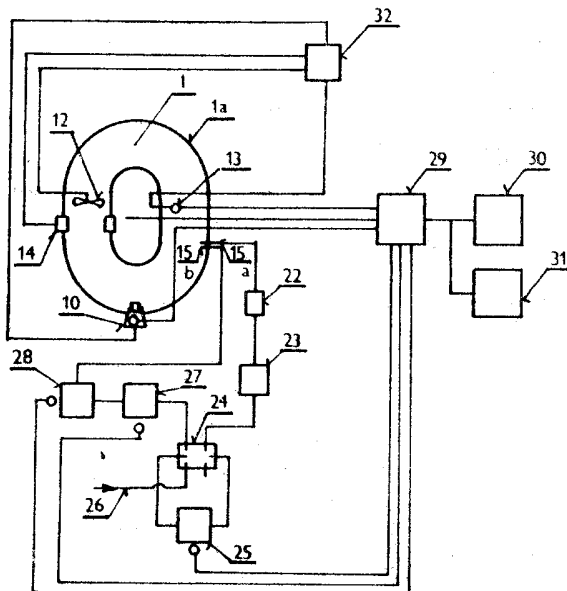
(75)

Autor vynálezu

MICHAL JAN RNDr. CSc., PRAHA

(54) Zařízení pro hodnocení zplodin tepelného rozkladu polymerních materiálů

Zařízení je určeno pro hodnocení přírodních nebo umělých materiálů a řeší problém rychlého spálení vzorku za daných teplotních podmínek a zapojení snadno dostupných přístrojů k dokonalému vyhodnocení naměřených hodnot. Zařízení sestává z pláště pravoúhlého průřezu, jehož vnitřní prostor vymezuje spalovací komoru s nekonečnou dráhou, například oválnou. Plášť má horní obloukový úsek s kelímkovou píčkou. Tyto úseky jsou spojeny dvěma rovnými úseky, z nichž jeden je opatřen fotometrem. Zároveň je plášť opatřen uzavíratelnými manipulačními, čistícími otvory a je na něj zaústěna výstupní sonda, propojená přes filtr na čerpadlo, spojené s vícecestným kohoutem, na jehož výstupy je připojena kyslíková elektroda a nejméně dva analyzátory, například pro stanovení kysličníku uhelnatého a uhlíčitého. Tyto přístroje jsou spojeny s měřicí ústřednou a dále s tiskárnou, případně s vícekanálovým registračním přístrojem.



Vynález se týká zařízení pro hodnocení zplodin tepelného rozkladu polymerních materiálů a to přírodních nebo umělých.

Při provádění zkoušek zplodin tepelného namáhání vzorků polymerních materiálů, a to při stanovení jejich kvalitativního a kvantitativního složení, nebo při určení jejich nebezpečného působení, je rozhodující způsob, jakým je polymerní materiál namáhán a jaké jsou podmínky jeho tepelné degradace. Relativně nejjednodušší je pyrolytický rozklad, tedy rozklad v inertní atmosféře se zamezením přístupu vzduchu. Při něm se lépe daří zajistit v experimentálním zařízení reprodukovatelné podmínky a získat zplodiny reprodukovatelného složení. Při rozkladech thermooxidativních je problém zajištění reprodukovatelných podmínek tepelného rozkladu již složitější. Záleží na mikropodmínkách konkrétního rozkladu a výsledek tepelného rozkladu co do složení jeho zplodin ovlivňují nejen teplota, složení okolních plynů, ale i takové faktory, jakými jsou např. rychlost proudění plynů, geometrie prostoru ve kterém ke spalování dochází, tvar spalovaného vzorku, materiál, se kterým je hořící polymer v přímém kontaktu apod. Cílem zkoušek bývá provést sérii pokusů, která má odpovědět na otázku, který ze zkoušených materiálů je vhodnější pro konkrétní použití, nebo který z použitých materiálů je v daných podmínkách nebezpečnější. K tomu účelu je vhodné provádět zkoušky v určitém typu spalovací komory v určených konstantních podmínkách. K provedení takových zkoušek se používá více typů spalovacích komor. Požáru in natura se pravděpodobně nejvíce blíží zkoušky v měřítku 1 : 1 nebo takové zkoušky, které se jim co nejvíce přibližují. Někteří autoři provádějí zkoušky toxicity plynů a kouře vzniklého při spalování vzorků polymerních materiálů v nevětrané místnosti o objemu 19,5 m³. Jiní provádějí zkoušky v měřítku 1 : 1 v dělené chodbě, plně vybavené měřicí technikou. Častěji je však třeba provádět zkoušky v laboratorním měřítku a používat spalovacích komor. Jedná se například o komoru o objemu 4,2 litru, ve které je kontrolována teplota a obsah kyslíku a která je spojena s trubkovou píčkou, ve které se provádí pyrolýza zkoušeného vzorku. Někteří autoři doporučují pracovat v dynamických podmínkách a zahřívají navážku vzorku v proudu vzduchu teplotním zdrojem s teplotou vzrůstající rychlostí 20 °C min⁻¹ a vznikající zplodiny ředí a ochlazují definovaným proudem vzduchu. Jiní používají systém pohyblivé píčky, ve kterém jsou kontinuálně vznikající zplodiny tepelné degradace zkoušeného materiálu, s ředěním nebo bez ředění, vedeny do komory s pokusnými zvířaty. Jistou nevýhodou těchto systémů je nižší reprodukovatelnost, případně obtížnější interpretace průběhu hoření. Podle popisu čs. autorského

osvědčení č. 217834 se navrhuje původní dvoukomorová souprava pro komplexní měření zplodin tepelné degradace polymerních materiálů. Spalování probíhá ve spalovací komoře, pokusná zvířata jsou umístěna v kouřové komoře; mezi oběma komorami je prudký teplotní spád, takže při náhlém vzrůstu teploty ve spalovací komoře je teplota v kouřové komoře ovlivněna jen málo.

Všechny uvedené systémy mají jisté nevýhody. Zařízení pro pokusy v měřítku 1 : 1 nuneumožňují operativní provádění zkoušek tak, jak to umožňují laboratorní testy. Jestliže se však tyto testy provádějí ve statických podmínkách, buď se nesusnadno zajišťuje úprava teploty ve zkušební komoře nebo, i když jsou testy vhodné pro komplexní provádění zkoušek včetně určení biologické toxicity zplodin, nuneumožňují svými rozměry exaktnější provedení v rozsahu vyšších spalných teplot a vyšších navážek vzorku. Zařízení pracující v dynamických podmínkách jen velice obtížně zajišťují reprodukovatelný průběh hoření zkoumaného vzorku a proces tepelné degradace polymerního materiálu je poměrně obtížně interpretovatelný.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje zařízení pro hodnocení zplodin tepelného rozkladu polymerních materiálů se spalovací komorou, s ventilátorem pro oběh spalín, s čidlem pro měření teploty a se soustavou měřicích přístrojů. Podstata vynálezu spočívá v tom, že toto zařízení sestává z pláště pravoúhlého průřezu, jehož vnitřní prostor vymezuje spalovací komoru s nekonečnou dráhou, například oválnou. Plášť má horní obloukový úsek s vypouštěcím kanálem a s uzavírací klapkou a dolní obloukový úsek s kelímkovou píčkou. Oba obloukové úseky jsou vzájemně spojeny se dvěma rovnými úseky shodného průřezu a na jednom z těchto je na plášti upraven fotometr. Zároveň je plášť na zmíněných úsecích opatřen manipulačními, čistícími a pozorovacími otvory s těsně uzavíratelnými dvířky. Na plášť spalovací komory je ještě zaústěna výstupní sonda, propojená přes filtr na čerpadlo, jehož výtláčná větev je připojena na vícecestný kohout se samostatnými výstupy, na které je napojena kyslíková elektroda, přívod dusíku a nejméně dva analyzátory zapojené v sérii, například pro stanovení kyslíčnicku uhelnatého a uhlíčitého. Výstup z posledního analyzátoru je prostřednictvím vstupní sondy zaveden zpět do prostoru spalovací komory. Současně jsou kyslíková elektroda, analyzátory a fotometr napojeny na měřicí ústřednu, která je připojena na tiskárnu, případně na vícekanálový registrační přístroj.

Zařízení podle vynálezu je jednoduché a pro svou funkci a vyhodnocovací část využívá běžně dostupných zařízení. Umožňuje rychlé spálení vzorku za daných teplotních podmínek a připojení takových zařízení, které dokonale zaznamenají nebo vyhodnotí

naměřené hodnoty. Jsou to zejména registrační přístroje, nebo měřicí ústředna, která zpracovává vhodně upravené signály z měřících zařízení komory a zaznamenává je plynule pomocí vestavěné tiskárny.

Na připojených výkresech je schematicky znázorněno zařízení podle vynálezu, a to na obr. 1 v nárysném pohledu a na obr. 2 schéma plynových cest vznikajících škodlivin, jakož i blokové schema zapojení měřících a pomocných přístrojů pro kontinuální měření a vyhodnocení měřených veličin, přičemž shodné součásti jsou označeny shodnými vztahovými čísly.

Zařízení podle vynálezu sestává z pláště **1a** pravoúhlého průřezu, jehož vnitřní prostor vymezuje spalovací komoru **1** s neko-nečnou dráhou, např. oválnou. Spalovací komora **1** na obr. 1 je svou podélnou osou uspořádána ve svislé rovině, takže plášť **1a** má jeden horní obloukový úsek **1A** a jeden dolní obloukový úsek **1B** spojené dvěma svislými úseky **1C**, **1D**. Plášť **1a** spalovací komory **1** je zhotoven z plechu, uvnitř opatřeného ochranným nátěrem z epoxidové pryskyřice. Na právě zmíněných protilehlých obloukových a svislých úsecích **1A**, **1B**, **1C**, **1D** je plášť **1a** spalovací komory **1** z ovládací strany opatřen symetricky rozloženými manipulačními, čistícími a pozorovacími otvory **2**, **3**, **4**, **5**, **6**, **7**, **8**, **9** s těsně uzavíratelnými dvířky **2a**, **3a**, **4a**, **5a** z průhledného materiálu a rovněž těsně uzavíratelnými dvířky **6a**, **7a**, **8a**, **9a** z provozních důvodů z materiálu nepropouštějícího světlo. V dolním obloukovém úseku **1B** pláště **1a** je ve spalovací komoře **1** svou horní částí umístěna kelímková píčka **10**, do které se vskládá kelímek **11** s vhodně volenou navážkou vzorku v množství 1 až 10 g. V jednom, například v levém, svislém úseku **1C** pláště **1a** je ve spalovací komoře **1** umístěn ventilátor **12**, který zajišťuje dokonalou homogenizaci zplodin vzniklých v průběhu tepelné degradace a rovnoměrný pohyb plynů v prostoru spalovací komory **1** v průběhu měření. Pro kontinuální měření teploty je v prostoru spalovací komory **1** umístěno čidlo **13** pro měření teploty. Na levém svislém úseku **1C** spalovací komory **1** je na plášti **1a** uspořádán fotometr **14**, který umožňuje měření propustnosti světelného paprsku vysílaného do vnitřního prostoru spalovací komory **1**, zaplněného vzniklými zplodinami hoření vzorku. Dvě sondy, výstupní **15a** a vstupní sonda **15b** v plášti **1a** zasahují do pravého svislého úseku **1D** spalovací komory **1** a umožňují kontinuální odběr plyných zplodin pro monitorování obsahu nebezpečných plynů a obsahu kyslíku. V průhledných dvířkách **3a**, upravených v plášti **1a** v jeho pravém svislém úseku **1D**, je proveden uzavíratelný otvor **16** pro vsouvání neznázorněné sondy pro odběr plyných zplodin pro plynově chromatografickou a plynově chromatografickou — hmotově spektro-

metrickou analýzu. Vypouštěcí kanál **17**, kterým se po ukončení pokusu odsají vzniklé zplodiny z vnitřního prostoru spalovací komory **1**, je umístěn v plášti **1a** na jeho horním obloukovém úseku **1A** a je opatřen uzavírací klapkou **18**.

Součástí zařízení je soustava měřících a pomocných přístrojů schematicky znázorněná na obr. 2; tato soustava sestává z filtru **22**, přes který se čerpadlem **23** odebírá ze spalovací komory **1** výstupní sondou **15a** vzorek degradačních zplodin. Na výtlačnou větev čerpadla **23** je připojen vícecestný kohout **24**, na jehož jednotlivé samostatné výstupy jsou napojeny: kyslíková elektroda **25**, přívod **26** dusíku a v sérii zapojené nejméně dva analyzátoři **27**, **28** pro stanovení kyslíčnicku uhelnatého a uhličitého, případně ještě analyzátoři dalších degradačních zplodin. Poslední analyzátor **28** je svým výstupem napojen prostřednictvím vstupní sondy **15b** opět na vnitřní prostor spalovací komory **1**. Analyzátoři **27**, **28**, kyslíková elektroda **25**, fotometr **14**, čidlo **13** a neznázorněný termočlánek kelímkové píčky **10** jsou ještě napojeny na měřicí ústřednu **29**, která je spojena s tiskárnou **30**, případně ještě s vícekanálovým registračním přístrojem **31**. Energetické zásobování ventilátoru **12**, kelímkové píčky **10**, fotometru **14** a čidla **13** pro měření teploty zajišťuje zdroj **32**.

Se zařízením podle vynálezu se pracuje takto: Na plášti **1a** spalovací komory **1** se nejprve uzavřou uzavírací klapka **18** a manipulační čistící a pozorovací otvory **2**, **3**, **4**, **6**, **7**, **8**, **9** dvířky **2a**, **3a**, **4a**, **6a**, **7a**, **8a**, **9a** a otvorem **5** se vloží vzorek zkoumaného polymeru do kelímku **11** v kelímkové pícce **10**, vyhřáté na požadovanou teplotu. Dvířka **5a** se uzavřou a ventilátorem **12** se současně vznikající zplodiny tepelného rozkladu homogenizují a uvádějí do nuceného oběhu v nekonečné dráze spalovací komory **1**. Dvířky **5a**, která jsou z průhledného materiálu, se pozoruje průběh hoření a současně se stanovuje optická hustota vznikajících zplodin měřením propustnosti světla fotometrem **14**. V průběhu celého pokusu se rovněž zaznamenává čidlem **13** teplota uvnitř spalovací komory **1**. Po dohoření vzorku v kelímku **11** se zapojí systém odběru plyných vzorků pro stanovení obsahu kyslíčnicku uhelnatého, uhličitého a kyslíku a odebere se vzorek pro plynově chromatografickou a pro plynově chromatografickou — hmotově spektrometrickou analýzu. Schema plynových cest pro měření obsahu škodlivin v atmosféře spalovací komory **1** a její zapojení do systému pro komplexní vyhodnocení měřených veličin je znázorněno na obr. 2. Z prostoru nekonečné dráhy spalovací komory **1** se čerpadlem **23** výstupní sondou **15a** odebírá vzorek přes filtr **22**, na kterém se zachytí pevné degradační zplodiny. Přes vícecestný kohout **24** se plyný vzorek dále vede ke kyslíkové elek-

trodě 25, která měří obsah kyslíku v procházející plyné směsi a opět přes vícecestný kohout 24 prochází vzorek do dvou za sebou zapojených infračervených analyzátorů 27, 28, ve kterých se měří obsah kysličníků uhelnatého a uhličitého. Změřený vzorek se z analyzátoru 28 vrací vstupní sondou 15b zpět do prostoru nekonečné dráhy spalovací komory 1. Vícecestným kohoutem 24 lze rovněž odpojit proud plynů z nekonečné dráhy spalovací komory 1 od kyslíkové elektrody 25 a zapojit přívod 26 dusíku, který je třeba k nastavení kyslíkové elektrody 25 na nulovou hodnotu. Zdroj 32 energeticky zá-

sobuje a ovládá příkon kelímkové pícky 10, světelný zdroj fotometru 14, činnost ventilátoru 12 a čidlo 13 teploměru. Signály z měření obsahu kyslíku z kyslíkové elektrody 25, kysličníku uhelnatého z infračerveného analyzátoru 27 a kysličníku uhličitého z infračerveného analyzátoru 28, jakož i teploty kelímkové pícky 10 a hodnoty světelné propustnosti z fotometru 14 a teploty v prostoru nekonečné dráhy spalovací komory 1 se vedou do měřicí ústředny 29, která signály zpracovává a vyhodnocuje a zaznamenává buď tiskárnou 30 nebo registruje ve vícekanálovém registračním přístroji 31.

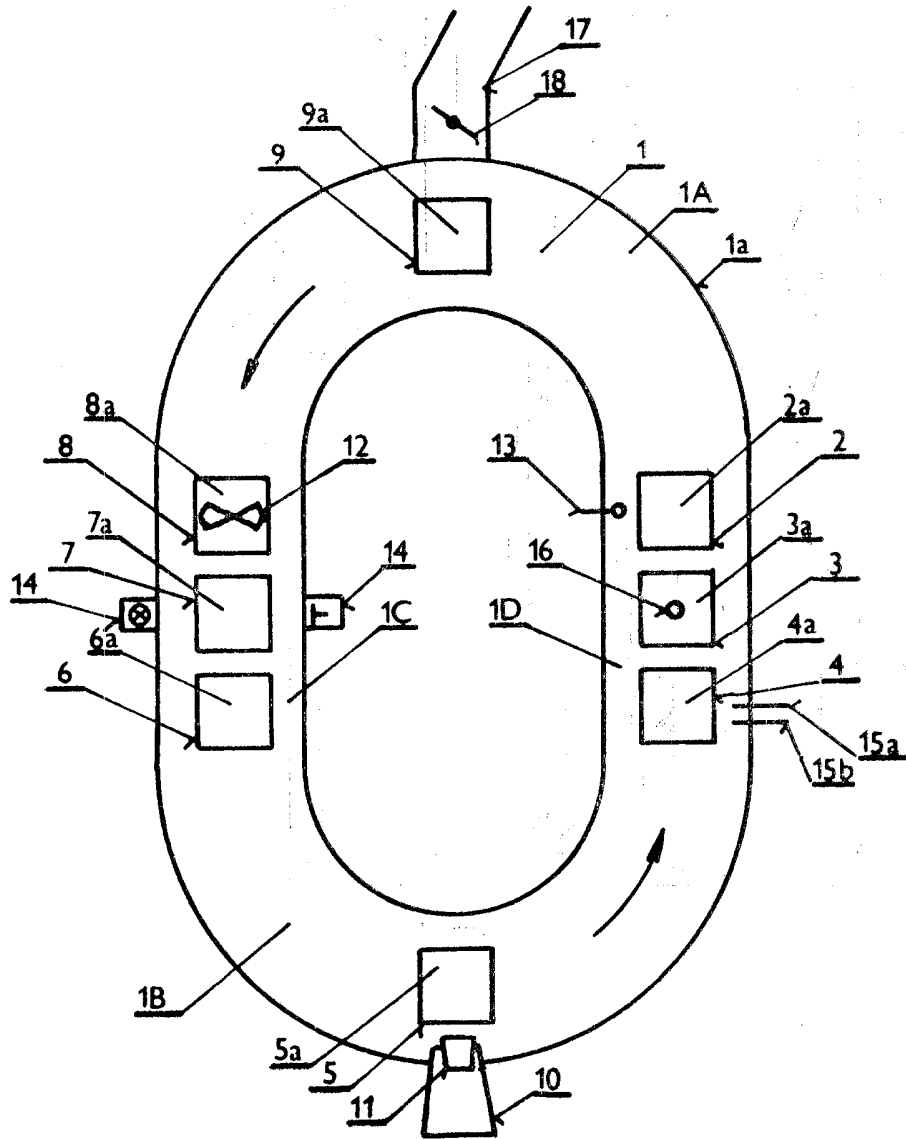
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení pro hodnocení zplodin tepelného rozkladu polymerních materiálů se spalovací komorou, s ventilátorem pro oběh spalin, s čidlem pro měření teploty a se soustavou měřicích přístrojů, vyznačující se tím, že sestává z pláště (1a) pravoúhlého průřezu, jehož vnitřní prostor vymezuje spalovací komoru (1) s nekonečnou dráhou, například oválnou, kterýžto plášť (1a) má horní obloukový úsek (1A) s vypouštěcím kanálem (17) a s uzavírací klapkou (18) a dolní obloukový úsek (1B) s kelímkovou píckou (10) a tyto obloukové úseky (1A, 1B) jsou spojeny dvěma rovnými úseky (1C, 1D) a na jednom z nich je na plášti (1a) upraven fotometr (14) a zároveň je plášť (1a) na zmíněných úsecích (1A, 1B, 1C, 1D) opatřen manipulačními, čistícími a pozorovacími otvory (2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9) s těsně uzavíratelnými dvířky

(2a, 3a, 4a, 5a, 6a, 7a, 8a, 9a) a přitom je na plášť (1a) spalovací komory (1) ještě zaústěna výstupní sonda (15a), propojená přes filtr (22) na čerpadlo (23), jehož výtlačná větev je připojena na vícecestný kohout (24) se samostatnými výstupy, na které je napojena kyslíková elektroda (25), přívod (26) dusíku a nejméně dva analyzátory (27, 28) zapojené v sérii, například pro stanovení kysličníku uhelnatého a uhličitého a výstup z posledního analyzátoru (28) je prostřednictvím vstupní sondy (15b) zaveden zpět do prostoru spalovací komory (1) a současně jsou kyslíková elektroda (25), analyzátory (27, 28) a fotometr (14) napojeny na měřicí ústřednu (29), která je připojena na tiskárnu (30), případně na vícekanálový registrační přístroj (31).

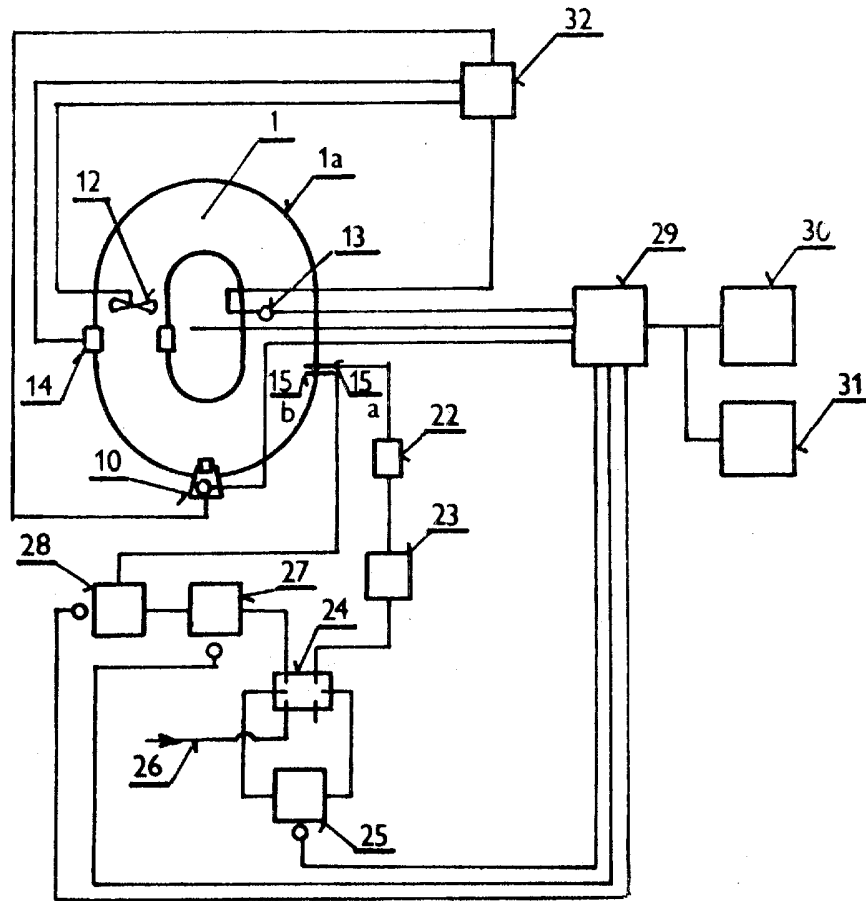
2 v ý k r e s y

225566



Obr. 1

225566



Obr. 2