

Návody pro cvičení z předmětu Nauka o materiálu – Stanovení PTCH

STANOVENÍ ŠÍŘENÍ PLAMENE PO POVRCHU DESKOVÝCH A PLOŠNÝCH MATERIÁLŮ
METODOU DVOUSTOPOVÉHO TUNELU

ZKOUŠENÍ HOŘLAVOSTI PLOŠNÝCH TEXTILIÍ PODLE ČSN 80 0824

STANOVENÍ HOŘLAVOSTI METODOU KYSLÍKOVÉHO ČÍSLA PODLE ČSN 64 0756

STANOVENÍ VZNĚTLIVOSTI MATERIÁLŮ PODLE ČSN 64 0149

STANOVENÍ SPALNÉHO TEPLA A VÝPOČET VÝHŘEVNOSTI MATERIÁLŮ PODLE ČSN 44 1352

STANOVENÍ ZPALITELNOSTI MATERIÁLŮ PODLE ČSN EN ISO 11925-2

TERMICKÁ ANALÝZA MATERIÁLŮ

STANOVENÍ ŠÍŘENÍ PLAMENE PO POVRCHU DESKOVÝCH A PLOŠNÝCH MATERIÁLŮ METODOU DVOUSTOPOVÉHO TUNELU

Podstata zkoušky

Zkouška se provádí ve dvoustopovém plamenném tunelu se sklonem 30 stupňů k vodorovné rovině. Vzorek je upevněn na rámu tak, aby jeho povrch, který se má posuzovat, tvořil strop tunelu. Po straně tunelu je umístěno pozorovací žáruvzdorné okénko kalibrované v palcích. Konstruktivní uspořádání tunelu umožňuje přirozený tah plynů. Jako zdroje zapálení se používá plamene Fischerova kahanu resp. Meckerova kahanu, umístěného na dolním konci tunelu. Kahan je na zemní plyn, průtok se seřizuje kohoutkem na přívodní hadici při kalibraci. Kalibrací se nastavuje délka plamene na nehořlavém povrchu (horní krycí deska s azbestocementem). Je doporučeno, aby délka plamene byla v rozmezí 6 - 8 palců, pro lepší srovnatelnost výsledků bude vhodné délku plamene seřídít na 7 palců.

Postup zkoušky

Plyn, proudící z kahanu, je zapalován zapalovačem zasunutým otvorem na spodním konci tunelu (při zapalování musí být nainstalován zkoušený vzorek materiálu a ten překryt víkem, nelze zapálit kahan a až poté vkládat vzorek).

Zkouší se dva materiály a z každého se připraví 3 vzorky o rozměrech 100 x 600 mm v původní tloušťce od každého ověřovaného materiálu.

Vzorek se změří, zváží a vloží do tunelu. Překryje se víkem, chráněným na spodní straně azbestocementovou deskou. Víko musí těsně uzavírat prostor tunelu, aby nedocházelo k úniku kouřových plynů mimo komínky. Kontrola konstantního průtoku plynů se provádí současně s kalibrací délky rozšíření plamene na azbestocementové desce (tzv. index rozšíření $I = 0$).

V průběhu zkoušky se po dobu 4 minut zaznamenává v patnáctisekundových intervalech postup čela plamene. Pak se přívod topného plynu uzavírá a sleduje se doba samovolného hoření nebo žhnutí, nejdéle však 1 minutu.

Dvoustopový tunel se před měřením kalibruje na index šíření plamene 0. Získaná hodnota L_s se pak odečítá u každého měření od maximální délky rozšíření plamene L_a .

Rozdíl $L_s - L_a$ vztážený na délku plamene nezasažené části azbestocementové desky ($21 - L_a$) vynásobený 100 udává index rozšíření plamene (délka, vyjádřená v palcích):

$$I = \frac{L_s - L_a}{21 - L_a} \cdot 100 \quad [\%]$$

Kromě indexu rozšíření plamene lze na základě naměřených hodnot vypočítat též rychlost šíření plamene:

$$v = \frac{L_s - L_a}{t} \quad [\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}]$$

L_s je maximální postup plamene po zkoušeném materiálu [mm]

L_a maximální postup plamene po azbestocementové desce [mm]

t doba, za kterou čelo plamene dosáhne vzdálenosti L_s [s]

Není-li $I = 100 \%$, udává se rychlost šíření plamene jen jako orientační údaj.

Zápis výsledků

Popis vzorků zkoušených materiálů, rozměry, hmotnost, u směrově a stranově nehomogenních materiálů, popsat charakter nehomogenity, u vrstvených materiálů popsat jednotlivé vrstvy a jejich tloušťky. Tabelární záznam hodnot postupu čela plamene po patnáctisekundových intervalech, u 3 vzorků po líci a po rubu. Vypočtenou průměrnou hodnotu indexu rozšíření plamene a průměrnou rychlost šíření plamene po povrchu. Popis vzorků po zkoušce, uvést případné rozdíly v míře poškození vzorků. Celkové slovní zhodnocení zkoušky s výslednou průměrnou a nejnepříznivější hodnotou $I, (v)$.

ZKOUŠENÍ HOŘLAVOSTI PLOŠNÝCH TEXTILÍ PODLE ČSN 80 0824

Tato norma platí pro textilie, vyrobené z vláken přírodních, syntetických i jejich směsí s maximálním obsahem syntetických vláken 50 %. Neplatí pro podlahové textilie, které se zkoušejí podle ČSN 80 0848.

Základní pojmy, definice

Hořlavost - schopnost textilie hořet po zapálení za definovaných podmínek.

Žhnutí - bezplamenné hoření, doprovázené světelným a tepelným efektem.

Rychlost hoření - rychlost, vyjádřená délkou shořené nebo odhořelé části vzorku v milimetrech za sekundu.

Podstata zkoušky

Textilie se vystaví působení přímého plamene a posuzuje se:

- hoření a žhnutí při působení svislého plamene na vzorek textilie, upevněný pod úhlem 45° od svislice
- nebo při působení plamene pod úhlem 45° od svislice na vzorek, upevněný v poloze svislé.

Kritérium zkoušky je dáno délkou zuhelnatění v mm, určenou dotrhávací zkouškou.

Současně se sleduje, zda na zkoušeném vzorku probíhá žhnutí.

Při zkoušení hořlavosti na vzorku, upevněném pod úhlem 45° od svislice, je možno v případě zvláštního požadavku sledovat měnící se rychlost hoření.

Zkouška se provádí na přístroji PYROSTOP 2. Zkouší se dva materiály, z každého se připraví 3 vzorky velikosti 450 x 110 mm (podle normy se však zkouší 10 vzorků ve směru podélném a 10 ve směru příčném; u textilií odlišné struktury po líci a po rubu je zapotřebí připravit dvojnásobný počet vzorků). Vzorky se změří a zváží, u každého materiálu je nutno vypočítat plošnou hmotnost.

Po zapálení mikrohořáku a nejméně 60 sekundách jeho hoření se regulačním ventilem seřídí celková výška plamene na 40 mm - plechovou měrkou.

Postup zkoušky

1. Zapalování vzorku, upnutého v poloze pod úhlem 45 °

Vzorek se upne do držáku tak, aby jeho šíře pro expozici plamenem byla 75 mm, přičemž je třeba dbát na to, aby nedocházelo k deformování vzorku. Rámeček se vzorkem se upevní v přístroji v poloze 45° od svislice. Pomocí nití se rozeprnou spínače (pro sledování postupu plamene je nutno zkontrolovat, zda jsou kontakty spínačů skutečně rozepruty) a přístroj se uzavře. Uzavře se také klapka v komíně. Zapálený mikrohořák v poloze svislé (s plamenem seřízeným na 40 mm) se zasune pod dolní okraj vzorku tak, aby vzdálenost ústí hořáku od středu dolního okraje vzorku byla 20 mm, přičemž prodloužená přímka pravého okraje hořáku protíná střed dolního okraje vzorku. Přesná pozice hořáku se nastavuje (kontroluje) pomocí dorazu bez zapáleného plamene. Zapaluje se po dobu 3 s a po uplynutí této doby se

sleduje, zda vzorek hoří. V případě, že textilie nehoří, pokračuje se po uplynutí nejméně 5 s v zapalování po dobu 15 s. Když ani tehdy nehoří, pokračuje zkouška s novým vzorkem materiálu ve svislém uspořádání.

2. Zapalování vzorku, upnutého v poloze svislé

Vzorek se upne do rámečku. Rámeček se vzorkem se upevní v přístroji v poloze svislé. Zapálený mikrohořák, upevněný v poloze 45° (s plamenem seřízeným na délku 40 mm ve svislé poloze) se zasune pod vzorek tak, aby vzdálenost spodního okraje hořáku od okraje vzorku byla 20 mm a prodloužená přímka spodního okraje hořáku protínala střed dolního okraje vzorku. Pozice hořáku se opět nastavuje pomocí přestavitelného dorazu. Zapaluje se po dobu 3 s, resp. po uplynutí 5 s, celkově 15 s.

Dotrhávací zkouška je podkladem pro zjištění délky zuhelnatění. Vzorek po zkoušce se nastříhne v polovině šíře do délky jedné třetiny zuhelnatělé plochy (pokud se zuhelnatělá část vytvořila) a do nepoškozené tkaniny se v rozích (asi 5 mm od okraje) vpíchne háček se závažím o hmotnosti podle tabulky 1. Druhý roh se upne např. do laboratorního stojanu. Působením závaží - při statickém namáhání - se více tepelně poškozené nitě vzorku přetrhnou, méně poškozené tíhu závaží unesou. Délka zuhelnatění se pak přesně změří. V případě nepružné textilie vykazující plastické délkové deformace, je nutno vzorek upravit na původní rozměr.

Tabulka 1 Hmotnosti závaží v závislosti na plošné hmotnosti zkoušené textilie

Plošná hmotnost textilie v g.m ⁻²	až 200	201 až 500	501 až 750	nad 750
Hmotnost závaží v g	100	250	350	450

Při zkoušení se též sleduje, zda na zkoušené textilií probíhá žhnutí. Žhnutí může nastat u textilií, které po ukončeném zapalování nehoří, nebo po zhasnutí plamene u vzorků, které po ukončeném zapalování hoří. Žhnutí je často pozorováno u materiálů obsahujících celulósová vlákna - bavlna, len, konopí, juta.

Výsledky zkoušky a její zápis

Hodnotí se hořlavost zkoušené textilie, která je dána délkou zuhelnatění v milimetrech a posoudí se, zda zkoušená textilie žhne nebo nežhne.

Pokud na textilií probíhá žhnutí, které ovlivní velikost zuhelnatělé plochy, bere se při hodnocení hořlavosti v úvahu celková zuhelnatělá část pracovního vzorku.

Výsledné hodnoty délky zuhelnatění jsou dány aritmetickými průměry, vypočítanými zvlášť pro směr podélný a příčný a u textilií odlišné struktury po líci a po rubu zvlášť pro líc a pro rub. Pokud je ve výsledcích obou směrů (líce, rubu) rozdíl, bere se v úvahu pouze směr (strana) vykazující horší výsledky.

Výsledky jednotlivých zkoušek hořlavosti se mohou lišit maximálně o 40 mm délky zuhelnatění. Pokud je rozdíl ve výsledcích větší, je zapotřebí zkoušky opakovat. Získají-li se i po opakovaných zkouškách výsledky, lišící se vzájemně více než o 40 mm, jde o nerovnoměrnou úpravu. V zápise o zkoušce se v takovém případě uvede nejhorší zjištěná hodnota (místo hodnoty průměrné) a v závorce nejvyšší zjištěný rozdíl.

Při zkoušení hořlavosti se posuzuje i zvláštní chování vzorku textilie, jako např. nerovno-

měrné hoření nebo žhnutí, zda se vzorek taví, vývoj dýmu apod. Vzorek při hoření je nutno sledovat i ze spodní strany a zjistit, jsou-li způsob a rychlost hoření stejné z obou stran. Dále se posuzuje forma zuhelnatělého zbytku.

Současně se hodnotí průměrná rychlost hoření při zkoušce se vzorkem, upnutým v poloze 45° od svislice, vyjádřená v $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ podle vzorce:

$$v = \frac{l}{t_1} \quad [\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}]$$

v rychlost hoření $[\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}]$

l délka vzorku mezi první a poslední nití $[\text{mm}]$

t čas potřebný pro rozšíření plamene v měřeném úseku $[\text{s}]$

Tabulka s naměřenými hodnotami délky zuhelnatění a doby hoření pro každé stanovení (ve směru svislém, pod úhlem 45°, rub i líc), průměrné hodnoty délky zuhelnatění a rychlosti šíření plamene u každé série měření, uvést hodnotu největšího rozdílu u každé série, u každého materiálu uvést dobu zapálení, plošnou hmotnost a použité závaží pro dotrhávací zkoušku (pokud byla prováděna), průvodní jevy při hoření, zda probíhalo žhnutí. Slovně formulované výsledky s uvedením nejméně příznivé a průměrné délky zuhelnatění a rychlosti hoření v poloze 45°.

STANOVENÍ HOŘLAVOSTI METODOU KYSLÍKOVÉHO ČÍSLA PODLE ČSN 64 0756

Zkouška je určena pro plasty (i ve formě lehčené) fólie a desky o maximální tloušťce 10,5 mm.

Kyslíkové číslo (OI) je nejnižší koncentrace O₂ ve směsi s N₂, při které zapalovaný materiál hoří po zapálení méně než 180 s a při minimálním zvýšení koncentrace O₂ hoří déle než 180 s. V případě, že není možno použít časové kritérium, používá se kritérium délky odhoření vzorku 100 mm (např. u plošných vzorků).

Při měření v rámci laboratorních prací postupujte podle tzv. zjednodušeného postupu stanovení OI.

Zkušební tělesa

Typ zkušebního tělesa	Rozměry [mm]			Použití
	délka	šířka	tloušťka	
1	od 80 do 150	10,0 ± 0,5	4,00 ± 0,25	Pro materiály tvarově stálé
2	od 80 do 150	10,0 ± 0,5	10,0 ± 0,5	Pro lehčené materiály
3	od 80 do 150	10,0 ± 0,5	do 10,5	Pro desky a fólie
4	od 70 do 150	6,5 ± 0,5	3,00 ± 0,25	Pro materiály tvarově stálé a desky z materiálů pro použití v elektrotechnice
5	140 ± 0,5	52,0 ± 0,5	do 10,5	Pro ohebné desky, fólie a textilní materiály

Na zkušebních tělesech typu 1 až 4 se nanášejí značky ve vzdálenosti 50 mm od horního okraje. U zkušebních těles typu 5 se značky nanasou na držák zkušebního tělesa, nebo lépe na zkušební těleso ve vzdálenosti 20 a 100 mm od horního okraje.

Postup zkoušky

Rychlost proudění směsi plynů v pracovním válci je cca 40 mm.s⁻¹. Tomu odpovídá objemový průtok 18 l.min⁻¹. Je však zjištěno, že výsledky nejsou ovlivněny ani při nižším průtoku směsi plynů, proto svá měření provádějte při průtoku v rozmezí 10 - 15 l.min⁻¹.

1. Způsob zapalování A (pro zkušební tělesa typu 1 až 4)

Plamen hořáku se přiloží k hornímu povrchu tělesa a pomalu se přesunuje tak, aby pokryl celou horní plošku zkušebního vzorku. Působí na ni maximálně 30 s. Musí být zapálena celá horní plocha vzorku! Pokud se vzorek nezapálí do 30 sekund, je nutno zvýšit koncentraci kyslíku a s novým vzorkem měření opakovat.

2. Způsob zapalování B (pro zkušební tělesa typu 5)

Plamen hořáku musí pokrýt horní i svislé povrchy tělesa do hloubky cca 6 mm. Zapaluje se

obdobně jako u způsobu A, tedy maximálně 30 sekund nebo až hoření dojde k horní značce.

Po zapálení se zaznamená čas zapálení a měří se doba hoření. Současně se pozoruje šíření hoření.

Jestliže zkušební těleso přestane hořet do 1 s, a nedojde k opětovnému zapálení, zaznamená se doba hoření a největší délka spálené části zkušebního tělesa. Zjištěné údaje se srovnávají s hodnotami, které jsou uvedeny v tabulce.

Kritéria stanovení kyslíkového čísla

Typ zkušebního tělesa	Způsob zapalování	Doba hoření po zapálení [s]	Délka shořelé části zkušební vzorku [mm]
1	A	180	50
2	A	180	50
3	A	180	50
4	A	180	50
5	B	180	100 (80 pod horní značku)

V případě, že **je splněno alespoň jedno z kritérií, zapíše se „X”** pro dané zkušební těleso.

Když **není splněno ani jedno z kritérií, zapíše se „0”** pro dané zkušební těleso.

Kritérium pro délku spálené části je splněno v tom případě, když zóna hoření převyšuje hodnotu, uvedenou v tabulce. Postup plamene je nutno sledovat ze všech stran.

Některé materiály hoří bez plamene (žhnou); v těchto případech se v zápisu o zkoušce uvede typ hoření.

Podle průběhu zkoušky se zaznamenávají procesy, doprovázející hoření, např. odkapávání, padání spálených částic, uhelnatění, nerovnoměrné hoření, žhnutí, barva plamene, praskání apod.

Při zkoušení dalšího zkušebního tělesa se koncentrace kyslíku volí takto:

koncentrace kyslíku se sníží, je-li pro předcházející zkušební těleso zapsáno „X”,

koncentrace kyslíku se zvýší, je-li zapsáno „0”.

U dalších zkoušek se koncentrace kyslíku plynule mění do dosažení páru koncentrací, vzájemně se lišících nejvíce o 1 % a z něhož pouze pro jednu koncentraci bylo zapsáno „X”. Z tohoto páru se použije veličina, pro kterou je zapsána „0”.

Poznámky:

Tohoto páru koncentrací není nutné dosáhnout u dvou za sebou jdoucích stanovení.

Koncentrace kyslíku, pro kterou bylo zapsáno „X”, musí být vyšší než koncentrace, pro kterou je zapsána „0”.

Stanovení změn koncentrací kyslíku

Zkouší se jedno zkušební těleso při takto stanovené veličině koncentrace kyslíku a zapíše se odpověď. Potom se mění koncentrace kyslíku po $d = 0,2 \%$ u řady zkušebních těles se zopakováním postupů zkoušky, zaznamenávají se odpovědi na příslušné koncentrace tak dlouho, až se dosáhne první odpověď protilehlé odpovědi dosazené v předchozím stanovení.

Pak se ještě zkouší čtyři zkušební tělesa, při tom se udržuje $d = 0,2 \%$ a zapisují se koncentrace kyslíku posledního zkušebního tělesa (C_k) a vypočte se hodnota kyslíkového čísla.

Rovnice pro výpočet: $OI = c_F + k \cdot d$, kde d je změna koncentrace O_2 a k je koeficient odečtený z tabulky, která je uvedena v normě. Hodnoty k v tabulce jsou vypočteny Dixonovou metodou.

Zjednodušený postup stanovení OI

Tento postup se používá jako informativní.

Rychlost proudění směsi plynů v pracovním válci je cca $40 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. Tomu odpovídá objemový průtok $18 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$. Je však zjištěno, že výsledky nejsou ovlivněny ani při nižším průtoku směsi plynů, proto svá měření provádějte při průtoku v rozmezí $10 - 15 \text{ l} \cdot \text{min}^{-1}$.

1. Způsob zapalování A (pro zkušební tělesa typu 1 až 4)

Plamen hořáku se přiloží k hornímu povrchu tělesa a pomalu se přesunuje tak, aby pokryl celou horní plošku zkušebního vzorku. Působí na ni maximálně 30 s. Musí být zapálena celá horní plocha vzorku! Pokud se vzorek nezapálí do 30 sekund, je nutno zvýšit koncentraci kyslíku a s novým vzorkem měření opakovat.

2. Způsob zapalování B (pro zkušební tělesa typu 5)

Plamen hořáku musí pokrýt horní i svislé povrchy tělesa do hloubky cca 6 mm. Zapaluje se obdobně jako u způsobu A, tedy maximálně 30 sekund nebo až hoření dojde k horní značce.

Po zapálení se zaznamená čas zapálení a měří se doba hoření. Současně se pozoruje šíření hoření.

Jestliže zkušební těleso přestane hořet do 1 s, a nedojde k opětovnému zapálení, zaznamená se doba hoření a největší délka spálené části zkušebního tělesa.

V případě, že je splněno alespoň jedno z kritérií, zapíše se „X” pro dané zkušební těleso.

Když není splněno ani jedno z kritérií, zapíše se “0” pro dané zkušební těleso.

Není-li ani jedno z kritérií splněno, koncentrace kyslíku se v následující zkoušce zvýší.

Opakuje se postup již uvedený s patřičnou změnou koncentrace kyslíku k dosažení jednoho páru koncentrací, které se mezi sebou liší nejvýše o 0,1 až 0,2 obj. %. Nižší hodnota z tohoto páru udává koncentraci kyslíku, při které zkušební těleso hoří kratší dobu než 180 s a i délka

spálené části je menší než určuje tabulka. Vyšší hodnota udává koncentraci, při které zkušební těleso hoří déle než 180 s nebo délka jeho spálené části je větší než udává tabulka.

Kyslíkové číslo v obj. %, stanovené tímto postupem, je nižší hodnota z tohoto páru koncentrací.

Kyslíkové číslo se vyjadřuje na jedno desetinné místo se zaokrouhlením mezilehlých hodnot vždy směrem dolů.

Výsledky zkoušky a její zápis

Tabulkově zpracované všechny ověřované koncentrace kyslíku v obj. %, dobu zapalování při jednotlivých krocích měření, dobu hoření (přesně až do hodnoty 180 s, je-li hoření delší, pak se uvádí "déle než 180 s"), hodnotu stanoveného OI, průvodní jevy provázející hoření (tavení, odkapávání/stékání, barva a výška plamene, barva a hustota kouře). Slovně formulovaný výsledek s výslednou hodnotou OI.

STANOVENÍ ZAPALITELNOSTI MATERIÁLŮ PODLE ČSN 64 0149

Tato zkouška platí pro stanovení zapalitelnosti tuhých materiálů v různých formách.

Zapalitelnost je schopnost materiálů zapálit se při zahřívání za zvýšených teplot. Vyjadřuje se teplotou vzplanutí a vznícení.

Teplota vzplanutí (FIT) je nejnižší teplota vzduchu, proudícího kolem vzorku, při které dojde působením vnějšího zápalného zdroje k zapálení směsi plyných produktů rozkladu.

Teplota vznícení (SIT) je nejnižší teplota vzduchu, proudícího kolem vzorku, při které dojde k samovolnému zapálení vzorku nebo produktů jeho rozkladu bez přítomnosti vnějšího zápalného zdroje.

Zkušebním zařízením je elektrická odporová pec podle Setchkina.

Podstata zkoušky

Vzorek materiálu je zahříván proudem vzduchu konstantní teploty a konstantní rychlosti proudění, sleduje se, zda během 15 min nedojde ke vzplanutí či vznícení materiálu. Vznik plamene se zjistí vizuálně a také sledováním průběhu teploty vzduchu během měření (pomocí připojeného termoelektrického článku na vstup líniového zapisovače).

Zkouší se při konstantní rychlosti proudění vzduchu vnitřním válcem pece $25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.

Zvolí se teplota blízká předpokládané hodnotě teploty vzplanutí nebo vznícení zkoušeného materiálu. Pokud teplota není známa, pak je nejlepší začít měřit při nastavené teplotě.

Do pece se vpustí vzduch o objemovém průtoku odpovídajícím konstantní rychlosti proudění vzduchu pecí $25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. Hodnotu objemového průtoku vzduchu, měřeného za normální teploty, nutno korigovat vzhledem ke zvolené teplotě vzduchu v peci podle v grafu vynesené závislosti (ve složce s převodní tabulkou pro termočlánek).

Teplota se nastavuje a udržuje na konstantní hodnotě pomocí teplotního regulátoru. Pec má poměrně velkou tepelnou setrvačnost, proto je nutno při změně teploty čekat cca 30 minut na její ustálení.

Postup zkoušky

Pro stanovení teploty vzplanutí se zapálí pomocný zápalný zdroj - plamínek hořáčku nad otvorem ve víku pece.

Do čisté vyhřáté misky umístěné v peci se vloží zkoušený materiál. Držák se spustí do pece a současně se začne měřit čas. Vložení vzorku do pece je nutno učinit v čase co nejkratším, aby nedošlo ke zbytečnému poklesu teploty vzduchu v peci.

Okamžik vzplanutí nebo vznícení vzorku se zjistí vizuálně a zároveň dojde k rychlému růstu teploty na záznamu zapisovače.

Jestliže do 15 min od začátku zkoušky dojde ke vzplanutí či vznícení, opakuje se stanovení vždy s novým vzorkem při postupně se snižujících teplotách vzduchu v peci o $10 \text{ }^\circ\text{C}$ až do teploty, při které ke vzplanutí či vznícení do 15 min nedojde.

Nejnižší teplota, při které ještě dochází ke vzplanutí či vznícení vzorku, je výslednou teplotou vzplanutí či vznícení. Tato teplota se zaokrouhluje na nejbližších 10 °C, lépe 5 °C.

Výsledky zkoušky a její zápis

Název a popis materiálu, hodnota navážky, hodnoty všech teplot, jim odpovídající hodnoty termoelektrického potenciálu v mV, při nichž byla prováděna měření, čas do vzplanutí (vznícení), konečná teplota FIT a/nebo SIT, průvodní jevy (kouř, vyšlehnutí plamene, akustické projevy atd.), současně také popis zbytku v kelímku (je-li nějaký rozdíl pak zvlášť v případech, kdy došlo a nedošlo k zapálení vzorku).

Slovně formulovaný závěr se zaokrouhlenými hodnotami FIT, resp. SIT.

STANOVENÍ SPALNÉHO TEPLA A VÝPOČET VÝHŘEVNOSTI MATERIÁLŮ PODLE ČSN 44 1352, ČSN EN ISO 1716

Spalné teplo - množství tepla, uvolněné úplným spálením paliva v kalorimetrické tlakové nádobě v prostředí stlačeného kyslíku při teplotě 20 - 24 °C (nižší než teplota okolí), vztažené na jednotku jeho hmotnosti. Zbylými produkty jsou nejčastěji plynný kyslík, oxid uhličitý a kapalná voda, případně také popel, kyselina siřičitá nebo dusičná.

Výhřevnost - spalné teplo, zmenšené o výparné teplo vody, vzniklé z paliva během hoření.

Zkouška se provádí na poloautomatickém kalorimetru IKA C 200 ve dvou různých režimech práce.

Postup zkoušky

Analytický vzorek se pečlivě promíchá a odváží se z něj navážka o hmotnosti 0,8 až 1,5 g s přesností 0,0002 g. Doporučená hmotnost navážky bude ve cvičení sdělena.

Hmotnost navážky má být taková, aby se teplota vody v kalorimetrické nádobě zvýšila o 2 – 3 °C. Připravená navážka se vloží do spalovací misky. Na zapalovací drátek (pevná součást kalorimetrické tlakové nádoby) se připevní zapalovací bavlněná nitka.

Pokud se materiál dokonale nespálí, je třeba jej briketovat. K lisování stačí takový tlak, který zaručí soudržnost brikety. Má-li měřený materiál spalné teplo hodně nízké, vzorek pro zkoušku se připraví smícháním materiálu s kyselinou benzoovou. Poměr jednotlivých látek je volen s ohledem na předpokládané spalné teplo zkoušeného materiálu.

Kalorimetrická tlaková nádoba se uzavře šroubovací maticí a naplní kyslíkem na přetlak 2,5 až 3,5 MPa – na plnicí stanici je potřebný tlak již nastaven. Poté se na víko nádoby nasune zapalovací adaptér a nádoba se vloží do kalorimetru do definované pozice,

Teplota vody v plášti kalorimetru by se neměla lišit od teploty vzduchu v laboratoři o více než $\pm 0,5$ °C – není ovšem nutno kontrolovat.

Do zásobníku kalorimetru se před měřením nalije asi 2 litry vody. Teplota vody v kalorimetrické nádobě má být o 0,5 až 1,5°C nižší než teplota vody v plášti. Chladí se kostkami ledu přidanými do zásobníku s vodou. Přesné množství vody do kalorimetrické nádoby na začátku měření si kalorimetr nadávkuje automaticky.

Po sestavení kalorimetru a jeho naplnění vodou se přístroj uzavře víkem. Víko pouze pootočit k sobě, dolů se spustí samo – netlačit na něj.

Při práci v manuálním režimu není nutno do přístroje zadávat žádné hodnoty. K ovládní přístroje postačí pouze tlačítko označené F1. Po zapnutí napájení přístroje a po zmáčknutí T1 se přístroj zapne. Na dotaz „Storage filled?“ odpovíme opět tlačítkem F1 „Continue“ - pokračování měření. Je-li zavřeno víko, kalorimetr přejde do režimu měření a začne se přečerpávat voda do kalorimetrické nádoby – po tu dobu je na displeji text „Filling“. V pravém horním rohu displeje se zobrazí aktuální teplota vody, která je během měření v krátkých intervalech aktualizována.

Po naplnění kalorimetrické nádoby vodou se na displeji zobrazí počáteční teplota ve °C a ve

stavovém řádku zpráva „Equalizing 0.00 min“. Údaj o teplotě vody se během měření aktualizuje v intervalu 1 minuty. Další teploty jsou však již vyjádřeny v Kelvínách, jako rozdíly k teplotě počáteční. Je nutno si teploty poznamenávat! Zpočátku jsou rozdíly teploty velké, každou minutou se však zmenšují, po asi 5 minutách je minutová změna teploty jen asi $0,003 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$, což je možno považovat za ustálený stav.

Od tohoto okamžiku (čas t_0 počátečního úseku měření) jsou po minutách odečítané teploty nutné pro výpočet spalného tepla. Po zapsání čtvrté teploty počátečního úseku se tlačítkem F1 potvrdí požadavek na zapálení („Ignition“). K zapálení materiálu však nedojde při stisku tlačítka ale až na konci další minuty, tedy na konci počátečního úseku měření. Na displeji se zobrazí zpráva „Ignition in Progress“ Po zapálení začíná hlavní úsek měření, v němž pokračujeme v zapisování teplot. Teplota zpočátku rychle stoupá, posléze se její změny zmenšují, po 7 až 8 minutách je dosaženo maximální teploty (konec hlavního úseku). V dalších 5 minutách (konečný úsek měření) dochází k pomalému snižování teploty. Po odečtení 5. teploty v poklesu je měření hotové.

Na konci měření se zvedne víko kalorimetru a pootočením se odsune doprava. Zvednutím víka se začne vypouštět voda z kalorimetrické nádoby. U jednoho kalorimetru pozor! - musí být přistavena sběrná nádoba. Po vypuštění vody se vyjme kalorimetrická tlaková nádoba a pomocí příslušného adaptéru se uvolní přetlak.

Po odšroubování matice a rozebrání tlakové nádoby provedeme vizuální kontrolu vnitřku (při tom si všímáme, zda zkoušený materiál opravdu dokonale shořel – nesmí zůstat žádné černé zbytky). Pak se pod tekoucí vodou opláchnou všechny části kalorimetrické tlakové nádoby. Ze dna kalorimetrické nádoby se sejme sítko z vypouštěcí armatury, vyjme se spodní držák a magnetické míchadlo. Vnitřek se vysuší hadrem neuvolňujícím vlákna.

Spalné teplo Q_s [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$] se vypočítá podle vzorce:

$$Q_s = \frac{C(D_t - K) - c}{m}$$

kde C je tepelná kapacita kalorimetrického systému [$\text{J}\cdot^\circ\text{C}^{-1}$]

D_t celkový vzestup teploty v hlavním úseku [$^\circ\text{C}$]

K oprava na výměnu tepla s okolní atmosférou [$^\circ\text{C}$]

c součet oprav [J]

$c = c_1 + c_2 + c_3 + c_4$ c_2, c_3 a c_4 zanedbáme

c_1 oprava na teplo, uvolněné spálením nitky 50 J

m hmotnost navážky analytického vzorku paliva [g]

Oprava na výměnu tepla kalorimetrického systému s okolím K se vypočítá podle vzorce:

$$K = 0,5 (d_H + d_K) + (n - 1) d_K$$

kde d_H je průměrná změna teploty za minutu v počátečním úseku [$^\circ\text{C}$]

d_K průměrná změna teploty za minutu v konečném úseku [$^\circ\text{C}$]

n počet minut v hlavním úseku

Je-li známo elementární složení zkoušeného materiálu je možné hodnotu spalného tepla přepočítat na výhřevnost.

Výhřevnost Q_v [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$] se vypočítá podle vzorce:

$$Q_v = Q_s - 24,42 \cdot (W + 8,94 H_h)$$

kde 24,42 je koeficient odpovídající 1 % vody ve vzorku při teplotě 25°C [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$]

W obsah vody v analytickém vzorku [%]

8,94 koeficient pro přepočet vodíku na vodu

H_h obsah vodíku v analytickém vzorku [%]

Jednotlivé výsledky se vypočítávají na tři desetinná místa a konečný výsledek se zaokrouhluje na dvě desetinná místa.

Výsledky zkoušky a její zápis

Název a popis měřeného materiálu, jeho navážku, způsob zapalování a kalorimetrickou konstantu. Tabulku s naměřenými teplotami; hodnotu opravy na teplo zapalovací nitky, naměřené D_t . Výpočet spalného tepla Q_s . V protokolu musí být provedeny i všechny mezivýpočty, s tím, že je uveden obecný výpočetní vztah, dosazené hodnoty a vypočtená hodnota. Slovně formulovaný výsledek s hodnotou zjištěného Q_s . U chemicky definovaných materiálů proveďte také výpočet výhřevnosti.

Poznámka: Při tomto měření se titrace výplachu kalorimetrické tlakové nádoby pro zjištění obsahu vzniklé kyseliny sírové, resp. dusičné neprovádějí.

Stanovování tepelné kapacity kalorimetru

Podstata stanovení spočívá ve spálení termochemického normálu (běžně se používá kyselina benzoová) se známým spalným teplem v prostředí stlačeného kyslíku v kalorimetrické tlakové nádobě, která je umístěna v kalorimetru.

Tepelná kapacita kalorimetru se vypočítá z podílu tepla, uvolněného při spálení termochemického normálu a vzestupu teploty vody v kalorimetrické nádobě.

Pro stanovení tepelné kapacity kalorimetru se naváží termochemický normál – kyselina benzoová v množství kolem 1 g. Zapalování se provádí bavlněnou nitkou zalisovanou do vzorku. Tlaková nádoba se plní kyslíkem na přetlak 2,5 - 3 MPa.

Postup při stanovování kalorimetrické konstanty je stejný jako stanovování spalného tepla.

Tepelná kapacita kalorimetru (C) se uvádí v $\text{J}\cdot\text{°C}^{-1}$ a vypočítá se podle vzorce:

$$C = \frac{Q \cdot m_3 + c_1 + c_3}{D_t - K},$$

kde Q je spalné teplo kalorimetrického normálu [$\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$]

m_3 hmotnost navážky termochemického normálu [g]

c_1 oprava na teplo, uvolněné spálením zapalovací bavlněné nitky – 50 J

c_3 oprava na teplo, uvolněné při vzniku kyseliny dusičné [J], (zanedbáme)

K oprava na výměnu tepla kalorimetru s okolím [°C]

D_t celkový vzestup teploty v hlavním úseku [°C]

Kalorimetrická konstanta se stanovuje periodicky pro ověření správné funkce přístroje, a také po významnějších změnách na aparatuře.

STANOVENÍ ZPALITELNOSTI MATERIÁLŮ PODLE ČSN EN ISO 11925-2

Tato zkouška je určena ke stanovení zapalitelnosti stavebních výrobků. Vzorky zkoušených materiálů ve svislé poloze jsou vystaveny účinku malého plamene. Zapalitelnost stavebních výrobků podle tohoto testu je jednou z charakteristik pro určení třídy reakce na oheň (podle ČSN EN ISO 13501-1), a to pro stavební výrobky i pro podlahové krytiny.

Vzorky materiálů:

Zkouška se provádí se 6 vzorky o rozměrech 250 x 90 mm. Na vzorcích se označí tužkou příčná linka ve vzdálenosti 150 mm od místa zapalování. Také je nutno určit tloušťku materiálu a jeho objemovou, resp. plošnou hmotnost. *U tenkých materiálů se stanovuje jejich plošná hmotnost, a u materiálů tlustších objemová hmotnost.*

Vzorky materiálů mají být před zkouškou kondicionovány podle ČSN EN 13238.

Postup zkoušky

Postup zkoušky má různé varianty. Liší se jednak délkou zapalování (s tím souvisí i celková doba zkoušky) a také místem expozice zkoušeného materiálu.

Varianta provádění zkoušky bude před měřením oznámena.

Před započítáním vlastního měření je nutno zkontrolovat pozici hořáku. Hořák je posuvný, jeho poloha se ovládá táhlem. Správnou polohu hořáku je pak nutno zafixovat objímkou na táhlu hořáku. Při expozici na plochu (což je postup standardní) je vzdálenost spodního okraje ústí hořáku od povrchu vzorku 5 mm, osa hořáku protíná podélnou osu vzorku 40 mm od jeho spodní hrany. Při zapalování na spodním okraji vzorku je vzdálenost ústí hořáku od povrchu vzorku 16 mm. *Posuvné jsou i další části zařízení, je proto nutné jejich polohu zafixovat příslušnými šrouby.*

Plynový hořák se zapaluje ve vertikální poloze. Po vyrovnání tlaku plynu a stabilizaci plamene se nastaví jeho výška na 20 mm. Výška plamene se ověřuje před každou zkouškou.

Plamen se sklopí do pracovní polohy, tj. osa hořáku svírá s vodorovnou rovinou úhel 45° a v této poloze se zajistí aretačním šroubem. Vzorek zkoušeného materiálu se upne do kovového držáku. Spodní hrana vzorku je vždy posunutá o 30 mm od spodního okraje držáku. Upínání vzorků a jeho vyjímání se provádí mimo komoru.

Jestliže při zkoušce odpadává/odkapává hořící materiál, umístí se pod vzorek miska se dvěma kusy filtračního papíru.

Materiál se exponuje plamenem po dobu 15 nebo 30 s (podle typu materiálu a také předpokládané třídy reakce na oheň) – doba zapalování bude také určena. Doba zkoušky je závislá na době zapalování: při 15s expozici je doba zkoušky 20 s a při 30s zapalování trvá zkouška 60 s – čas se začíná měřit od okamžiku kontaktu plamene se vzorkem.

Sleduje se, zda se v průběhu zkoušky plamen rozšíří svisle vzhůru do vzdálenosti 150 mm od místa aplikace plamene. Při určování polohy plamene se uvažuje jeho špička. Sleduje se, zda odpadávající částice/kapky zapálí filtrační papír.

Po uplynutí času zapalování se hořáček odsune od vzorku. Plamen se nezhasíná.

Po každém měření se držák vzorku vyčistí a také nechá vychladnout. Zbytky vzorků je možno vyhodit do koše jen vychladlé. Na konci měření se zkušební zařízení vyčistí.

Výsledky zkoušky a její zápis

Popis chování vzorků při zkoušce – postup plamene po vzorku, barva plamene, kouř, dále případné tavení, vznik trhlin a žhnutí.

Výsledek zkoušky:

- Pro zařazení do třídy reakce na oheň E a E_{fl}, při 15s zapalování, nesmí plamen přesáhnout hranici 150 milimetrů.
- Pro třídy reakce na oheň D, C a B, při 30s zapalování nesmí plamen přesáhnout hranici 150 mm.
- Pro třídy reakce na oheň D_{fl}, C_{fl} a B_{fl}, při 15s zapalování, nesmí plamen přesáhnout hranici 150 milimetrů.

Poznámka: Dosáhne-li plamen za podmínek zkoušky hranice 150 mm, materiál se zařazuje o třídu níže, to znamená, že při 15s zapalování do třídy F nebo F_{fl}. Výsledkem nemůže být konstatování, že materiál nesplnil podmínky pro zařazení do žádné třídy reakce na oheň!

TERMICKÁ ANALÝZA MATERIÁLŮ

Metody termické analýzy, především diferenční termická analýza (DTA) a termogravimetrie (TG), se často používají pro hodnocení tepelné stability materiálů, pro studium mechanismů jejich rozkladu a pro zjišťování účinnosti úprav pro snížení hořlavosti.

Pomocí termické analýzy je také možno zjistit přibližné parametry související se zápalností materiálů. Například počátek reakce zplyňování vzorku je dokumentováno na křivkách TG nebo DTG. Začátek exotermické reakce lze zjistit z křivky DTA.

Průběh termogramů lze vyhodnotit kvalitativně (exo-efekt resp. endo-efekt) polohou maxima exotermu či endotermu nebo kvantitativně $H [J]$ integrací křivky ležící v exotermní či endotermní oblasti. Kvantitativní vyhodnocení DTA je však zatíženo chybou, protože se nepracuje v izotermických podmínkách.

Výsledky zkoušky a její zápis

Vykreslené termogramy materiálů s vyznačením jednotlivých fází rozkladu materiálů, vyznačené extrémy na křivkách DTG a DTA a jejich příslušné hodnoty. Slovní interpretaci změn hmotnosti a totéž i pro DTA doplněnou nulovou linií. Extrémy na křivkách DTG a DTA je vhodné sestavit do tabulky. Vyhodnocují se i lokální extrémy a další případné významné okamžiky analýzy.