



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **98931**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 25/20 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2014 13114**

(22) Дата подання заявки: **08.12.2014**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **12.05.2015**

(46) Публікація відомостей **12.05.2015, Бюл.№ 9**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Трегубов Дмитро Георгійович (UA),
Тарахно Олена Віталіївна (UA),
Жернокльов Костянтин Владиславович
(UA),
Оржиховський Денис Сергійович (UA)**

(73) Власник(и):

**НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ЦИВІЛЬНОГО ЗАХИСТУ УКРАЇНИ,
вул. Чернишевська, 94, м. Харків, 61023
(UA)**

(54) СПОСІБ ОЦІНКИ СХИЛЬНОСТІ ЗЕРНИСТИХ МАТЕРІАЛІВ ДО САМОНАГРІВАННЯ

(57) Реферат:

Спосіб оцінки схильності твердих речовин до самозаймання включає процес електроконтактного нагріву зернистої проби. Вимірюють кількість тепловиділення методом компенсації електричної потужності та реєструють температуру самонагрівання, та температуру займання в умовах досліджу.

UA 98931 U

Корисна модель належить до способів калориметричних вимірювань та визначення температури займання і може бути використана для оцінки схильності до самонагрівання твердих матеріалів.

При калориметрії теплових ефектів вимірюють різницю температур [1] або компенсовану кількість енергії [2] між досліджуваною та еталонною пробамі за умови зовнішнього нагріву. Недоліками цих способів аналізу є неможливість швидкої компенсації екзо- та ендотермічних ефектів у зразку та інерційність вимірювання температури, яке здійснюється через стінку чарунки; вимірюванню підлягають малі, подрібнені і стиснені наважки матеріалу, що змінює його властивості в порівнянні з вихідним станом зернистого або кускового матеріалу.

Температуру займання твердих речовин визначають у приладі під впливом газового пальника заданої потужності; фіксують температуру зразка заданого розміру, за якої спостерігається поява полум'яного горіння [3]. Однак за цим методом не вимірюються теплові ефекти процесу самонагрівання.

Температуру займання твердих вуглецевих речовин визначають у електропечі у металевому реакторі; температуру займання фіксують за фактом досягнення температурою зразка температури стінки в процесі нагріву з заданою швидкістю [4]. Однак за цим методом не вимірюють теплові ефекти процесу самонагріву, а температуру займання визначають без візуального контролю.

Вимірювання схильності речовин до теплового самозаймання за сучасною методикою проводять в чарунках різного об'єму при термостатуванні зразків за різних температур до моменту самозаймання, але не більше певного часу витримки [3]. За результатами серії послідовних дослідів визначають константи для залежності температури середовища та часу індукції до виникнення самозаймання від величини досліджуваних об'ємів. Але за цим методом не вимірюються теплові ефекти процесу самонагрівання.

Прототипом даної корисної моделі і найбільш близьким технічним рішенням до корисної моделі, що заявляється, є спосіб диференційної скануючої калориметрії, за яким досліджується зернистий матеріал в єдиному реакторі, що обертається, на кількість компенсованого електроживлення тепловиділенням проби відносно еталонного графіку в умовах електроконтактного нагріву струмопровідної еталонної частини проби та фіксуються температури, за яких спостерігається поява та інтенсифікація тепловиділення [5].

В основу корисної моделі поставлена задача спрощення оцінки схильності твердих речовин до самонагрівання, створення можливості випробування менш подрібнених матеріалів, що дозволяє в процесі аналізу враховувати особливості вихідного кускового матеріалу.

Поставлена задача вирішується тим, що в процесі електроконтактного нагріву зернистої проби вимірюють кількість тепловиділення методом компенсації електричної потужності та реєструють температуру самонагрівання та температуру займання в умовах дослідів.

Спосіб, що пропонується, реалізують наступним чином.

Реактор - термостійкий барабан об'ємом 500 см³ обертається зі швидкістю 8 об./хв. для рівномірності нагріву, контакту часток матеріалу з повітрям та наявності зон накопичення тепла, що є необхідним для самонагрівання. Електричну напругу подають на нерухомі графітові електроди реактора через трубчаті шинопроводи (один - для подачі повітря, другий - для розташування термопар).

Електронагрів здійснюють з постійною швидкістю за рахунок виділення тепла при пропусканні електричного струму через електропровідне еталонне низько реакційне зернисте завантаження барабана, що підвищує чутливість способу вимірювання та створює можливість швидкого нагріву з розподілом температур близьким до однорідного. Швидкість нагріву вибирають відповідно до необхідного параметру вимірювання від 2 до 15 °C·хв.⁻¹ (температура самонагрівання, час нагріву за постійної потужності електроживлення, загальне електроживлення на проведення дослідів). Максимальна температура дослідів обмежується температурою, за якою починається помітна реакція з киснем повітря еталонного матеріалу. Вибрана швидкість нагріву підтримується за рахунок автоматичного керування потужністю електроживлення електронним блоком керування. Проводяться дослідів за наявності контрольованої подачі повітря (дослід із надлишком повітря) і без подачі повітря (дослід із нестачею повітря). Реєструється кількість споживаної електроенергії. Теплові ефекти процесів, що виникають у наважці зразка, вимірюють за різницею споживання електроенергії відносно еталонного графіку.

Робочий об'єм барабана заповнюють сумішшю еталонного струмопровідного та вимірюваного матеріалів фракції 7-10 мм у співвідношенні 350 дм³:50 дм³ зі ступенем заповнення барабана 80 %. Неповне завантаження та обертання барабана необхідні для

поновлення перехідних контактів між рухомими електродами та для підтримання стаціонарного режиму нагріву.

Еталонним матеріалом (рухомим електродом) може бути будь-який струмопровідний матеріал визначеної фракції з подібними теплофізичними характеристиками, який в умовах дослідів в певному діапазоні температур не здатний до фізико-хімічних перетворень та хімічних реакцій, наприклад металургійний кокс з малою реакційною здатністю. При визначенні схильності твердих вуглеводнів до самозаймання металургійний кокс імітує наявність інертного у певному діапазоні температур твердого вуглецевого залишку, що утворюється при розкладанні таких речовин. Бажано, щоб еталонний матеріал мав близьку уявну густину до густини вимірюваних матеріалів для запобігання сегрегації. Для еталонного матеріалу визначається еталонна залежність підтримання обраного теплового режиму дослідів.

Аналіз отриманих термограм та визначення потрібних показників проводять наступним чином.

Інтегральна залежність дослідів показує зростання сумарного споживання електроенергії від температури проведення дослідів і дозволяє визначити температури самонагрівання та займання речовини в досліді, а також різницю між ними; дозволяє провести порівняльну оцінку реакційної здатності та схильності речовини до самонагрівання.

Визначають вихідні, кінцеві маси проби та масу проби, що прореагувала. Кінцеву масу досліджуваної речовини у змішаних дослідів визначають за адитивністю внесків.

Сумарним показником дослідів є кількість компенсованого електроживлення тепловиділенням у пробі за порівнянням з еталонною залежністю для проведення всього дослідів. Отримане значення компенсованої енергії перераховують на одиницю маси вихідної проби або на середню масу проби та на масу проби, яка прореагувала, для оцінки реакційної здатності матеріалу та схильності матеріалу до самонагрівання. Для змішаних проб визначають питому уявну витрату енергії на проведення дослідів з врахуванням адитивності внеску досліджуваного матеріалу у загальне тепловиділення проби, яку можна прийняти за робочу теплоту згорання.

За температуру самонагрівання приймають температуру, за якої зменшується електроживлення на підтримання дослідів відносно еталонної залежності. За температуру займання приймають температуру, за якої проба у реакційній камері протягом не менше 1 хв. підтримує або збільшує власну температуру без продовження електронагріву (тобто проба в умовах дослідів здатна самостійно горіти протягом не менше 1 хв.).

Можливе проведення дослідів в ізотермічних умовах. За температуру самонагрівання в такому досліді приймають найменшу температуру в серії дослідів, за якої зменшується споживання електроенергії на проведення дослідів. За температуру займання приймають найменшу температуру в серії дослідів, за якої припиняється споживання електроенергії на проведення дослідів. Реєструється кількість споживаної електроенергії.

Можливо проведення дослідів за постійної потужності електроживлення. В такому разі сумарним індикатором теплових ефектів та схильності речовин до самонагрівання буде час нагріву до заданої температури: чим менший час нагріву до певної температури, тим більша схильність матеріалу до самозаймання при контакті з киснем повітря.

За результатами аналізу більш схильною до самонагрівання вважають таку речовину, яка має меншу температуру самонагрівання та більше тепловиділення на одиницю маси вихідної проби або менший час нагріву до температури 600 °C в умовах постійної потужності нагріву.

Отримані в досліді показники дозволяють визначити схильність зернистих матеріалів до теплового самозаймання та самоспалахування. Теплове самозаймання виникає внаслідок тривалого зовнішнього нагріву твердої речовини, та поступовим накопиченням тепла окиснення речовини. Теплове самоспалахування виникає внаслідок зовнішнього нагріву твердої речовини, що не газифікується, до температури, за якої відбувається різке самоприскорення екзотермічної гетерогенної реакції з подальшим самостійним горінням.

Критерієм небезпеки теплового самозаймання зернистих матеріалів є мінімальна температура самонагрівання, яку приймають як 0,4 від температури самонагрівання в умовах дослідів.

Критерієм небезпеки теплового самоспалахування зернистих матеріалів, що не газифікуються, є температура самоспалахування, за яку приймають температуру займання в умовах дослідів.

Результат, який може бути одержаний при здійсненні корисної моделі, полягає в отриманні показників схильності речовин до самонагрівання під впливом зовнішніх теплових умов; визначенні схильності твердих речовин до самозаймання та самоспалахування, реакційної та

теплотворної здатності речовини в умовах дослідів; спрощенні аналізу, можливості проведення експрес-аналізу.

Джерела інформації:

1. Уэндландт У. Термические методы анализа, пер. с англ. / Уэндландт У. - М., 1978. - 230 с.
- 5 2. Patent 3263484 A United States, МПК⁷ G01N 25/20. Differential micro-calorimeter / O'Neill Michael J, Watson Emmett S; заявник та патентовласник Perkin-Elmer Соф - US 18549962 A; заявл. 04.04.1962; опубл. 21.08.1966.
3. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов, номенклатура показателей и методы их определения: ГОСТ 12.1.044-89. - [Дата введения 01.01.91]. - М.: ГКС СССР, 1989. - 146 с.
- 10 4. А.С. 690373 СССР, МКИ G01N 25/50. Устройство для определения температуры воспламенения твердых углеродистых материалов / Мельничук А.Ю., Зеленский В.П, Лемке Е.Р.; заяв. ВНИПКУИ, 05.05.77; опубл. 05.10.79, Бюл. № 37.
5. Пат. 82249 Україна, МПК⁷ G01K 17/04, G01N 25/20. Спосіб компенсаційного диференційно-термічного аналізу теплових ефектів / Трегубов Д.Г., Тарахно О.В., Жернокльов
- 15 01866; заяв. 15.02.2013; опубл. 25.07.2013. Бюл. № 14.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 20 1. Спосіб оцінки схильності твердих речовин до самозаймання, який включає процес електроконтактного нагріву зернистої проби, вимірюють кількість тепловиділення методом компенсації електричної потужності та реєструють температуру самонагрівання та температуру займання в умовах дослідів.
- 25 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що вимірює температуру самонагрівання твердої речовини не за фактом самовільного збільшення температури середовища, а за фактом зменшення споживання електроенергії пробою від еталонної залежності; вимірює температуру займання твердої речовини не за появою полум'я, а за фактом припинення споживання електроенергії пробою.
- 30 3. Спосіб за п. 1, за яким методика визначення умов самонагрівання, який **відрізняється** тим, що ці умови визначаються безпосередньо за кількістю тепловиділення та температурою самонагрівання в досліді; або за часом нагріву до заданої температури за постійної потужності електроживлення.

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601