



**VYSOKÁ ŠKOLA
CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ
V PRAZE**

ÚSTAV CHEMICKÉHO INŽENÝRSTVÍ
LABORATOŘ POLYMERACNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FUNKČNÍ VZOREK

***LABORATORNÍ ZAŘÍZENÍ PRO STANOVENÍ BODU ZÁKALU A
TUHNUTÍ POLYMERNÍCH ROZTOKŮ TERMO-OPTICKOU
METODOU***

Autoři: Ing. Andra Nistor
Ing. Adam Rygl
Bc. Patrik Bouřa
Bc. Mária Minichová
prof. Dr. Ing. Juraj Kosek

Číslo projektu: GAČR 14-18938S, specifický výzkum č. 20-SVV/2014-2017
a 21-SVV/2018

Číslo výsledku: PRE-2018-03

Odpovědný pracovník: Ing. Andra Nistor

Vedoucí laboratoře: prof. Dr. Ing. Juraj Kosek

Vedoucí ústavu: prof. Ing. Michal Příbyl, Ph.D.

Praha, SRPEN 2018

Jazyk výsledku: CZE

Hlavní obor: CI

Uplatněn: ANO

Poznámka:

Název výsledku česky:

Laboratorní zařízení pro stanovení bodu zákalu a tuhnutí polymerních roztoků thermo-optickou metodou

Název výsledku anglicky:

Laboratory device for cloud and freezing point determination of polymer solution via thermo-optical method

Abstrakt k výsledku česky:

Prezentovaný funkční vzorek je složen z kryostatu, chladicí lázně, magnetické míchačky, teplotního čidla, laseru, fotodetektoru a měřicího systému s DAQ kartou. Aparatura umožňuje na principu turbidimetrie určovat body zákalu a tuhnutí polymerních roztoků. Měření fázových diagramů polymerních roztoků na funkčním vzorku je přesné, finančně nenáročné a použitelné v teplotním rozmezí od přibližně -20 °C do 150 °C.

Abstrakt k výsledku anglicky:

The presented functional specimen consists of a cryostat, cooling bath, magnetic stirrer, temperature sensor, laser source, photodetector and a measurement system containing a DAQ card. The device works on principles of turbidimetry and enables to measure cloud and freezing points. Phase diagram measurements of polymer solutions conducted by this functional specimen is precise, inexpensive and usable in the temperature range from approximately -20 °C to 150 °C.

Klíčová slova česky:

Fázová separace; fázový diagram roztoků; bod zákalu; bod tuhnutí; thermo-optické měření; turbidimetrie

Klíčová slova anglicky:

Phase separation; phase diagram of solutions; cloud point; freezing point; thermo-optical measurement; turbidimetry

Vlastník výsledku: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze

IČ vlastníka výsledku: 60461373

Stát: Česká republika

Lokalizace: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze,
Ústav chemického inženýrství,
Laboratoř polymeračního inženýrství

Licence: ne

Licenční poplatek: ne

Ekonomické parametry: Laboratorní jednotka je využita ke stanovení bodů zákalu a tuhnutí pro roztoky polymerních systémů.

Technické parametry: Chladicí lázeň s teplotním čidlem a senzorem, kryostat, měřicí systém s DAQ kartou, laser, fotodetektor, magnetická míchačka.

Kategorie nákladů: Výše nákladů \leq 5 mil. Kč

Popis funkčního vzorku

Polymerní pěny jsou hojně využívaným materiálem díky jejich skvělým aplikačním vlastnostem vztaženým na jednotku hmotnosti. Současný výzkum je soustředěn na přípravu mikro- a nanocelulárních polymerních pěn pro specifické použití v závislosti na charakteru a velikosti pórů. Jeden z možných způsobů přípravy těchto pěn je pomocí tepelně indukované fázové separace, která umožňuje přípravu polymerních pěn s otevřenými nebo uzavřenými póry, či dokonce jejich kombinaci. Výsledný charakter pórů závisí na zvolené koncentraci polymerního roztoku pro přípravu pěny a lze jej odhadnout ze znalosti fázového diagramu systému, tj. z bodů zákalu a tuhnutí.

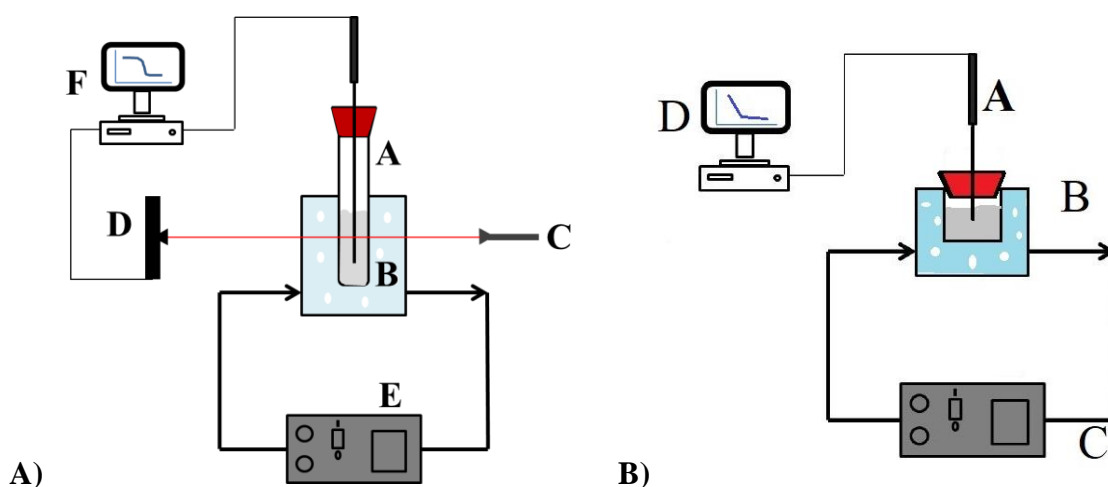
Tento funkční vzorek slouží k měření bodů zákalu a tuhnutí primárně polymerních roztoků. Aparatura funguje na principu turbidimetrie, přičemž má různé variace vzhledem ke specifickému měření. Hlavní části jsou: programovatelný kryostat, chladicí lázeň, magnetická míchačka, teplotní čidlo, laser, fotodetektor a měřicí systém s DAQ kartou.

Při měření bodů zákalu (**Obr. 1A**, **Obr. 2**) je kryostat připojen pomocí silikonových trubic k utěsněné baňce, v níž je zasunuta zkumavka s polymerním roztokem. Chladicí systém je naplněn chladícím médiem vhodným pro zvolený teplotní rozsah měření. Zkumavka dále obsahuje magnetické míchadlo pro homogenizaci polymerního roztoku a teplotní čidlo. Laserový paprsek ze zdroje o výkonu 10 mW prochází polymerním roztokem a dopadá na fotodetektor. Analogový signál z fotodetektoru a teplotního čidla je poté přes DAQ kartu převáděn na digitální a pomocí počítače s programem LabView je zaznamenáván. Všechny části aparatury kromě vyměnitelné zkumavky se vzorkem jsou pevně připevněny a kvůli eliminaci vlivu okolního světla na signál fotodetektoru je chladicí lázeň při měření přikryta temnou komorou. Při měření bodů zákalu je zahřátý homogenní polymerní roztok postupně zchlazován a teplota, při níž dojde k prudkému poklesu signálu na fotodetektoru, je poté z naměřených dat lineární interpolací vyhodnocena jako bod zákalu pro danou koncentraci roztoku.

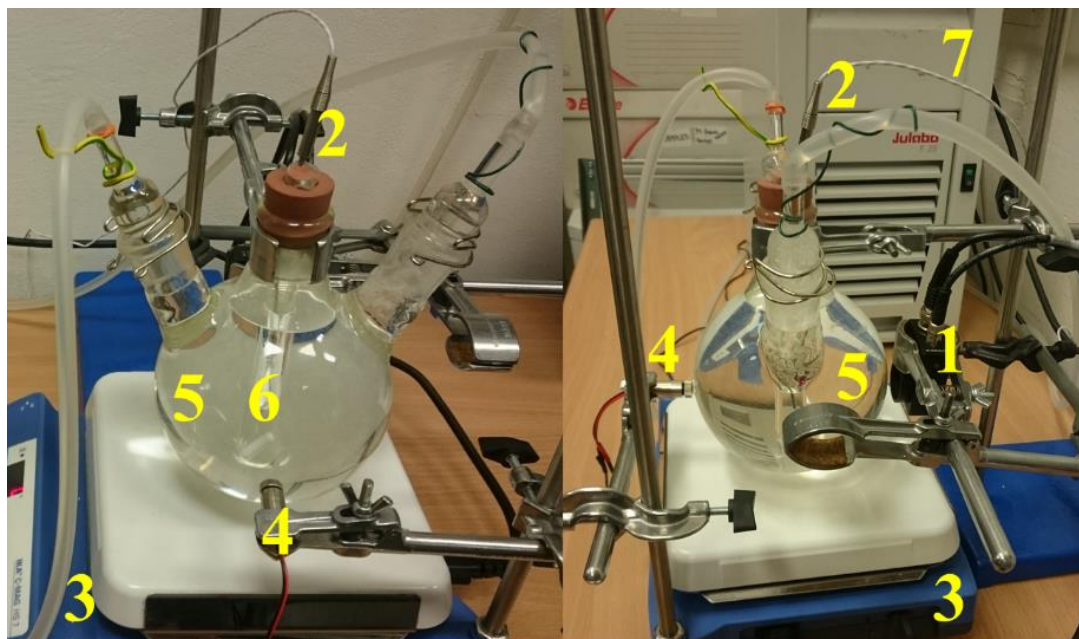
Při měření bodu tuhnutí (**Obr. 1**, **Obr. 3**) není využíván laser s fotodetektorem. Roztok je zakalený a laser jím neprochází, proto je bod tuhnutí určován pouze ze změny teploty roztoku v čase během ochlazování. Teplota chladícího roztoku je nastavena tak, aby se snižovala lineárně, přičemž v bodě tuhnutí (fázový přechod) se v polymerním roztoku začne uvolňovat entalpie tání a dochází k dočasnému zpomalení až zastavení snižování měřené teploty. Bod tuhnutí je poté vyhodnocen pomocí průsečíku lineární interpolace dat před a po zpomalení teploty v čase.

Standardní sestavení (**Obr. 1A** bez laserového zdroje a fotodetektoru) pro měření bodu tuhnutí může být nevyhovující pro polymerní roztoky, které tuhnou při teplotách nižších než 0 °C. Při teplotách pod 0 °C je kapalný roztok nelineárně ochlazován a body tuhnutí pak jsou nevyhodnotitelné. Nelineární ochlazování roztoku vzniká v důsledku ztrát tepla do okolí a příliš pomalým průtokem chladicího média. Nicméně po jednoduché úpravě aparatury (**Obr. 1B**, **Obr. 3**) lze stanovit body tuhnutí až do teplot přibližně -20 °C. Úprava je následující: 1) (skleněná) dvouplášťová nádoba (s průřezem větším než výškou; pozn. čím větší objem roztoku, tím větší uvolněná entalpie a lepší detekovatelnost) nahradí chladicí lázeň; 2) délka silikonových trubic se zkrátí za účelem zrychlení transportu chladicího média; 3) celý chladicí okruh se obalí izolací, aby se snížil přenos tepla z okolí a 4) mezi chladicí lázeň a vzduchový výstup kryostatu se vloží kryt k odklonění horkého vzduchu směrem od chladicí lázně.

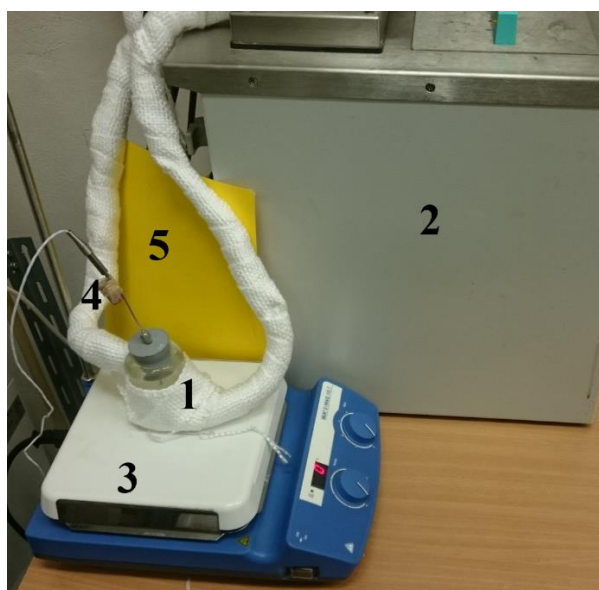
Funkční vzorek je vhodný pro přesné a finančně nenáročné stanovení fázových diagramů roztoků polymerů. Minimální teplota měření se pohybuje od -20 °C a shora je omezena parametry kryostatu, v tomto případě 150 °C.



Obr. 1: **A)** Schéma aparatury pro stanovení bodu zákalu a tuhnutí. Hlavní součásti jsou: **A** – zkumavka s polymerním roztokem a teplotním čidlem, **B** – chladicí lázeň, **C** – laser, **D** – fotodetektor, **E** – programovatelný kryostat, **F** – měřicí systém s DAQ kartou. **B)** Schéma upravené aparatury pro stanovení bodu tuhnutí pod 0 °C: **A** – teplotní čidlo, **B** – dvouplášťová skleněná nádoba s chladicím médiem ve stěnách a s roztokem ve vnitřní plášti, **C** – programovatelný kryostat, **D** – měřicí systém s DAQ kartou.



Obr. 2: Fotografie aparatury pro stanovení bodu zákalu a tuhnutí s detailem: 1) fotodetektor, 2) teplotní čidlo, 3) magnetická míchačka, 4) laser, 5) chladicí lázeň, 6) zkumavka s polymerním roztokem, 7) kryostat.



Obr. 3: Fotografie upravené aparatury na stanovení bodu tuhnutí při teplotách pod 0 °C: 1) dvouplášťová skleněná nádoba s chladicím médiem ve stěnách a s polymerním roztokem ve vnitřním plášti, 2) programovatelný kryostat, 3) magnetická míchačka, 4) teplotní čidlo, 5) kryt na odklonění proudu horkého vzduchu z kryostatu.