



## SLEDOVANIE ZÁVISLOSTI RÝCHLOSTI UVOĽŇOVANIA TEPLA A RÝCHLOSTI ÚBYTKU HMOTNOSTI MERANÝCH NA KÓNICKOM KALORIMETRI NA ZÁKLADE ANALÝZY PÔVODNÝCH PARAMETROV

Juraj Vácval<sup>1</sup>, Ján Havko<sup>2</sup>, Jana Müllerová<sup>3</sup>

### ABSTRAKT

Príspevok sa zaoberá sledovaním vzťahov medzi rýchlosťou uvoľňovania tepla a rýchlosťou úbytku hmotnosti, ktoré boli stanovené v rámci skúšok rôznych materiálov na kónickom kalorimetri. Analýzy vzťahov uvádzané v tomto príspevku vychádzajú a nadväzujú na zistenia, ktoré boli publikované na konferenciách Mladá veda 2015 a Ochrana pred požiarmi a záchranné služby 2015. Cieľom príspevku je hlbšia analýza tejto závislosti a prezentácia metodiky výpočtu, pomocou ktorej bola závislosť medzi rýchlosťou uvoľňovania tepla a rýchlosťou úbytku hmotnosti potvrdená. Závbery z týchto zistení zároveň slúžia ako východiskové poznatky pre formuláciu rovníc popisujúcich priebeh horenia testovaných materiálov.

**Kľúčové slová:** rýchlosť uvoľňovania tepla, rýchlosť úbytku hmotnosti, kónický kalorimeter, korelácia

### ABSTRACT

The paper deals with monitoring the relationships between the heat release rate and the mass loss rate that have been determined by tests of various materials on a cone calorimeter. Relationships analysis presented in this paper are based on the findings, which were published at conferences Mladá Veda 2015 and Ochrana pred požiarmi a záchranné služby 2015. Aim of the paper is a deeper analysis of this relations and presentation of the calculation methodology by which was the relationship between the HRR and MLR confirmed. The conclusions from these findings should also serve as baseline knowledge to formulate equations describing the combustion process of tested materials.

**Key words:** heat release rate, mass loss rate, cone calorimeter, correlation

<sup>1</sup> Juraj Vácval, Ing., Ul. 1. mája 32, 010 26 Žilina, [juraj.vacval@fbi.uniza.sk](mailto:juraj.vacval@fbi.uniza.sk)

<sup>2</sup> Ján Havko, Ing., Ul. 1. mája 32, 010 26 Žilina, [jan.havko@fbi.uniza.sk](mailto:jan.havko@fbi.uniza.sk)

<sup>3</sup> Jana Müllerová, prof., Ing., PhD., Ul. 1. mája 32, 010 26 Žilina, [jana.mullerova@fbi.uniza.sk](mailto:jana.mullerova@fbi.uniza.sk)

## ÚVOD

Prechádzajúce analýzy vzťahov medzi rýchlosťou uvoľňovania tepla a rýchlosťou úbytku hmotnosti, ktorých hodnoty boli stanovené pomocou kónického kalorimetra naznačili, že medzi týmito parametrami by mala existovať závislosť, ktorá ale z dôvodu rušivých vplyvov a chýb merania, predovšetkým pri určovaní rýchlosti úbytku hmotnosti nie je tak zrejímavá, ako by sa na základe elementárnych poznatkov z teórie horenia mohlo predpokladať. Hlavným negatívnym vplyvom pri pozorovaní tejto závislosti je vysoká fluktuácia hodnôt rýchlosti úbytku hmotnosti. Predpokladalo sa, že túto fluktuáciu spôsobujú predovšetkým deje prebiehajúce počas horenia vzorky materiálu. Týmto dejmi sú najmä uvoľňovanie a následné prúdenie plynov nad vzorkou materiálu a pohyb samotnej vzorky, vyvolaný zmenami v materiálnej štruktúre v dôsledku tepelnej degradácie. Existencia vonkajších vplyvov, s ktorými sa predtým neuväzovalo sa pri vykonávaní ďalších, dodatočných meraní nakoniec potvrdila. Tieto vplyvy spolu s postupmi na ich elimináciu predstavujú súčasť zhodnotenia zistení uvedených v tomto príspevku. Bohužiaľ, aj po vykonaní zodpovedajúcich opatrení na elimináciu vonkajších vplyvov sa podobnosť parametrov, ako výpočtová, tak grafická zreteľne nezvýšila. Preto bolo potrebné nájsť iný spôsob akým preukázať závislosť parametrov pri týchto testoch, čoho výsledkom je metodika prezentovaná v tomto príspevku. Metodiku tvoria dve hlavné časti:

- *úprava súborov údajov na analýzu,*
- *analýza a štatistické vyhodnotenie závislosti.*

Tieto dve časti zároveň predstavujú hlavné kapitoly príspevku, na ktoré nadväzuje zhodnotenie analýz a formulácia vyplývajúcich záverov.

## 1 ÚPRAVA SÚBOROV ÚDAJOV NA ANALÝZU

Samotnej analýze a hodnoteniu závislosti predchádzala úprava údajov s cieľom zvýšiť podobnosť parametrov bez zníženia reprezentatívnosť výsledkov alebo zásahu do autenticity nameraných údajov.

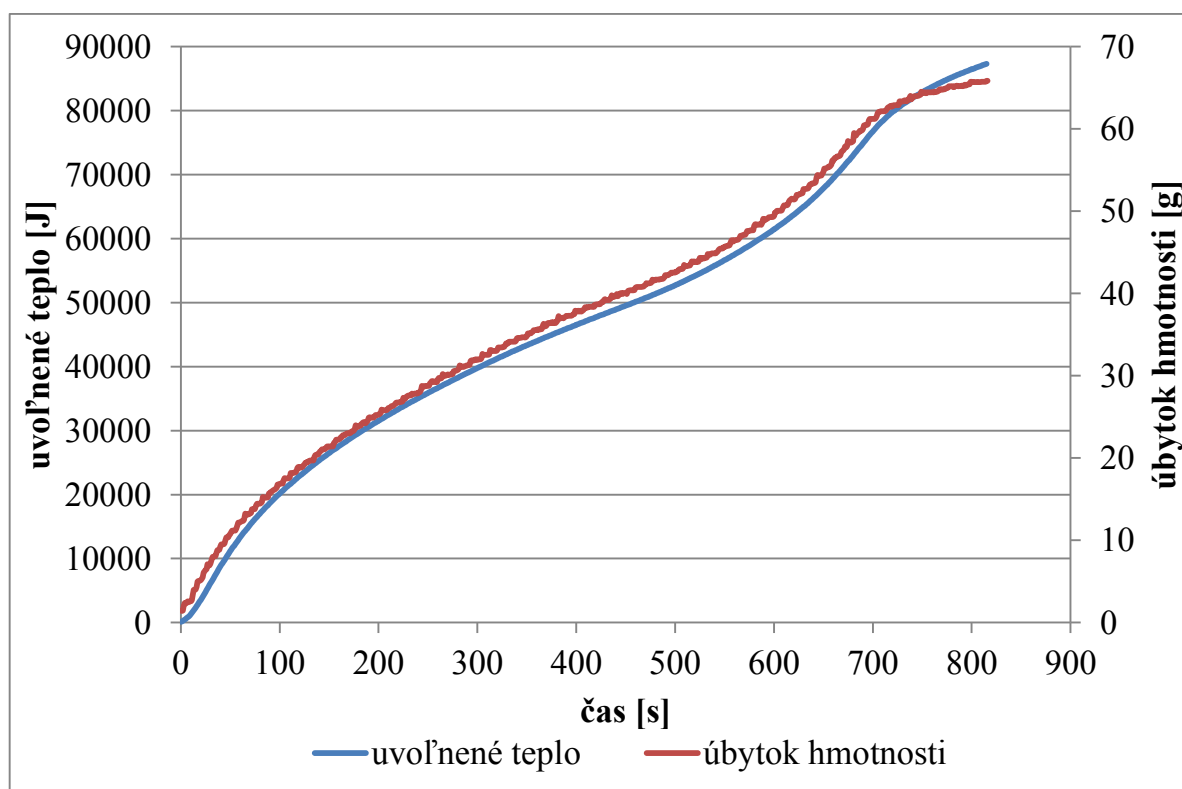
### 1.1 ZMENŠENIE SÚBORU ÚDAJOV

Prvým krokom v rámci práce na vyjadrení závislosti medzi rýchlosťou uvoľňovania tepla a rýchlosťou úbytku hmotnosti bolo zníženie súboru hodnôt na analýzu. Tento krok bol realizovaný aj napriek faktu, že väčšie súbory údajov umožňujú vykonávať aj väčšie úpravy a zároveň dosahujú dobrú reprezentatívnosť výsledkov. Hodnoty parametrov vynechané z analýzy pochádzali zo začiatku a z konca súboru údajov zozbieraného v priebehu skúšky. Na analýzu boli využité iba hodnoty zaznamenané od začiatku plameňového horenia až po jeho ukončenie stanovené v rámci skúšky. Tento krok vychádza z metodiky vyhodnocovania výsledkov na kónickom kalorimetri, kde sú hodnoty všetkých hlavných parametrov stanovované iba

pre oblasť plameňového horenia. Dôvodom je samotný princíp merania kónického kalorimetra, ktorý umožňuje zreteľné sledovanie zmien pri tepelnej degradácii materiálu iba v prípade jeho plameňového horenia. Po zúžení rozsahu údajov bola opätovne vykonaná korelačná analýza aj grafické porovnanie podobnosti kriviek rýchlostí. Aj napriek vyňatiu spomínaných častí údajov sa podobnosť parametrov výraznejšie nezvýšila [1,2].

## 1.2 ANALÝZA PÔVODNÝCH PARAMETROV A PRIEMEROVANIE MERANÍ

V rámci skúmania vzťahov prišla myšlienka, že oba parametre (rýchlosť uvoľňovania tepla aj rýchlosť úbytku hmotnosti) v podstate predstavujú vyjadrenie iných parametrov meraných počas skúšky. Pre rýchlosť uvoľňovania tepla je týmto parametrom celkové uvoľnené teplo a pre rýchlosť úbytku hmotnosti je to celková strata hmoty. Vysokú podobnosť týchto pôvodných parametrov zobrazuje graf na obrázku 1 [1,5].



Obr. 1 Priebeh uvoľňovania tepla a úbytku hmotnosti pre vzorku drevotriekovej dosky

Aj na základe tejto vizuálnej podobnosti pôvodných parametrov zobrazených na obrázku 1 sme sa rozhodli skúmať závislosť týchto pôvodných parametrov. Nakoľko boli v rámci sledovania závislosti parametrov vykonané pre každý materiál dve merania rozhodli sme sa spriemerovať výsledky týchto meraní pred ďalšou analýzou. Analyzované boli súbory údajov z oblasti plameňového horenia pričom sa počítalo iba s údajmi zaznamenanými počas plameňového horenia v oboch meraniach. Týmto spôsobom boli odstránené rozdiely v časoch začiatku a konca plameňového horenia

oboch meraní. Všeobecne možno povedať, že pre všetky sledované materiály končil súbor údajov približne pri strate 75% pôvodnej hmotnosti vzorky [3, 4].

Posledným krokom v rámci úpravy súborov parametrov bol ich prevod na relatívne čísla. Dôvodom tohto kroku bolo odstránenie rozdielu v počiatočných hmotnostiach vzoriek rôznych materiálov na začiatku skúšok pri sledovaní úbytku hmotnosti. Pre komplexnosť boli na relatívne čísla prevedené aj súbory údajov celkového uvoľneného tepla. Po tomto kroku nasledovala druhá hlavná časť metodiky teda samotná analýza a štatistické vyhodnotenie závislosti pôvodných parametrov [4,5].

## 2 ANALÝZA A ŠTATISTICKÉ VYHODNOTENIE ZÁVISLOSTI PÔVODNÝCH PARAMETROV

Prvým materiálom podrobeným analýze bola drevotriesková doska, ktorej výsledku sú aj ďalej spracovávané. Podobne sa postupovalo aj pri ostatných skúmaných materiáloch. V tabuľke 1 je uvedený výsledný štatistický súbor po úprave podľa metodiky opísanej v predchádzajúcej kapitole. Analýzy vykonané v tejto kapitole vychádzali z aplikácie prístupov vysvetlených v [5,6,7,8].

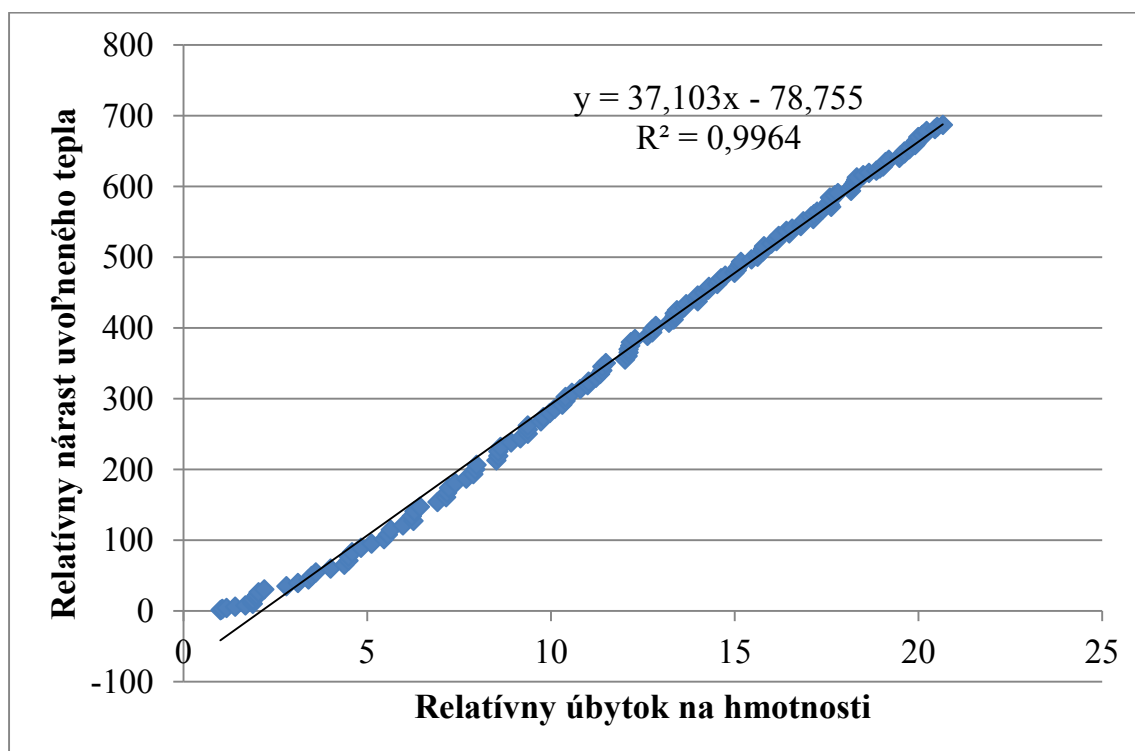
Tabuľka 1: Štatistický súbor na analýzu drevotrieskovej dosky

n	Úbytok na hmotnosti [g/m <sup>2</sup> ]	Uvoľnené teplo [kW/m <sup>2</sup> ]	Relatívny úbytok na hmotnosti	Relatívne uvoľnené teplo
1	1,07	39,53	1,00	1,00
2	1,10	69,15	1,03	1,75
3	1,13	112,44	1,06	2,84
4	1,25	170,96	1,17	4,32
5	1,50	235,73	1,40	5,96
6	1,80	311,37	1,69	7,88
-	-	-	-	-
155	21,49	26600,15	20,11	672,88
156	21,61	26712,78	20,22	675,73
157	21,61	26824,63	20,22	678,55
158	21,85	26934,17	20,45	681,33
159	21,91	27047,15	20,51	684,18
160	22,08	27158,21	20,66	686,99

Celkový počet pozorovaní, ktoré vyhovovali vyššie uvedenému skúmaniu je v prípade drevotrieskovej dosky 160. Na základe výsledkov je možné povedať, že pri 25% strate hmotnosti odhorelo 22 gramov drevotrieskovej dosky. Celkové uvoľnené teplo dosiahlo 27 158 kW/m<sup>2</sup>. Pomerom by sme mohli povedať, že sa uvoľnilo 33 krát viac tepla ako odhorelo hmotnosti. Tento ukazovateľ má vypovedacia hodnotu hlavne pre porovnanie s inými materiálmi.

Cieľom bolo matematicky vyjadriť vzťah medzi úbytkom hmotnosti a uvoľneným teplom. Na túto aplikáciu bola zvolená metóda matematickej regresie.

Zvolená bola lineárna regresia, nakoľko najlepšie vystihovala priebeh skúmaného deja (na základe koeficientu determinácie). Výsledok je uvedený na obrázku 2 na nasledujúcej strane [4].



Obr. 2 Graf závislosti medzi relatívnym úbytkom na hmotnosti a relatívnym nárastom uvoľneného tepla drevotrieskovej dosky

Celkový tvar rovnice lineárnej regresie je  $y = 37,103x - 78,755$ . Čo znamená, že relatívny úbytok 1 jednotky hmotnosti spôsobí relatívny nárast uvoľneného tepla o približne 37 jednotiek. Na základe testovania rovnice pomocou Fisherovej štatistiky a Studentovho rozptylu je možné konštatovať, že rovnica ako celok je štatisticky významná a aj parameter (37,103) je štatisticky významný na hladine významnosti ( $\alpha = 0,05$ ). Výsledky testov sú prehľad uvedené v tabuľke 2.

Tabuľka 2: Testovanie rovnice lineárnej regresie drevotrieskovej dosky

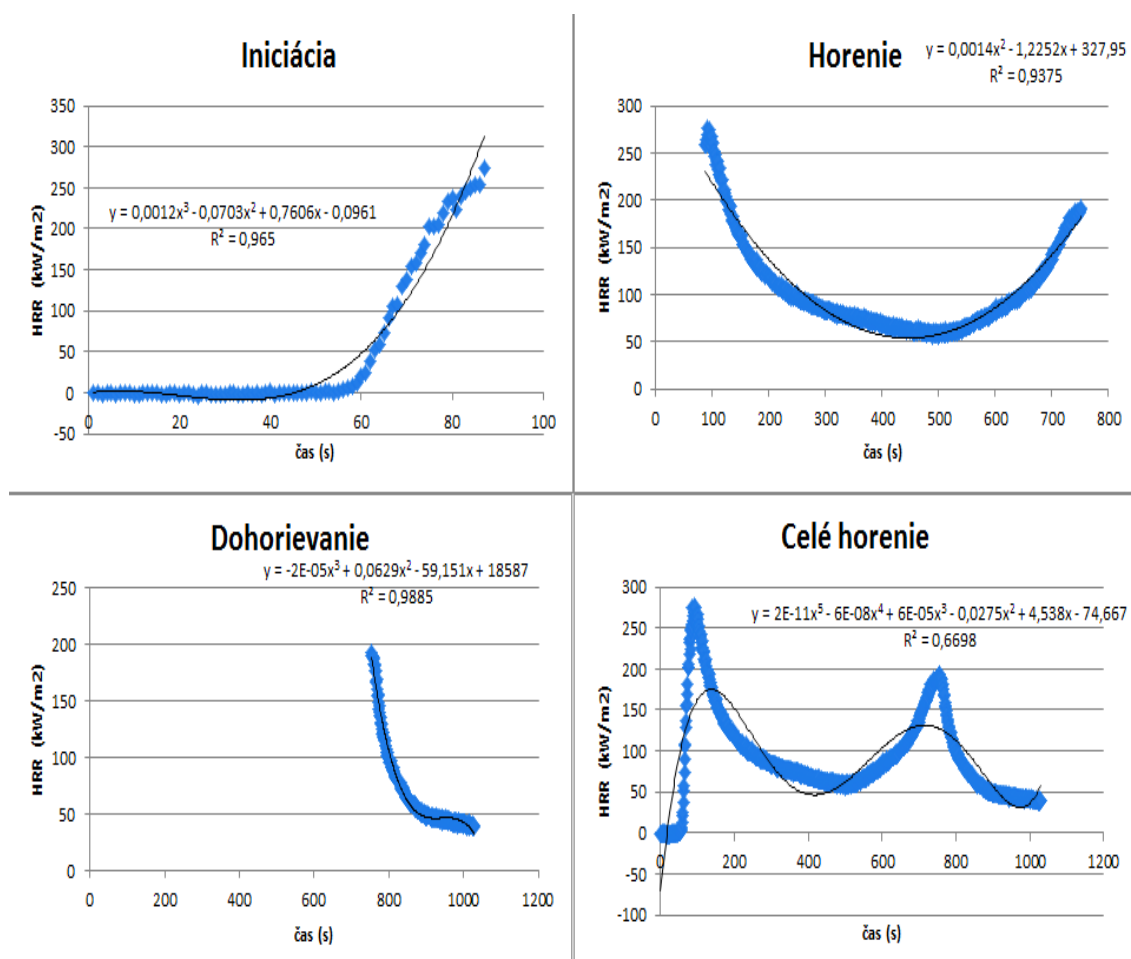
Test	Kritická hodnota ( $\alpha=0,05$ )	Porovnávacie kritérium	Vypočítaná hodnota	Chyba testu
Testovanie modelu ako celku <i>Fisherovo rozdelenie</i>	$F\alpha = 3,9$	$Fr > F\alpha$	$Fr = 43281$	$p = 1,2 \cdot 10^{-194}$
Testovanie parametrov modelu bi <i>Studentovo rozdelenie</i>	$t\alpha = 1,975$	$ t_i  > t\alpha$	$t_i = -32,5$	$p_i = 7,2 \cdot 10^{-72}$

Na základe výsledkov analýzy sme pristúpili k zhodnoteniu závislosti a formulácii záverov, ktoré sú potrebné pre ďalšie smerovanie v tvorbe predpovedí vývoja priebehu rýchlosti uvoľňovania tepla a rýchlosti úbytku hmotnosti.

### 3 ZHODNOTENIE ZÁVISLOSTI PARAMETROV A MOŽNOSTÍ TVORBY PREDPOVEDÍ VÝVOJA

Výsledky analýzy potvrdzujú závislosť medzi uvoľneným teplom a úbytkom hmotnosti sledovanými na kónickom kalorimetri. Aplikáciou uvedenej metodiky na výsledky skúšok ďalších materiálov boli dosiahnuté podobné výsledky.

Tieto poznatky teda naznačujú, že je možné na základe závislosti parametrov rýchlostí robiť predpovede vývoja, hlavne teda na základe priebehu rýchlosti úbytku hmotnosti určiť priebeh a hodnoty rýchlosti uvoľňovania tepla. Na tento krok je ale potrebné vyjadriť rovnicu funkcie z hodnôt nameraných počas skúšok a vyčíslit' ich presnosť. Pri formulácii týchto rovníc je možné pracovať aj s reálnymi číslami, pri prijatí nevyhnutných podmienok ako rovnaká hmotnosť vzoriek, rovnaký skúmaný čas a iné. Pri vytvorení rovnice musí byť zodpovedané, či má zobrazovať celý priebeh horenia alebo má byť rovníc viac a majú popisovať jednotlivé fázy horenia. Aplikáciu týchto dvoch alternatívnych postupov možno vidieť názorne na grafoch na obrázku 3 [7,8].



Obr. 3 Príklady prístupov k vytvoreniu matematických rovníc popisujúcich priebeh horenia

Grafy na obrázku 3 integrujú dva prístupy k vytvoreniu matematického zápisu horenia. Prvý hovorí o rozdelení na jednotlivé fázy horenia, druhý popisuje celkový priebeh. Presnejšie je samozrejme používať rozdelenie na jednotlivé fázy, kde na

základe koeficientov determinácie vieme tvrdiť, že vysvetľujú priebeh sledovaného javu veľmi blízko 100 %. Naopak pri popísaní celého javu horenia drevotrieskovej dosky je miera spoľahlivosti rovnice iba necelých 67 %. Preto pri vytváraní rovníc rôznych materiálov by bolo vhodné pravdepodobne aplikovať oba prístupy a nájsť prienik medzi výsledkami, podľa oboch prístupov.

## ZÁVER

Záverom možno na základe výsledkov analýz skonštatovať, že závislosť medzi množstvom uvoľneného tepla a množstvo spálenej hmoty meranými na kónickom kalorimetri bola potvrdená. Na základe vzťahu týchto parametrov možno teda potvrdiť závislosť aj medzi rýchlosťou uvoľňovania tepla a rýchlosťou úbytku hmotnosti, ktorá ale podľa výsledkov priamych analýz nebola dostatočne matematicky preukázaná. Dôvodom je už spomínaná vysoká fluktuácia hodnôt rýchlosti úbytku hmotnosti.

Predpokladané objektívne dôvody fluktuácie boli spomínané už v úvode príspevku a na záverom možno znovu konštatovať, že ich eliminácia nie je možná. Na druhej strane subjektívne dôvody, definované ako vonkajšie zásahy do priebehu skúšky, ktoré sa pri prvých meraniach nepredpokladali boli v rámci dodatočných meraní potvrdené. Podrobnejšou kontrolou celého procesu skúšania materiálu sme prišli na to, že vývoj hodnôt rýchlosti úbytku hmotnosti môže zvonka ovplyvňovať dokonca niekoľko faktorov a ich vzájomná kombinácia.

Prvým faktorom je ventilácia v laboratóriu, ktorá by sa mala spúšťať iba medzi jednotlivými skúškami, pretože vyvolané prúdenie vzduchu v laboratóriu vplyva aj na pohyb vzorky. Vzhľadom na vysokú citlivosť digitálnych váh je tento vplyv vo výsledkoch meraní pozorovateľný. V súvislosti práve so sekundárnym prúdením nad vzorkou materiálu počas skúšky je na kónickom kalorimetri nainštalovaný aj ochranný kryt, ktorý ale v kombinácii so spustenou ventiláciou naopak zvyšuje negatívne vplyvy okolitého prúdenia.

Druhým faktorom je vplyv samotného operátora vykonávajúceho skúšku, ktorý môže svojou činnosťou na kónickom kalorimetri v priebehu skúšky môže spôsobiť prenášanie pohybov až na digitálne váhy a vzorku. Vznik takéhoto vplyvu je vzhľadom na konštrukciu kalorimetra a jeho umiestnenie v laboratóriu pravdepodobný, tento vplyv je ale možné účinne eliminovať úpravou pracovného postupu.

Porovnania prvotných a následných meraní potvrdili uvádzané vplyvy a je treba podotknúť, že hoci boli tieto vplyvy v následných meraniach eliminované, priebeh rýchlosti úbytku sa výraznejšie nezmenil. Poznanie týchto skutočností ale aj tak je prínosom pre vykonávanie ďalších meraní v budúcnosti.

## GRANTOVÁ PODPORA

Príspevok bol spracovaný v rámci projektu IGP201509 „Analýza závislosti rýchlosti uvoľňovania tepla a rýchlosti úbytku hmotnosti na kónickom kalorimetri“.

## LITERATÚRA

- [1] LUCHE, J., ROGAUME, T., RICHARD, F., GUILLAUME, E. 2011. Characterization of thermal properties and analysis of combustion behavior of PMMA in a cone calorimeter. In *Fire Safety Journal*. ISSN 03797112. 2011, roč. 46, č. 7, s. 451-461.
- [2] GREXA, O., LÜBKE, H. 2001. Použitie kónického kalorimetra z hľadiska nových predpisov požiarnej ochrany. In *FIRECO 2001 - Požiarna ochrana. IV. medzinárodná konferencia: Zborník prednášok*. Bratislava: PTEÚ MV SR, 2001. ISBN 80-89051-01-4, s. 125-130.
- [3] KRAJČOVIČOVÁ, J. 2009. Kónický kalorimeter na stanovenie požiarotechnických vlastností stavebných výrobkov. In *Spravodajca - Protipožiarna ochrana a záchranná služba*. ISSN 1335-9975. 2009, roč. 39, č. 2, s. 18-19.
- [4] ENRIGHT, P.A., FLEISCHMANN, CH.M. 1999. *Neistota v rýchlosti uvoľňovania tepla, Výpočty k norme ISO 5660-1*.
- [5] *ISO 5660-1: 2002, Reaction to fire tests – Heat release, smoke production and mass loss rate – Part 1: Heat release rate (cone calorimeter method)*.
- [6] MIKOLAJ J., KLÚČKA J., VANČO B. 2005. *Plánovanie a prognostika*. Žilina, Fakulta špeciálneho inžinierstva. 2005. 235 s.
- [7] MIKOLAJ, J. – VANČO, B. 2004. *Ekonometria pre manažérov*. Košice: Multiprint, 2004. 200 s. ISBN 80-969148-0-4.
- [8] RISTVEJ, J. – KAMPOVÁ, K. 2009. *Ekonometria pre manažérov návody na cvičenia*. Žilina: EDIS, 2009. 140 s. ISBN 978-80-554-0107-2.
- [9] NOVÁK, L.: Skúmanie krízových činiteľov pri nedostatku štatistických údajov. In: *ECONOMICS AND MANAGEMENT* č 1/2010. str. 80- 88. University of Defence, Brno 2010, Czech republic. ISSN 1802-3975.