

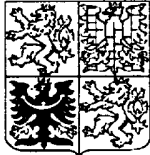
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

285 062

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1010-94

(22) Přihlášeno: 26. 04. 94

(30) Právo přednosti:
03. 05. 93 DE 93/4314454

(40) Zveřejněno: 16. 11. 94
(Věstník č. 11/94)

(47) Uděleno: 10. 03. 99

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 12. 05. 99
(Věstník č. 5/99)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁶:

G 01 N 25/20

G 01 K 13/00

G 05 D 23/00

(73) Majitel patentu:

JANKE & KUNKEL GMBH & CO. KG
IKA-LABORTECHNIK, Staufen, DE;

(72) Původce vynálezu:

Pinhack Hubert, Heitersheim, DE;
Fuhrmann Jürgen, Schwedt, DE;
Gegg Rolf, Freiburg, DE;

(74) Zástupce:

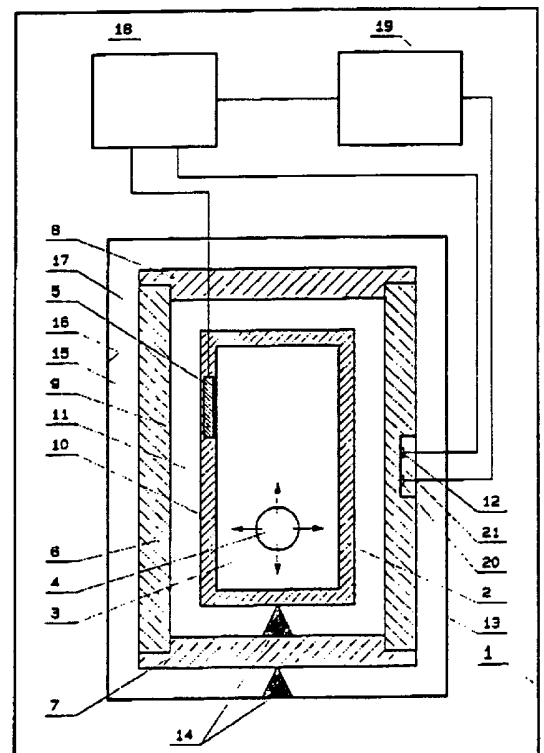
PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1273,
Praha 4, 14021;

(54) Název vynálezu:

Kalorimetrické měřicí zařízení

(57) Anotace:

Vynález se týká kalorimetrického měřicího zařízení (1) s reakční nádobou (2), jejíž vnitřní prostora je provedena jako reakční prostora (3) a dá se těsně uzavřít, přičemž je reakční nádoba (2) uspořádaná v opláštění výměnně a má nejméně jedno teplotní čidlo pro měření teploty dosažené v reakční nádobě (2). Pro měřicí zařízení (1) podle vynálezu je příznačné, že opláštění, do kterého se vkládá reakční nádoba (2), tvoří měřicí nádoba, jejíž stěny jsou aspoň částečně z tepelně vodivého materiálu, že vnitřní stěny této měřicí nádoby jsou v odstupu od vnějších stěn (15) reakční nádoby (2) a tvoří tak meziprostor, ve kterém je předvídáno plynné mezimedium, a že měřicí zařízení má nejméně ještě druhé teplotní čidlo pro měření změny teploty v tepelně vodivé oblasti stěn měřicí nádoby. Pomocí měřicího zařízení (1) podle vynálezu jsou možná přesná kalorimetrická měření, při krátké době trvání měření, takže se může provádět také během jednoho dne srovnatelně velký počet měření.



CZ 285 062 B6

Kalorimetrické měřicí zařízení

Oblast techniky

5

Vynález se týká kalorimetrického měřicího zařízení s reakční nádobou, jejíž vnitřní prostora je vytvořena jako reakční prostor a dá se těsně uzavřít, přičemž je reakční nádoba výměnně uspořádána v opláštění a má minimálně jedno teplotní čidlo pro měření teploty dosažené v reakční nádobě. Taková měřicí zařízení se používají pro určení spalného tepla zkušebních vzorků tuhých a tekutých produktů.

10

Dosavadní stav techniky

15

U známých kalorimetrických měřicích zařízení, které pracují podle adiabatického principu, se reakční nádoba staví do kotle s vodou. Zvýšení teploty vody, o asi 3 °C, se měří a je hodnotou pro určení spalného tepla. Měřicí prostora, tvořená reakční nádobou a vodním kotlem, se směrem ven zacloní vodním pláštěm obklopujícím tento měřicí prostor. Teplota vodního pláště se ohřevem nebo chlazením přizpůsobuje teplotě měřicího prostoru. Vysoké přesnosti této třídy přístrojů se dosahuje značnými technickými prostředky, přesto nelze zcela zabránit průniku okolní teploty. Nevýhodná je rovněž potřebná doba měření, která se dá sotva zkrátit pod 20 minut na jedno měření.

20

Naproti tomu se vyznačuje měřicí zařízení založené na izotermickém principu tím, že vodou plněný kotel, ve kterém stojí reakční nádoba, je obklopen tepelně stabilním pláštěm, který má zabránit přenosu energie zvenku dovnitř. Energie předaná z vodou naplněného kotle na tepelně stabilní plášť se nedá určit. Tím dochází při rozborech se stejným obsahem energie, ale s rozdílnou dobou hoření, k rozdílným výsledkům měření. Doba měření není u těchto systémů kratší, než u adiabatického principu.

25

30

Obdobně jako izotermní měřicí zařízení je tvořena třída přístrojů stavěná podle izoperibolního principu. Reakční doba však nestojí ve vodním kotli, ale je přímo obklopena vysoce hodnotným tepelným izolátorem. Zvýšení teploty reakční nádoby se měří teplotním čidlem a je zřetelně vyšší než zvýšení teploty, kterou lze pozorovat při adiabatickém principu nebo izotermickém principu. Silně se ohřívající reakční nádoba předává energii do izolačního pláště, která nemůže být měřena, ani ji nelze ovlivnit. Na vnitřní stěně izolační nádoby přivrácené k reakční nádobě vzniká tepelná fronta, která vniká do izolace. Při následujících měřeních se tepelné fronty překrývají a podle hladiny teploty dopadají reflexe energie z dřívějších měření na reakční nádobu. Tím vzniká zkreslení měření. Přístroje konstruované podle tohoto principu umožňují krátkou dobu průběhu měření při omezené přesnosti.

35

40

Podstata vynálezu

45

Vzniká proto úkol vytvořit kalorimetrické měřicí zařízení v úvodu uvedeného druhu, které pracuje při vysoké přesnosti s krátkou dobou trvání měření a které se dá použít ve značném rozsahu okolních teplot.

50

Řešením úkolu vynálezu je u kalorimetrického měřicího zařízení úvodem uvedeného druhu zejména to, že opláštění, které obklopuje reakční nádobu, je provedeno jako tepelná jímka a je tvořeno aspoň zčásti z tepelně dobře vodivého materiálu s vysokou tepelnou kapacitou, přičemž jsou vnitřní stěny tepelné jímky v odstupě od vnějších stěn reakční nádoby a od vnitřních stěn vnější skříně a vytvářejí tepelně izolační prostory, a že se v oblasti pláště tepelné nory nalézají

teplotní čidlo, které je spojeno s temperovacím zařízením pro reakční nádobu a s výpočetním a/nebo ovládacím zařízením.

5 U měřicího zařízení podle vynálezu je tedy uspořádána reakční nádoba, jejíž stěny jsou alespoň zčásti tvořené tepelně dobře vodivým materiálem. Tato měřicí nádoba bude v dalším označována jako tepelná jímka. Odstup mezi vnější stěnou reakční nádoby a vnitřní stěnou tepelné jímky je naplněn vzduchem nebo plynem. Tepelná jímka má minimálně jedno teplotní čidlo pro měření teploty, která vzniká v oblasti stěn schopných tepelné vodivosti.

10 Také u měřicího zařízení podle vynálezu je uvažováno teplotní čidlo pro měření teploty reakční nádoby. Jako izolační mezera působící vzduchový prostor mezi vnější stěnou reakční nádoby a vnitřní stěnou tepelné jímky redukuje podstatně přestup energie do tepelné nory. Zvýšení teploty tepelné v důsledku zbytkového přestupu energie, se měří dalším teplotním čidlem. Dobrá tepelná vodivost odpovídající části stěny tepelné jímky způsobuje rychlé a rovnoměrné rozdělení energie, takže tepelné fronty pocházející z dřívějších měření nemohou zkreslit aktuální měření. Je možno se zříci klasické izolace reakční nádoby používané u tradičních kalorimetrických měřicích zařízení. Protože se mezi reakční nádobou a tepelnou jímkou u zařízení podle vynálezu nalézá pouze plynné mezimedium, nejsou získané výsledky měření zkreslené přestupem energie do izolační vrstvy vložené mezi ně. Ve stavu techniky předpokládaná izolace je u měřicího
20 zařízení podle vynálezu nahrazena že tepelnou u které se měří do ní vnesená energie.

Ze změny teploty určené během spalování zkušební vzorku, která může být měřena teplotními čidly uspořádanými jak v reakční nádobě, tak také v tepelné jímce, se může určit spalné teplo zkušebních vzorků s vysokou přesností. Během měření vznikající nárůst teploty v reakční nádobě
25 způsobuje přes tepelný odpor vzduchové mezery transport energie k tepelné jímce. Teplota tepelné jímky se měří.

Nepatrně se ohřívající tepelná jímka předává energii na jí obklopující vzduch. Aby se mohlo uvolňování energie z tepelné jímky do okolního vzduchu uzpůsobit reprodukovatelně, je účelné,
30 když je tepelná jímka obklopena v odstupu uspořádaným pláštěm, který zabrání aspoň vlivu vnějšího vzduchového proudění na tepelnou jímku.

Aby se daly změny teplot reakční nádoby a tepelné jímky přepočítat do odpovídajícího spalného tepla, je výhodné, jeli k měřicímu zařízení přiřazena výpočetní a/nebo ovládací jednotka, která je
35 elektricky spojena s teplotními čidly. Tato výpočetní a ovládací jednotka zohledňuje absolutní počáteční teplotu a průběh teploty během spalování zkušební vzorku, která se projeví v reakční nádobě a v tepelné noře. Je možný předběžný výpočet výsledku kalorimetrického měření již před dosažením teplotního maxima. To umožňuje krátkou dobu měření.

40 U měřicího zařízení podle vynálezu je reakční doba v tepelné jímce uspořádána jako vyměňovací. Obvykle je v provozu více reakčních nádob, přičemž může být například při průběžném měření připravována další reakční nádoba pro příští měření. Za tím účelem se příštím zkušebním vzorcem a kyslíkem naplněná reakční nádoba postaví do temperovacího zařízení přiřazeného k měřicímu zařízení a v tomto se sladí teploty reakční nádoby a tepelné jímky.
45 Protože teplotě tepelné jímky ovlivňují předcházející měření a provoz měřicího zařízení, je nutno považovat teplotu za proměnnou. Temperovací zařízení je spojeno s výpočetní a ovládací jednotkou.

Přitom může být temperovacího zařízení přiřazeno vlastní teplotní čidlo v tepelně vodivé části tepelné jímky. V jednom způsobu provedení měřicího zařízení podle vynálezu se například předvídají na tepelné jímky dvě teplotní čidla, přičemž je jedno spojeno s temperovacím
50 zařízením a druhé s výpočetní a ovládací jednotkou. Zatímco jedno teplotní čidlo tepelné nory je uvažováno pro měření teploty vznikající ve vodivé oblasti stěn, slouží druhé teplotní čidlo pro vyrovnání teploty v temperovacím zařízení s právě v tepelné jímce panující teplotou.

5 Aby se vyloučily nepřesnosti, které by mohly vzniknout při použití dvou teplotních čidel v tepelné jímce, je účelné předvídat jedno společné teplotní čidlo, které je přednostně umístěno ve směrem ven otevřeném vybrání vodivé části stěny tepelné jímky. U tohoto upřednostněného způsobu provedení je tedy výpočetní a/nebo ovládací jednotka elektricky spojena pouze s jedním, v tepelné noře uspořádaném teplotním čidlem, které se používá jak pro zjišťování během měření do tepelné jímky vnesené energie, tak také pro ovládání temperovacího zařízení.

10 Tepelná nora může mít stěny, které jsou zhotovené z kovu nebo podobného plného materiálu, příkladně z hliníku. Je rovněž možné, že tepelná jímka je vytvořena z kombinace tuhých a tekutých materiálů. Například může být tepelná nora provedena jako nádoba s dvojitými stěnami, u které je mezi oběma stěnami dvojitě stěny předvídána tepelně vodivá tekutina, ve které se pomocí čidla zjišťuje eventuální změna teploty.

15 Přehled obrázků na výkrese

20 Další znaky vynálezu vyplývající z nároků, z výkresu a z následujícího popisu provedení podle vynálezu. Jednotlivé znaky mohou být samy o sobě nebo více z nich uplatněny při způsobu provedení podle vynálezu. V jediném výkrese je znázorněno kalorimetrické měřicí zařízení, které se používá pro určení spalného tepla pevných a tekutých zkušebních vzorků.

Příklady provedení vynálezu

25 Měřicí zařízení 1 má reakční nádobu 2 provedenou jako tlakovou nádobu, jejíž těsně uzavíratelná vnitřní prostora je provedena jako reakční prostora 3. Pro měření spalného tepla látky se její zvážená část vloží do reakční prostory 3 reakční nádoby 2, pevně se tam uzavře a spálí při vysokém tlaku kyslíku. Zvýšení teploty reakční nádoby je mimo jiné mírou pro uvolnění energie, která se má měřit. Pro měření teploty reakční nádoby 2 je uvažováno teplotní čidlo 5.

30 Jak ukazuje obrázek 1 je reakční nádoba 2 uspořádána v opláštění. Toto opláštění se v dalším označuje jako tepelná jímka 6. Stěny tepelné jímky 6 tvoří tepelně dobře vodivý materiál s vysokou tepelnou kapacitou. V tomto smyslu je tepelná jímka 6 v tomto případě vyrobená z hliníku s velmi silnými stěnami.

35 Aby se zabránilo během měření vzduchové konvenci jsou horní a spodní čelní konce tepelné jímky uzavřené víky 7 a 8, takže prostora v tepelné jímce 6 je od vnější vzduchové prostory tepelně oddělena.

40 Nárůst teploty reakční nádoby 2 způsobuje, že přes tepelný odpor tepelněizolační prostory 11 vzniká pouze nepatrný transport energie k tepelné jímce 6. Dobrá tepelná vodivost materiálu použitého pro tepelnou jímku 6 způsobuje rychlé a rovnoměrné rozdělení energie v tepelné jímce 6. Tepelné fronty, které zákonitě vznikají při konečné rychlosti vedení tepla, se rozptylují již během měření a způsobují malou změnu teploty tepelné jímky 6. Pro měření změny teploty vznikající v tepelně vodivé oblasti stěn tepelné jímky 6 je uvažováno teplotní čidlo 12, které může být uspořádáno ve vnějším zafrézování nebo podobném vybrání.

50 Tepelná nora je upevněna v na všech stranách uzavřené nebo uzavíratelné izolační skříni 13 pomocí několika izolačních podpěr 14. Přitom odděluje tepelněizolační prostor 17, uvažovaný mezi vnějšími stěnami 15 tepelné jímky 6 a vnitřními stěnami 16 izolační nebo vnější skříně 13 tepelnou jímku 6 od vnější skříně 13.

Tepelná jímka 6 může mít kovové stěny, je ale také možné, že tepelná jímka 6 je například vyrobena jako nádoba s dvojitými stěnami. Mezi oběma stěnami dvojitě stěny může být

uvažováno s tepelně vodivou tekutinou. Přitom se měření teploty může provádět i v tekutině, když je teplotní čidlo 12 ponořené do tekutiny.

5 Zkušební vzorek tuhé nebo tekuté látky, jejíž spalné teploty se má určit, se vloží vně měřicího zařízení 1 do reakční nádoby 2. Reakční nádoba 2 se naplní kyslíkem. Poté se reakční doba postaví do tepelné jímky 6. Uzavřením deskou víka 8 tepelné jímky 6 a uzavřením izolační skříně 13 je reakční nádoba 2 v tomto opláštění prakticky všestranně uzavřená. Po zapálení zkušební vzorku látky v reakčním prostoru 3 reakční nádoby se zjišťuje nárůst teploty reakční nádoby 2 teplotním čidlem 5.

10 Výpočetní a/nebo ovládací jednotka vypočítá z absolutní počáteční teploty, průběhu teploty reakční nádoby 2 a tepelní jímky 6, hodnotu spalného tepla.

15 Exaktní měření průběhu teploty v reakční nádobě 2 a tepelné jímce 6 umožňuje propočítat předem další průběh teploty a určit matematickou cestou kalorimetrický výsledek měření již před dosažením maximální teploty reakční nádoby. To umožňuje krátké doby průběhu měření.

20 Zatímco probíhá měření s jednou reakční nádobou 2, může se připravovat druhá reakční nádoba 2 pro následující měření. Měřicímu zařízení je pro tento účel přiřazené temperovací zařízení 19, které je provedené zejména jako chladicí zařízení. V tomto temperovacím zařízení 19 se může další reakční nádoba 2 temperovat na aktuální teplotu tepelné jímky 6. Reakční nádoba 2, která se má temperovat, se pro tento účel vsadí do temperovacího zařízení. Aby se zjistila odpovídající teplota zadávaná tepelnou norou temperovacímu zařízení, je tato elektricky spojena s dalším teplotním čidlem 20, které je mimo teplotního čidla 12 uspořádáno ve vybrání 21 tepelné jímky 6.

25 Temperovací zařízení 19 může mít vlastní elektronické regulační zařízení. Přednost se však dává způsobu provedení, u kterého je temperovací zařízení 19 s výpočetní a/nebo ovládací jednotkou 18 v ovládacím zapojení, přičemž je výpočetní a/nebo ovládací jednotka 18 rovněž elektricky spojena s teplotním čidlem 20, přiřazeným k temperovacímu zařízení.

30 Aby nevznikly rozdíly naměřených hodnot při použití dvou teplotních čidel 12 a 20 v tepelné jímce 6, může být účelně předvídat pouze jedno teplotní čidlo 12 nebo 20 v tepelné jímce 6, které slouží jak pro určení hodnoty spalného tepla, tak také pro zadání teploty pro temperovací zařízení 19.

35 Když se, v temperovacím zařízení 19 pro měření připravená, reakční nádoba 2 vkládá do určení spalného tepla do tepelné jímky 6 měřicího zařízení 1, mají reakční nádobu 2, také tepelnou jímku 6 přibližně stejnou teplotu. Po srovnatelně krátké vyrovnávací době může být zahájeno měření. Ačkoliv je teplota v tepelné jímce 6 variabilní, zahajuje se měření při exaktně určitelných počátečních podmínkách.

40 Měřicí zařízení 1 se vyznačuje dobrou reprodukovatelností naměřených hodnot spalného tepla také při silně kolísajících okolních teplotách. Přes srovnatelně malé nároky na izolační prostředky, mohou se v měřicím zařízení 1 určovat spalná tepla s vysokou přesností, a to při krátké době měření, menší než 5 minut. Přitom jsou během určování spalného tepla přípustné srovnatelně velké změny teploty reakční nádoby 2.

45 Souhrnně lze konstatovat:

50 Vynález se týká kalorimetrického měřicího zařízení s reakční nádobou, jejíž vnitřní prostora je provedena jako reakční prostora a dá se těsně uzavřít, přičemž reakční nádoba je uspořádána výměnně v opláštění a má minimálně jedno teplotní čidlo při měření teploty dosažené v reakční nádobě. Měřicí zařízení podle vynálezu se vyznačuje tím, že opláštění obklopující reakční

nádobu, tvoří měřicí nádoba, jejíž alespoň části stěny jsou zhotovené z tepelně vodivého materiálu, že vnitřní stěny této měřicí nádoby jsou v odstupu od vnějších stěn reakční nádoby a vytvářejí tak meziprostor, v kterém je předvídáno plynné oddělovací médium, a že měřicí zařízení má minimálně ještě druhé teplotní čidlo pro měření změny teploty, která nastává v tepelně vodivé oblasti stěn měřicí nádoby. Měřicím zařízením podle vynálezu jsou možná
5 určení spalného tepla s vysokou přesností při krátké době trvání měření, přičemž se dá uskutečnit během jednoho dne srovnatelně hodně měření.

10

PATENTOVÉ NÁROKY

15 1. Kalorimetrické měřicí zařízení s reakční nádobou, jejíž vnitřní prostora je provedena jako reakční prostora a dá se těsně uzavřít, přičemž je reakční nádoba uspořádána výměnně v opláštění a má nejméně jedno teplotní čidlo pro měření teploty dosažené v reakční nádobě, **vyznačující se tím**, že opláštění, které obklopuje reakční nádobu (2) je provedeno jako tepelná jímka (6) a je tvořeno aspoň zčásti z tepelně dobře vodivého materiálu s vysokou
20 tepelnou kapacitou, přičemž vnitřní stěny (9) a vnější stěny (15) tepelné jímky (6) jsou v odstupu od vnitřních stěn vnější izolační skříně (13) a tvoří tepelně izolační prostory (11, 17) a že v oblasti stěn tepelné jímky (6) je umístěno teplotní čidlo (20), které je spojeno s temperovacím zařízením (19) pro reakční nádobu (2) a s výpočetním a/nebo ovládacím zařízením (18).

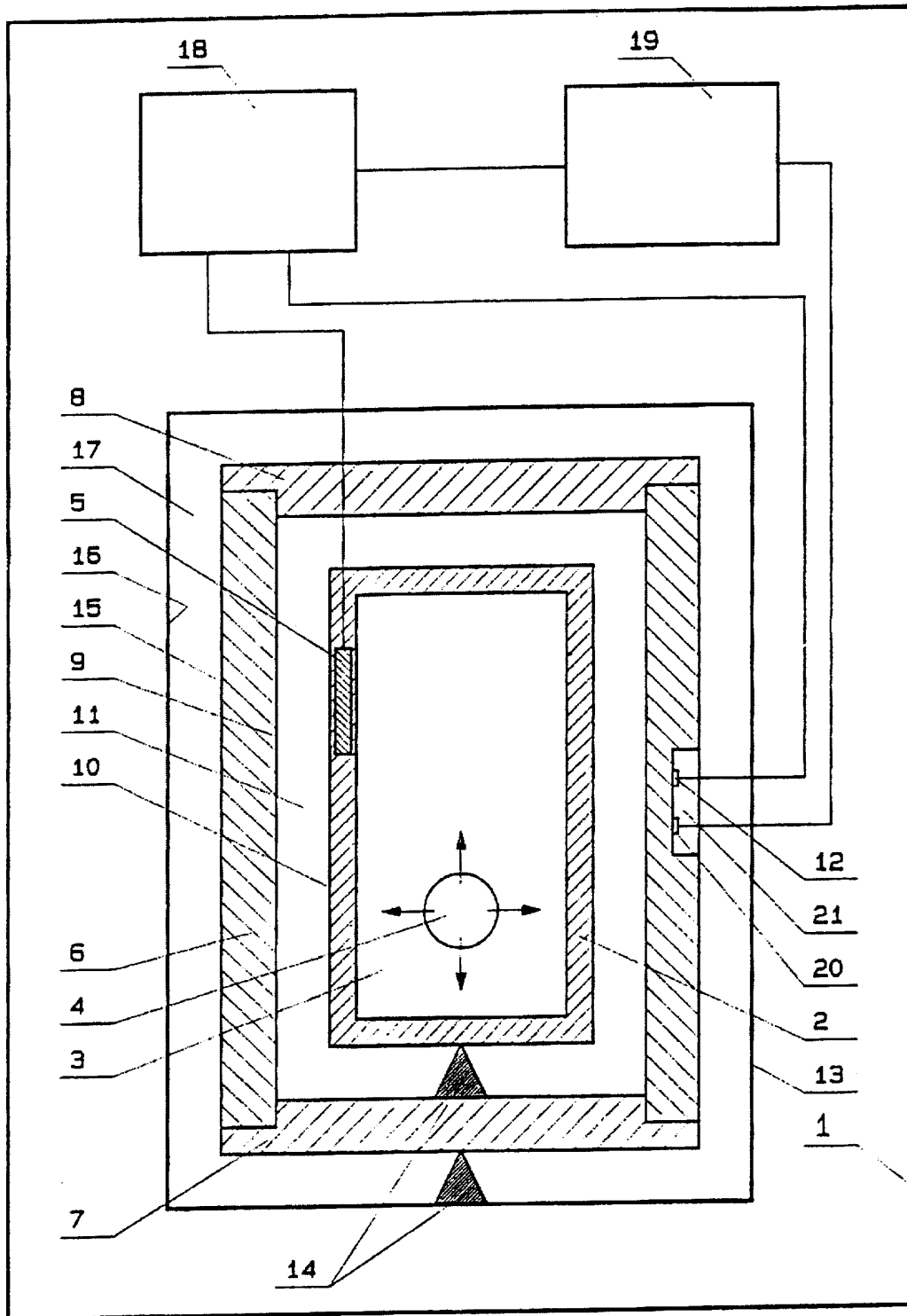
25 2. Kalorimetrické měřicí zařízení podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že měřicímu zařízení je přiřazeno temperovací zařízení (19) pro vyrovnávání teploty reakční nádoby (2) s teplotou tepelné jímky (6) před měřením, a že temperovací zařízení, ve kterém je přechodně umístěna reakční nádoba (2), je spojeno ovládacím zapojením s výpočetním a/nebo ovládacím zařízením (18) a zejména je spojeno s teplotním čidlem (12) a/nebo (20) pro zjištění teploty
30 tepelné jímky (6).

3. Kalorimetrické měřicí zařízení podle jednoho z nároků 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že na tepelné jímce (6) jsou uspořádána dvě teplotní čidla (12, 20), přičemž jedno teplotní čidlo (20) je spojeno s temperovacím zařízením (19) a druhé teplotní čidlo (12) s výpočetním a/nebo ovládacím zařízením (18).
35

4. Kalorimetrické měřicí zařízení podle jednoho z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že tepelná jímka (6) je vytvořena kombinací tuhých a tekutých materiálů.
40

1 výkres

obr. 1



Konec dokumentu