



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

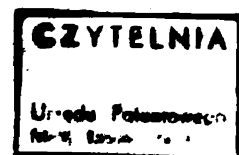
Zgłoszono: 04.08.75 (P. 182540)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 25.04.77

Opis patentowy opublikowano: 29.11.1980

Int. Cl.² B01L 7/00



Twórcy wynalazku: Wojciech Zielenkiewicz, Stanisław Randzio, Marceli
Lewandowski, Marian Hościłowicz

Uprawniony z patentu: Zjednoczone Zakłady Produkcji Aparatury
Naukowej, Warszawa (Polska)

Termostat kalorymetryczny

1

Przedmiotem wynalazku jest termostat kalorymetryczny znajdujący zastosowanie w konstrukcji kalorymetru przeznaczonego do pomiarów efektów cieplnych różnorodnych przemian i reakcji fizyko-chemicznych.

Głównym warunkiem wyznaczania efektów cieplnych przemian chemicznych i innych, przeprowadzanych w grupie kalorymetrów wymieniających ciepło z otoczeniem jest zapewnienie stałego pola temperaturowego termostatu na powierzchniach wymieniających ciepło z kalorymetrem, niezależnie od temperaturowych zakłóceń zewnętrznych i efektów cieplnych wydzielonych w kalorymetrze.

W znanych kalorymetrach warunek ten realizuje się na drodze utrzymywania dużej stałości temperatury termostatu poprzez wytlumienie zewnętrznych wahań temperatury przez wprowadzenie elementów o dużej bezwładności cieplnej lub też poprzez umieszczenie bloku kalorymetrycznego zawierającego naczynia kalorymetryczne w płynnym dobrze zmieszanym medium, którego temperatura jest precyzyjnie regulowana. Tego typu konstrukcje przykładowo rozwiązanych elementów stabilizacji termicznej kalorymetru zawierają m.in. opisy patentowe Stanów Zjednoczonych nr 3 059 471 i 3 379 061, ZSSR 301 258 i 377 746, opis patentowy francuski nr 1 411 251 lub polski nr 53 043.

W kalorymetrach objętych wymienionymi patentami wyróżnia się masywny blok i jego osłone, koncentryczne ekrany metalowe przedzielone materia-

2

łem izolacyjnym oraz regulowane elementy grzejne. Blok umocowany jest wewnątrz osłony przy pomocy elementów stożkowych, które dzięki swojemu kształtowi geometrycznemu ułatwiają przepływ ciepła z osłony do bloku wzdłuż jego osi. Nie wytłumione przez ekrany zewnętrzne zakłócenia temperaturowe wpływają do bloku w sposób ukierunkowany zakłócając jednocześnie obydwie naczynia kalorymetryczne połączone różnicowo. Całkowita kompensacja zewnętrznych zakłóceń jest jednak możliwa jedynie pod warunkiem, że stałe czasowe naczyń kalorymetrycznych są jednakowe, co jest trudne technicznie do spełnienia, szczególnie przy badaniu różnych reakcji i przemian wymagających różnorodnych konstrukcji naczyń reakcyjnych i ich wypełnienia. Poza tym taka konstrukcja ogranicza wielkość i dynamikę mierzonych efektów cieplnych, ponieważ blok może ulec podgrzaniu.

Istota rozwiązania według wynalazku polega na tym, że pełna stabilizacja termiczna naczyń kalorymetrycznych następuje poprzez kształtowanie wymiany ciepła w termostacie drogą ukierunkowania i regulacji natężenia strumienia cieplnych. Termostat zawiera uprzywilejowany obwód cieplny, obejmujący blok kalorymetryczny, o oporności cieplnej pomiędzy blokiem i otoczeniem znacznie mniejszej od oporności pozostałych możliwych obwodów z wprowadzonym do tego obwodu sterowanym źródłem temperaturowym. Źródło to oddziałuje na wielkość strumienia cieplnego płynącego w tym

obwodzie i tak określa jego wartość, aby wewnętrzny gradient temperatury bloku był stały i minimalny oraz aby zostały zachowane nieadiabetyczne warunki bloku narzucone wymaganiami realizacji ciągłej zależności pomiędzy zadaną temperaturą bloku i natężeniem strumienia ciepłego odpływającego z bloku.

Termostat kalorymetryczny wyposażony w blok kalorymetryczny z otworami na naczynia oraz z umieszczonymi w nim czujnikami i zespołem grzejnym, usytuowany w osłonie zawierającej zespół grzejny i czujnik temperatury jest zgodnie z wynalazkiem rozwiązany tak, że blok kalorymetryczny ma wzdłuż ścian biernych zamknięte przestrzenie powietrzne, w których panuje normalne lub obniżone ciśnienie. Przestrzenie te oddzielają ciepłe ściany bierne od wnętrza bloku, zachowując jednocześnie dobre przewodnictwo ciepłe wnętrza z czynną ścianą bloku. Umieszczony w bloku zespół grzejny jest usytuowany współosiowo z zespołem grzejnym osłony. Utworzone obwody ciepłe mają zwiększoną oporność ciepłą w kierunku ścian biernych bloku, zachowując jednocześnie dobre przewodnictwo ciepłe wnętrza z czynną ścianą bloku. W czynnej ścianie jest umieszczony zespół grzejny bloku, usytuowany współosiowo z zespołem grzejnym osłony, tworząc obwody ciepłe o zwiększonej oporności ciepłej w kierunku ścian biernych bloku oraz uprzywilejowany obwód ciepły o małej oporności ciepłej obejmujący zespoły grzejne bloku i osłony, jak również przestrzeń między nimi.

Zespoły grzejne bloku i osłony są połączone i sterowane z oddzielnych regulowanych źródeł energii elektrycznej. Stanowią one źródło temperaturowe termostatu, kontrolowane przez czujniki temperatury umieszczone w bloku i osłonie, które realizuje zadaną wartość strumienia ciepłego między blokiem i osłoną. Jeden z czujników temperatury, umieszczony w bloku kontroluje moc wydzieloną w zespole grzejnym bloku, realizując zadaną wartość temperatury tego bloku.

Przedmiot wynalazku uwidocznił jest w przykładzie wykonania na rysunku, którego fig. 1 przedstawia przekrój termostatu a fig. 2 — blokowy układ jego regulacji.

Jak pokazano na fig. 1 termostat stanowi cylindryczny blok kalorymetryczny 1, w którego części środkowej są usytuowane otwory 2 na naczynia kalorymetryczne. Części górna i dolna bloku są zamknięte pokrywami 3. W pokrywach tych są wydrążone przestrzenie powietrzne 4 ograniczone odpowiednio w części górnej i dolnej, stanowiących zamknięcie bloku 1 płytami 5 o średnicy odpowiadającej średnicy wewnętrznej bloku powiększonej o grubość jego ściany bocznej 6. W wyłobionych rowkach zewnętrznej powierzchni ściany bocznej 6 bloku jest umocowany zespół grzejny bloku, w tym wykonaniu oporowy grzejnik 7 w izolacji elektrycznej, przykładowo z włókna szklanego.

Wewnątrz bloku 1 są umieszczone czujniki temperatury, w tym wykonaniu dwa oporowe czujniki 8 temperatury bloku, każdy osadzony w rurce metalowej, zapewniającej dobry kontakt ciepły z blokiem 1. Podstawa bloku wspiera się na wygiętych podstawkach izolacyjnych 9, stanowiących jedyny

bezpośredni kontakt z osłoną grzejną 10, która w swych częściach górnej i dolnej jest zamknięta pokrywami 11. Na zewnętrznej powierzchni osłony grzejnej 10 jest umieszczony zespół grzejny 12 osłony, w tym rozwiązaniu grzejnik oporowy 12, a wewnątrz osłony jest zamocowany czujnik 13. Blacha 14 z duraluminium polerowana od zewnątrz i oksydowana od wewnątrz, nawinięta na zewnętrznej powierzchni osłony grzejnej i na ścianie bocznej bloku stanowi osłonę zabezpieczającą przed stratami do otoczenia ciepła wydzielonego w zespołach grzejszych.

Wymienione wyżej zespoły termostatu są umieszczone w izolacji ciepłej 15. Jak to uwidocznił na fig. 2, jeden z czujników 8, umieszczonych wewnątrz bloku 1 jest sprzężony elektrycznie z zespołem grzejnym 7 bloku 1 za pośrednictwem regulatora głównego R1. Regulator różnicowy R1 łączy różnicowo drugi z czujników zespołu 8 umieszczony w bloku z czujnikiem 13 osłony grzejnej, przy czym regulowany dekadą oporową R sygnał elektryczny, odpowiadający różnicy temperatur określonych przez te czujniki, steruje zespół grzejny 12 osłony 10. Regulator różnicowy sprzęga tym samym stałą zależnością nastawianą dekadą oporową R różnicę temperatur bloku i osłony z mocą grzejną grzejnika 12 osłony 10.

Działanie termostatu jest następujące: Założoną wartość temperatury wewnątrz termostatu ustala regulator główny R1 poprzez określenie zadanej zależności pomiędzy wielkością sygnału elektrycznego z czujnika 8 temperatury wewnątrz bloku z mocą ciepłą grzejnika 7 umieszczonego w ścianie bocznej bloku. Na blok 1 termostatu oddziałują dwa główne źródła zakłóceń ciepłych: wydzielanie się lub pochłanianie ciepła w naczyniach kalorymetrycznych wprowadzanych do wnętrza bloku oraz wymiana ciepła z otoczeniem. Część zakłócającego strumienia ciepłego z otoczenia przenikająca w kierunku do wnętrza bloku 1 poprzez płyty 5 i pokrywę 3 dolną lub górną zostaje zakumulowana częściowo w tych płytach, pozostała jego część, dzięki przestrzeniom powietrznym 4 zostaje w nich prawie całkowicie wytłumiona. Składowa zakłócającego strumienia ciepłego z otoczenia znajduje najmniejszą oporność termiczną przez ścianę boczną 6 bloku 1, kształtując w ten sposób główny kierunek przenikania tego strumienia. Tak ukształtowany strumień zakłóca stan ciepły jednego z czujników 8 zespołu czujników temperatury wewnątrz bloku, który poprzez sprzężenie elektryczne za pośrednictwem regulatora głównego R1 powoduje odpowiednio zwiększenie lub zmniejszenie mocy ciepłej wydzielonej w grzejniku 7 umieszczonym w ścianie bocznej 6, kompensując wpływ tego strumienia na stan równowagi ciepłej i utrzymując założoną uprzednio stabilność ciepłą układu.

Sposób pracy regulatora głównego, który zapewnia stabilizację ciepłą bloku powoduje jednak, że wymiana ciepła pomiędzy blokiem 1 a otoczeniem poprzez ścianę boczną tego bloku jest, szczególnie w wyższych temperaturach, bardzo intensywna. Jest to przyczyną wystąpienia zmiennego i niejednorodnego pola temperaturowego wewnątrz bloku,

w pobliżu naczyń kalorymetrycznych, a w szczególności na powierzchni oddzielającej te naczynia od bloku. Zjawisko to jest źródłem dodatkowych błędów pomiarów kalorymetrycznych.

W celu ustalenia i/lub regulacji strumienia ciepła pomiędzy blokiem 1 i osłoną 10, wchodzących w skład obwodu cieplnego, w których zachodzi zasadnicza wymiana ciepła bloku 1 z otoczeniem wprowadzane jest do tego obwodu sterowane źródło temperaturowe. Źródło to tworzą zespoły grzejne 7 i 12 bloku i osłony kontrolowane regulatorem różnicowym R2, który jest sterowany przez oporowe czujniki temperatury 8 i 12 umieszczone w bloku i osłonie, połączone różnicowo i zawierające w swoim obwodzie dekadę oporową R. Sygnał różnicowy odpowiadający różnicy sygnałów otrzymywanych z obydwu czujników steruje grzejnik osłony umożliwiając dodatkowe nastawienie dekadą oporową założonej różnicy temperatur pomiędzy blokiem i osłoną. Tak zrealizowana możliwość zmiany temperaturowych własności dynamicznych bloku w trakcie reakcji umożliwia uzyskanie dokładnej kompensacji wielkości strumienia cieplnego doprowadzonego z naczyń kalorymetrycznych do bloku.

W przykładowo rozwiązany termostacie kalorymetrycznym osiąga się stałość zadanej temperatury w granicach $\pm 1.10^{-4}$ w przedziale 25—500°C, przy czym gradient temperatury wzdłuż osi bloku nie przekracza 1 stopnia w całym wymienionym zakresie temperatur. Zastępcza stała czasowa termostatu z układem regulacji temperatury wynosi kilka minut i praktycznie czas regulacji nie przekracza 5—15 minut w zależności od wielkości zadanej temperatury.

Głównym czynnikiem decydującym o czasie przygotowania termostatu do pracy jest zatem jedynie podgrzewanie termostatu, a nie czas ustalania się równowagi cieplnej. Umożliwia to stosunkowo szybkie i dokładne zapewnienie żądanych warunków temperaturowych dla pomiarów w kalorymetrach

wymieniających ciepło z otoczeniem, niezależnie od wielkości i dynamiki tej wymiany. Cechy te są szczególnie istotne przy konstrukcji i działaniu modułowych układów kalorymetrycznych przeznaczonych do pomiarów efektów cieplnych różnorodnych przemian i reakcji w szerokim zakresie temperatur.

Zastrzeżenie patentowe

Termostat kalorymetryczny wyposażony w blok kalorymetryczny z otworami na naczynia kalorymetryczne oraz z umieszczonymi w nim czujnikami temperatury i zespołem grzejnym, usytuowany w osłonie zawierającej zespół grzejny i czujnik temperatury, **znamienny tym**, że blok kalorymetryczny (1) ma wzdłuż ścian biernych (5) zamknięte przesłony powietrzne (4), będące pod normalnym lub obniżonym ciśnieniem, oddzielające cieplnie te ściany od wnętrza bloku, zachowując jednocześnie dobre przewodnictwo cieplne wnętrza bloku z czynną ścianą (6) bloku, w której jest umieszczony zespół grzejny (7) bloku usytuowany współosiowo z zespołem grzejnym (12) osłony (10), tworząc obwody cieplne o zwiększonej oporności cieplnej w kierunku ścian biernych bloku oraz uprzywilejowany obwód cieplny o małej oporności cieplnej obejmujący zespoły grzejne (7, 12) bloku i osłony, jak również przestrzeń między nimi, przy czym zespoły te są połączone elektrycznie oraz sterowane z oddzielnych regulowanych źródeł (R1), (R2) energii elektrycznej i stanowią źródło temperaturowe termostatu, kontrolowane przez czujniki temperatury (8, 13) umieszczone w bloku i osłonie, które realizuje zadaną wartość strumienia cieplnego pomiędzy blokiem i osłoną, przy czym jeden z czujników (8) temperatury umieszczony w bloku kontroluje moc cieplną wydzielaną w zespole grzejnym (7) bloku realizując zadaną wartość temperatury tego bloku.

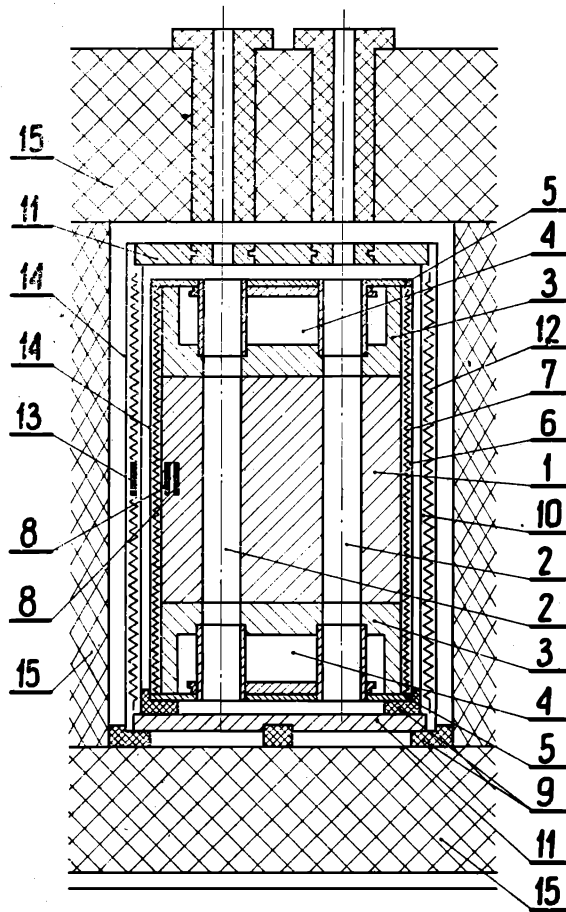


Fig.1

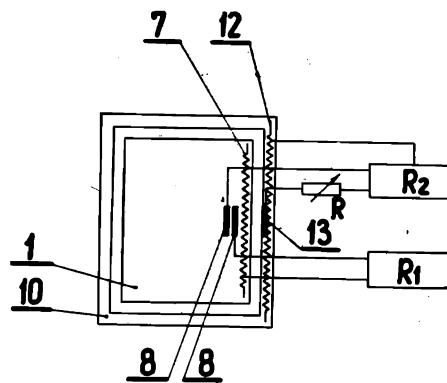


Fig.2