



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

209236
(11) (B1)

(22) Přihlášeno 15 05 79
(21) (PV 3344-79)

(51) Int. Cl.³
G 01 K 19/00,
G 01 K 7/24

(40) Zveřejněno 27 02 81
(45) Vydáno 01 05 83

(75)

Autor vynálezu

HULEJA JOSEF ing.,
BRANDŠTETR JIŘÍ doc. ing. CSc., BRNO,
KUPEC JOSEF RNDr., KUŘIM a
HOVORKA OLDŘICH ing., HRADEC KRÁLOVÉ

(54) Odporové topné tělísko pro kalibraci teplotních impulsů kalorimetrických měření

Vynález se týká odporového topného tělíska pro kalibraci teplotních impulsů při kalorimetrických měřeních.

Při termochemických měřeních a vypracování nových metod v kvantitativní termochemické analýze je nutné znát velikost reakčního tepla sledované reakce v roztocích v joulech na mol nebo v joulech na gram reagující látky. Obdobně je tomu při měření tepelných kapacit různých látek.

Znáмым způsobem kalibrace při kalorimetrických měřeních je použití ponorných odporových topných tělísek, vyhříváných elektrickým proudem známé hodnoty ze stabilizátoru proudu nebo napětí po přesně známou dobu. Konstrukce těchto tělísek se často principiálně liší, zejména materiál topného tělíska a jeho tepelná kapacita. Nejčastěji užívaným typem tělíska je skleněná trubička s odporovou spirálou z manganinového drátku naplněná olejem pro lepší odvod tepla nebo s uhlíkovým odporem. Skleněné stěny trubičky se postříbí nebo pozlatí, případně trubička může být celá ze zlata. Pro kalibraci velmi slabým příkonem se užívá miniaturních resistorů s kovovou odporovou vrstvou zatavených v teflonové trubičce.

Tato tělíska jsou často dodávána jako součást kalorimetrického zařízení. Poměrně dobře pracují malá topná tělíska pro proudy řádově v tisícinách a setinách ampéru a mají dobré uplatnění zvláště

v mikrokolorimetrii a dále v těch případech, kdy je zapotřebí dodávat malé množství tepelné energie po delší dobu. Pro rychlejší reakce, při nichž se během několika vteřin uvolní reakční teplo řádově až ve stovkách jouleů, nejsou tato tělíska vhodná.

Nevýhody dosavadních zařízení odstraňuje odporové topné tělísko pro kalibraci teplotních impulsů kalorimetrických měření podle vynálezu sestávající z chemicky rezistentní typinky s odporovou vrstvou, jehož podstatou je, že odporová vrstva z nitridu tantalu nanesená na půlkulatém konci tyčinky z korundu je spojena vodivou vrstvou na tyčince s přívody elektrického proudu, přičemž odporová vrstva a vodivá vrstva je pokryta ochrannou vrstvou s výhodou z napařeného korundu.

Při kalibraci se odporové topné tělísko ponoří více než z poloviny do měřené kapaliny v reakční kádince a připojí se měděnými vodiči ke zdroji stabilizovaného proudu nebo napětí, který je opatřen přesným měřicem doby průchodu elektrického proudu a spínačem pro současné zapnutí nebo vypnutí proudu i časoměru. Volíme takovou hodnotu odporu tělíska i proudu či napětí, aby kalibrace imitovala teplotní impuls sledované reakce co možná nejvěrněji, k čemuž slouží nejlépe zapisovač, připojený nejčastěji k Wheatstoneovu

209236

můstku s termistorem jako teplotním čidlem. Za tím účelem je většinou nutné proud do tělíska několikrát zapnout a vypnout.

Výhodou je, že měření a kalibrování se provádí v tomtéž roztoku, takže odpadají potíže s přepočty a korekcemi způsobenými různými hodnotami měrného tepla a tepelné kapacity, přestupem tepla do okolí a není nutné stanovovat hodnotu tepelné kapacity měřicího zařízení. Použitý časoměr lze upravit tak, aby digitální displej zařízení ukázal hodnotu reakčního tepla přímo v joulech.

V případě, kdy sledovaná reakce je endotermního charakteru, přepóluje se po provedení sledované reakce výstup z mostu a ochlazený roztok se topným odporovým tělískem ohřívá.

Vynález je blíže popsán na příkladu provedení odporového topného tělíska v přiloženém obrázku.

Odporová vrstva 1 z nitridu tantalu je nanášena na polokulovém konci tyčinky 2 z korundu. Po protilehlých stranách tyčinky 2 jsou nanášeny nejprve dvě tenké oddělené vrstvy 3 kyslíčnicku chromitého, přesahující odporovou vrstvu 1. Obě vrstvy 3 z kyslíčnicku chromitého jsou pokryty dvěma vrstvičkami 4 napařeného zlata. K zlatým vrstvičkám 4 jsou připojeny měděné přívodní dráty 5. Celé odporové topné tělísko je pokryto izolační ochrannou vrstvou 6 například z napařeného korundu.

Jako nejvhodnější materiál pro nosič odporové vrstvy byl vybrán korund, který má vysokou tepelnou vodivost, nízkou tepelnou akumulaci schopnost, je chemicky vysoce odolný a má přízni-

vou hodnotu teplotního součinitele odporu. Jako materiálu vlastní nanášené odporové vrstvičky bylo použito nitridu tantalu Ta_3N_5 . Podle tloušťky vrstvičky lze tělísko realizovat od nejnižších hodnot odporu k nejvyšším použitelným, například 10 až 500 ohmů. Nitrid tantalu snese teplotu 400 °C po dobu 10 minut, je chemicky odolný, rozpouští se pouze částečně ve směsi kyseliny dusičné a fluorovodíkové. Po chemické pasivaci převedením jeho povrchové vrstvičky na kysličník tantaličný se dosáhne ještě lepší chemické odolnosti. Přívody stabilizovaného elektrického proudu k odporové vrstvičce jsou realizovány ze zlata nanášeného napařovací technikou ve dvou pruzích o tloušťce několika μm na vrstvičce kysličníku jiného kovu, která dokonale ulpívá na korundu a zvyšuje tak mechanickou odolnost nitridu tantalu.

Celé odporové topné tělísko včetně přívodních ploch je nutno chránit vhodnou ochrannou vrstvičkou proti korozivnímu působení kapaliny, v níž se provádí měření. Toto pokrytí se provede například napařením korundu nebo nitridu tantalu, který se pak ponořením do kyseliny fluorovodíkové nebo dusičné pasivuje. Lze použít též tenkých nástrůbků a nátěrů z hydrofobních a chemicky odolných plastů, například teflonových nebo epoxidových. Tyto ochranné povlaky z plastů jsou z hlediska tepelných vlastností tělíska méně výhodné, poněvadž zpomalují rychlost předávání tepla do kapaliny. Poněvadž korund je dobrým vodičem tepla, mohlo by jinak dojít k odvodu tepla tímto nosičem a bezodporovými přívody proudu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Odporové topné tělísko pro kalibraci teplotních impulsů kalorimetrických měření sestávající z chemicky rezistentní tyčinky s odporovou vrstvou vyznačující se tím, že odporová vrstva (1) z nitridu tantalu nanášená na půlkulatém konci tyčinky (2)

z korundu je spojena vodivou vrstvou (4) na tyčince (2) s přívody (5) elektrického proudu, přičemž odporová vrstva (1) a vodivá vrstva (4) je pokryta ochrannou vrstvou (6) s výhodou z napařeného korundu.

1 výkres

