

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

90160

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 25.07.73 (P. 164300)

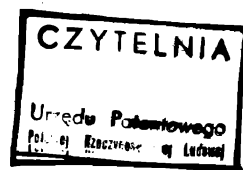
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 01.09.75

Opis patentowy opublikowano: 30.07.1977

MKP G01n 33/20

Int. Cl.² G01N 33/20



Twórcy wynalazku: Janina Sokołowska, Andrzej Rokicki

Uprawniony z patentu: Instytut Metali Nieżelaznych, Gliwice (Polska)

Analizator tlenu w miedzi i niektórych jej stopach

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie przeznaczone do oznaczania zawartości tlenu w miedzi i niektórych jej stopach w zakresie od 0,005 do 5% wagowych.

Znane urządzenie do oznaczania tlenu w miedzi, opisane w Analytical Chemistry tom 31, rok 1959, str. 281, składa się z kwarcowej rury reakcyjnej umieszczonej w indukcyjnym piecu grzewczym. Z jednej strony rury kwarcowej umieszcza się próbkę metalu w otwartej grafitowej łódce. Drugi koniec rury połączony jest z wakuometrem rtęciowym w kształcie U-rurki oraz poprzez szklany zawór z pompą próżniową.

Działanie znanego analizatora polega na redukcyjnym stopieniu i ekstrakcji termicznej próbki metalu, przy czym ciśnienie tlenu węgla wydzielonego podczas topienia próbki a mierzone wakuometrem jest miarą zawartego w niej tlenu.

Znane są również urządzenia próżniowe do analizy tlenu w metalach, przeznaczone są do oznaczania śladowych zawartości tego składnika tj. od 10^{-4} %. Stosuje się w nich skomplikowane elektroniczne układy pomiarowe mierzące różne własności fizyczne tlenu lub dwutlenku węgla.

Celcm wynalazku jest zbudowanie analizatora tlenu w miedzi i niektórych jej stopach o prostej konstrukcji, łatwego w obsłudze i konserwacji a umożliwiającego szybki i dokładny w warunkach przemysłowych pomiar ilości tlenu od zawartości $5 \cdot 10^{-3}$ % wagowych wzwyż.

Według wynalazku analizator tlenu w miedzi posiada korpus komory reakcyjnej wykonany z dwóch rur kwarcowych połączonych korzystnie pod kątem prostym. Wewnątrz jednej rury kwarcowej, w której odbywa się topienie próbek umieszczony jest uchwyt na próbkę. Uchwyt ten utworzony jest przez odpowiednio ukształtowane zakończenie walca kwarcowego, którego przeciwległy koniec rozszerzony stożkowo stanowi rozłączne zamknięcie komory reakcyjnej. Układ zaworów umieszczony jest w bloku zaworowym, który za pomocą dwóch oddzielnych łączników połączony jest z komorą reakcyjną i z pompą próżniową. Blok zaworowy wyposażony jest również w cztery gniazda na zawory elektromagnetyczne. W wewnętrznej części bloku zaworowego znajduje się kanał o znanej objętości stanowiący pojemność dodatkową komory reakcyjnej. Końcówki rur kwarcowych stanowiące korpus komory reakcyjnej korzystnie posiadają odpowiednie wywinięcie tworzące płaszcz wodny. Urządzenie wyposażone jest w układ programujący automatyczne sterowanie zaworami od momentu założenia próbki do pieca do momentu zakończenia cyklu analitycznego, który składa się z wybieraka programu,

automatycznego sterującego układu, pierwszego układu czasowego zabezpieczającego wstępne odgazowanie próbki oraz drugiego układu czasowego zabezpieczającego wykonanie analizy, to jest stopienie próbki, odgazowanie oraz poprzez elektroniczny układ sygnalizujący poinformowanie o konieczności pomierzenia ciśnienia wydzielonego gazu.

Urządzenie posiada również trzeci elektroniczny układ czasowy, poprzez który następuje odpowiednie sterowanie zaworami elektromagnetycznymi, w celu zapowietrzenia komory reakcyjnej i przygotowanie analizatora do następnej analizy.

Urządzenie wyposażone jest korzystnie w nomogram obliczeniowy, umożliwiający szybkie odczytanie wyników w procentach wagowych tlenu na podstawie odzysku wartości ciśnienia gazu wydzielonego z próbki bez dokonywania obliczeń.

Zaletą wynalazku jest uzyskanie korzystnych warunków chemicznych i termodynamicznych, które uzyskano przez zastosowanie układu zamkniętego znajdującego się w obszarze od kilku do 300 Tr, który z teoretycznego punktu widzenia stwarza korzystniejsze warunki redukcji tlenków miedzi, niż to jest możliwe przy systemie ciągłego pompowania sterowanym w znanych próżniowych analizatorach tlenu w metalach.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schemat ogólny analizatora, a fig. 2 schemat blokowy sterowania elektrycznego.

Urządzenie do oznaczania tlenu w miedzi pokazane na fig. 1 posiada kwarcową komorę 1 reakcyjną. Komora złożona jest z dwu rur połączonych trwale ze sobą. Jedna rura, w której odbywa się topienie próbek, zamknięta jest szczelnie dopasowanym uchwytem 2 na próbki. Uchwyt skonstruowano tak, że spełnia funkcję zamknięcia próżniowej komory, ustawienia próbki zamkniętej w grafitowym tygielku 3 w optymalnej strefie grzewczej pieca 4 oraz dzięki celowo dobranym wymiarom zmniejsza objętość pomiarową, której wielkość decydująco wpływa na dokładność pomiaru.

Druga rura zakończona stożkowym szlifem osadzona jest na łączniku 5. W podanym przykładzie objętość pomiarowa, którą zajmuje gaz wydzielony z próbki składa się z wolnej objętości komory reakcyjnej, objętości łącznika 5 oraz wolnej objętości wakuometru 10. Łącznik 5 posiada trzy końcówki: końcówkę 6 w formie stożkowego szlif do połączenia z rurą komory 1 reakcyjnej, końcówkę 7 po stronie przeciwległej wchodzącą do gniazda bloku 12 zaworów oraz końcówkę 8 służącą do połączenia poprzez giętki wąż 9 wakuometrem 10 rtęciowym. Skrócony wakuometr zbudowany w kształcie U-rurki posiada jedno ramię zaklecone, a drugie które jest ramieniem pomiarowym wyposażono w ruchomą, oświetloną skalę 11. Końcówka 7 łącznika 5 stanowi siedzenie zaworu 13 elektromagnetycznego, którym zamyka się komorę reakcyjną. Taka konstrukcja zamknięcia umożliwia minimalizację objętości pomiarowej komory.

Zawór 13 elektromagnetyczny mocowany jest w bloku 12 zaworowym. Blok zbudowany w kształcie prostopadłościanu wykonano z niemagnetycznej stali kwasoodpornej. W bloku tym oprócz zaworu 13 znajdują się gniazda elektromagnetycznych zaworów 14, 15, 16 oraz końcówki 7 i 17. Zawór 14 elektromagnetyczny zbudowany podobnie jak zawór 13, przy czym gniazdem tego zaworu jest łącznik z pompą.

W komorze 1 reakcyjnej w czasie analizy panuje podciśnienie i aby wyjąć uchwyt 2 konieczne jest zapowietrzenie komory 1, co uzyskuje się przez zamknięcie elektromagnetycznego zaworu 14 i otwarcie elektromagnetycznego zaworu 15 a następnie zaworu 13. Dla zmniejszenia spalania się tygielków grafitowych przewidziana jest możliwość chłodzenia innym gazem niż powietrzem np. azotem przez zawór 16 elektromagnetyczny.

Utrzymanie stałej temperatury w piecu 4 grzewczym zrealizowane jest w ten sposób, że regulację temperatury utrzymuje termoregulator 18, którego termopara umieszczona jest we wgłębieniu ukształtowanym w komorze 1 reakcyjnej. Piec 4 grzewczy zasilany jest ze specjalnie skonstruowanego autotransformatora 19 o niskim napięciu i wysokim amperażu.

Celem zabezpieczenia próżniowej szczelności stożkowych szlifów kwarc-metal komory 1 reakcyjnej narażonych na działanie temperatury są one chłodzone wodą. Instalacje chłodzenia wodnego uruchamia się zaworem 20. W instalacji tej znajduje się automatyczny wyłącznik 21, który w przypadku braku wody w układzie chłodzenia wyłącza grzanie pieca 4 elektrycznego.

Próżnię w analizatorze wytwarza rotacyjna pompa próżniowa 22, która próżniowym przewodem 23 połączona jest z zaworowym blokiem 12. Analizator posiada podwójny elektryczny układ sterowania, ręczny i automatyczny przedstawiony na schemacie blokowym fig. 2.

Po załączeniu zasilania (element 24) i wybraniu programu 32 sterowania ręcznego można załączać i wyłączać poszczególne zawory elektromagnetyczne według dowolnej kolejności (element 31). Pompę 22 próżniową załącza i wyłącza się oddzielnym przyciskiem sterowania ręcznego (element 34). W podobny sposób załącza i wyłącza się grzanie piecyka elektrycznego (element 35) z tym, że nastawioną temperaturę na termoregulatorze utrzymuje automatycznie termoregulator 18. Dla ułatwienia pomiaru przy powtarzalnych

analizach przemysłowych zaprojektowano układ sterowania automatycznego cyklem analizy od momentu załadowania badanej próbki do zakończenia analizy. Układ ten składa się z wybieraka programu 25 automatycznej pracy, sterującego układem 26, przy pomocy którego impuls sterowniczy podany jest do pierwszego czasowego układu 27, który odmierza czas odgazowania próbki i komory 1 reakcyjnej oraz jednocześnie otwiera elektromagnetyczny zawór 13. Po odmierzeniu czasu przez układ 27 impuls sterowania podany jest do drugiego czasowego układu 28 oraz do zaworu 14 elektromagnetycznego, który zostaje zamknięty i rozpoczyna się właściwe topienie próbki w przestrzeni zamkniętej komorą reakcyjną. Czas topienia może być zmienny i nastawiony jest w drugim czasowym układzie 28. Krótco przed zakończeniem nastawionego czasu elektroniczny sygnalizacyjny układ 29 sygnałem świetlnym i akustycznym informuje obsługującego o zakończeniu pomiaru i konieczności dokonania odczytu ciśnienia na wakuometrze 10 rtęciowym. Po czasie około 20 sekund impuls z układu 29 uruchamia elektroniczny czasowy układ 30 powodujący przesterowanie zaworami elektromagnetycznymi układu 31. Następuje otwarcie zaworów 13 i 15 oraz zamknięcie zaworu 14 odcinającego pompę próżniową. Po kilku sekundach elektroniczny układ 30 czasowy powoduje wyłączenie programu automatycznego sterowania, zawór 13 i 15 zamykają się a zawór 14 otwiera się. Urządzenie po wyjęciu próbki i załadowaniu nowej, nadaje się do następnej analizy według cyklu opisanego wyżej lub przy sterowaniu ręcznym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Analizator tlenu w miedzi i niektórych jej stopach, składający się z komory reakcyjnej, wakuometru, pieca grzewczego, układu zaworów, pompy próżniowej i układu sterującego, z n a m i e n n y t y m, że korpus komory (1) reakcyjnej wykonanej z dwóch rur kwarcowych połączonych korzystnie pod kątem prostym, przy czym wewnątrz jednej rury kwarcowej umieszczony jest uchwyt na próbkę (3) utworzony przez odpowiednio ukształtowane zakończenie walca (2) kwarcowego, którego przeciwległy koniec, rozszerzony stożkowo stanowi rozłączne zamknięcie komory (1) reakcyjnej, a układ zaworów umieszczony jest w bloku (12) zaworowym, który wyposażony jest w łącznik (6) z komorą reakcyjną, łącznik (17) z pompą próżniową oraz w gniazda na elektromagnetyczne zawory (13, 14, 15, 16), przy czym blok zaworowy posiada kanał o znanej objętości stanowiący pojemność dodatkową komory (1) reakcyjnej.

2. Analizator według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że końcówki rur kwarcowych stanowiące korpus komory (1) reakcyjnej korzystnie posiadają odpowiednie wywiniecie tworzące płaszcz wodny.

3. Analizator według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że wyposażony jest w układ programujący automatycznym sterowaniem zaworami, który składa się z wybieraka programu (25), automatycznego układu (26) sterującego, trzech układów czasowych (27, 28 i 30) oraz z elektronicznego układu sygnalizującego (29).

4. Analizator według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że korzystnie wyposażony jest w nomogram obliczeniowy.

