



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204 477

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 01 79
(21) PV 39-79

(51) Int. Cl.³ B 01 J 19/00

(40) Zveřejněno 31 07 80
(45) Vydáno 01 09 83

(75)

Autor vynálezu

BRANDŠTETR JIŘÍ doc. ing. CSc.

ROVNANÍKOVÁ PAVLA RNDr., BRNO

HULEJA JOSEF ing.

(54)

Zařízení k provádění termochemických rozborů při rozdílné teplotě mísených roztoků

1

Vynález se týká zařízení k provádění termochemických rozborů pro případ, že analyzovaný roztok má jinou teplotu než roztok činidla.

Termochemické analytické metody jsou založeny na přesném měření teplotního rozdílu, způsobeného uvolněním nebo pohlcením teplem při chemických reakcích, nejčastěji mezi dvěma kapalinami. Pro měření tepel reakcí v roztocích byl navržen značný počet směšovacíh kalorimetrů, jejichž konstrukce se značně liší s ohledem na stanovené reakční podmínky, účel měření a požadovanou přesnost. Ve všech případech se mísené kapaliny předem temperují na stejnou teplotu. Pokud takové zařízení slouží pro účely tak zvané injekční entalpiometrie v analytické chemii, roztok činidla se nejčastěji přidává z pipetky, která se po naplnění ponoří do analyzovaného roztoku na potřebnou dobu, aby se dosáhlo vyrovnání teplot obou roztoků. Po smísení obou roztoků proběhne chemická reakce a měří se vzniklá změna teploty, úměrná obsahu reagující stanovované složky ve vzorku. Zařízení používaná pro účely chemických rozborů metodou injekční entalpiometrie neumožňují míchat roztokem činidla v pipetce a jeho teplota se neměří, takže o nulovém teplotním rozdílu obou mísených kapalin není objektivní jistota.

Tento krok postupu je proto často zdrojem chyb, zvláště při použití větších objemů činidla. Ponorná pipetka zbytečně zvyšuje tepelnou kapacitu reakční části zařízení a při

204 477

opakovaném používání vyžaduje pečlivé oplachování a osušení. V některých případech se stanovují postupně i tři složky v jediném roztoku a potom se používá tři ponorných pipetek. Manipulace s nimi a potřebná doba k temperování, kterou je možno pouze odhadnout, prodlužuje dobu potřebnou k provedení měření, neumožňuje dostatečně rychlou výměnu vzorků a tím omezuje možnosti provádění rychlých sériových chemických rozborů. Je známo zařízení pro účely termochemických rozborů, které je vybaveno stolním počítačem, řešícím různé korekce, jako například teplo vyměňované s okolím, případně eventuální nelineární závislost změřené teplotní změny na koncentraci stanovované složky, avšak konstrukce reakčního bloku založená na použití ponorných pipetek pro roztoky činidla s následujícím temperováním nedává možnosti dalšího zjednodušení a tím urychlení celého postupu.

Uvedené nevýhody a nedostatky odstraňuje zařízení k provádění termochemických rozborů při rozdílné teplotě mísených roztoků podle vynálezu, jehož podstatou je, že sestává z reakční nádoby s víkem opatřeným míchadlem a teplotním čidlem a z alespoň jedné zásobní láhve činidla se zátkou, v níž je uloženo další teplotní čidlo, další míchadlo a dávkovač činidla, propojený s reakční nádobou trubičkou zaústěnou do horní části reakční nádoby.

Podle výhodného provedení zařízení podle vynálezu je mezi reakční nádobou a zásobními lahvemi činidla izolační nádoba, v níž jsou vloženy trubičky ve tvaru hadů, přičemž v uzávěru izolační nádoby je uloženo další teplotní čidlo a další míchadlo.

Výhodné je rovněž, když reakční nádoba, zásobní láhve a izolační nádoba s trubičkami ve tvaru hadů jsou vloženy v kapalinové temperační vaně s děleným víkem.

Výhodou zařízení podle vynálezu je, že umožňuje vzít současně v úvahu korekci na teplo přiváděné mícháním, výměnu tepla s okolím, nelinearitu závislosti měřené výstupní elektrické veličiny na teplotě a další specifické korekce podle povahy měření. Další výhodou zařízení je možnost stanovení více složek v jednom roztoku postupným přidáváním více činidel různého typu. Uspořádání zařízení zajišťuje malé teplotní rozdíly mezi mísenými roztoky i zařízením, takže vypočítané korekce jsou poměrně malé, čímž je příznivě ovlivněna reprodukovatelnost měření.

Příkladné provedení zařízení podle vynálezu je znázorněno na výkresech, kde obr. 1 představuje schematický svislý řez zařízením v nejjednodušším provedení v nárysu a obr. 2 schematický svislý řez zařízením s kapalinovou temperační vanou.

Zařízení podle obr. 1 je tvořeno reakční nádobou 1 z plastické hmoty pro analyzovaný roztok 2, která je opatřena víkem 3 s teplotním čidlem 4 a míchadlem 5. Reakční nádoba 1 je trubičkou 6 z plastické hmoty, ústící do horní části reakční nádoby 1 nad hladinou analyzovaného roztoku 2, spojená s dávkovačem 7, vloženým v zásobní láhvi 8 činidla 9 a opatřeným pístem 10. Zásobní láhev 8 je opatřena zátkou 11, v níž je kromě zmíněného dávkovače 7 zabudováno další teplotní čidlo 12 a další míchadlo 13. Míchadla 5 a 13 jsou připojena k neznázorněnému pohonnému ústrojí.

Toto popsané zařízení v nejjednodušším provedení může být pro přesnější měření a možnost postupného přidávání více činidel 2 různého typu, případně k provádění série měření, doplněno o další části, jak je znázorněno na obr. 2. Reakční nádoba 1 je vložena v Dewarově nádobě 14 a trubička 6, spojující reakční nádobu 1 s dávkovačem 7, je vložena v izolační nádobě 15 a je vytvořena ve tvaru hada 16 ponořeného v kapalinové lázni 17. Izolační nádoba 15 je opatřena uzávěrem 18, v němž je kromě přívodní a výstupní části trubičky 6 uloženo další teplotní čidlo 19 a další míchadlo 20. Toto doplněné zařízení je umístěno v kapalinové temperační vaně 21 s temperovanou kapalinou 22. V děleném víku 23 kapalinové temperační vany 21 je otočně uloženo další míchadlo 24 neznázorněného míchacího ústrojí. V kapalinové temperační vaně 21 je v obr. 2 znázorněna odměrná banka 25 s analyzovaným roztokem 2. Pro postupné přidávání více činidel 2 různého typu může být v zařízení použito více zásobních lahví 8, z jejichž dávkovačů 7 jsou trubičky 6 vloženy v jedné izolační nádobě 15 ve tvaru hadů 16.

Postup práce na zařízení podle obr. 2 je následující:

Do reakční nádoby 1 se vleje analyzovaný roztok 2, spustí se víko 3 s teplotním čidlem 4 a míchadlem 5. Po připojení dávkovače 7 v čínidlem 2 naplněné zásobní láhvi 8 k trubičce 6 se pohybem pístu 10 dávkovače 7 naplní čínidlem 2 celá trubička 6 včetně její části ve tvaru hada 16. Potom se píst 10 dávkovače 7 nastaví na požadovaný objem čínidla 2 a uvedou se do chodu neznázorněná pohonná ústrojí míchadel 5 a 20. Po odečtení teplot analyzovaného roztoku 2 a čínidla 2, změřených teplotními čidly 4 a 12, se stlačí píst 10 dávkovače 7, čímž se předem nastavený objem čínidla 2 převede trubičkou 6 do reakční nádoby 1 s analyzovaným roztokem 2, kde dojde k chemické reakci. Po skončení této reakce se odečte teplota analyzovaného roztoku 2. Změřené hodnoty teplot lze zpracovat na počítači, který současně provede korekci na rozdílnou teplotu mísených roztoků, výměnu tepla s okolím a na případnou nelinearitu závislosti změřené teplotní změny na koncentraci stanovované složky. Popsaný postup práce na zařízení lze zautomatizovat použitím neznázorněného časovacího spínacího relé, které v předem určené době umožní odečtení a zaznamenání teploty obou roztoků, dá povel ke vstřiku čínidla a zaznamenaná poreakční teplotu.

Zařízení podle vynálezu je možno využít pro sériové termochemické rozbory s dalším uplatněním ve fyzikální chemii, organické chemii a přílehlých oborech.

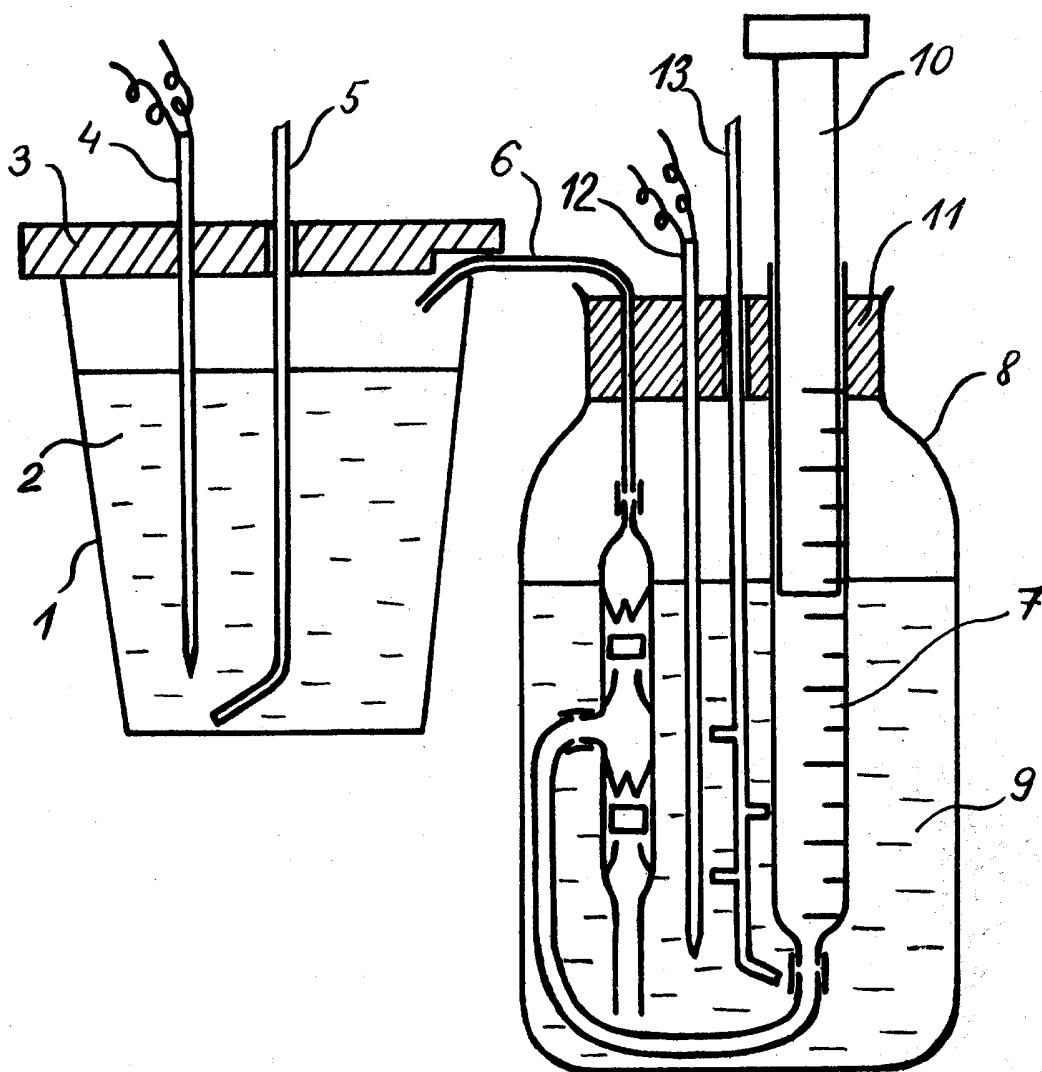
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Zařízení k provádění termochemických rozborů při rozdílné teplotě mísených roztoků, vyznačující se tím, že sestává z reakční nádoby (1) s víkem (3) opatřeným míchadlem (5) a teplotním čidlem (4) a z alespoň jedné zásobní láhve (8) čínidla (9) se zátkou (11), v níž je uloženo další teplotní čidlo (12), další míchadlo (13), a dávkovač (7)

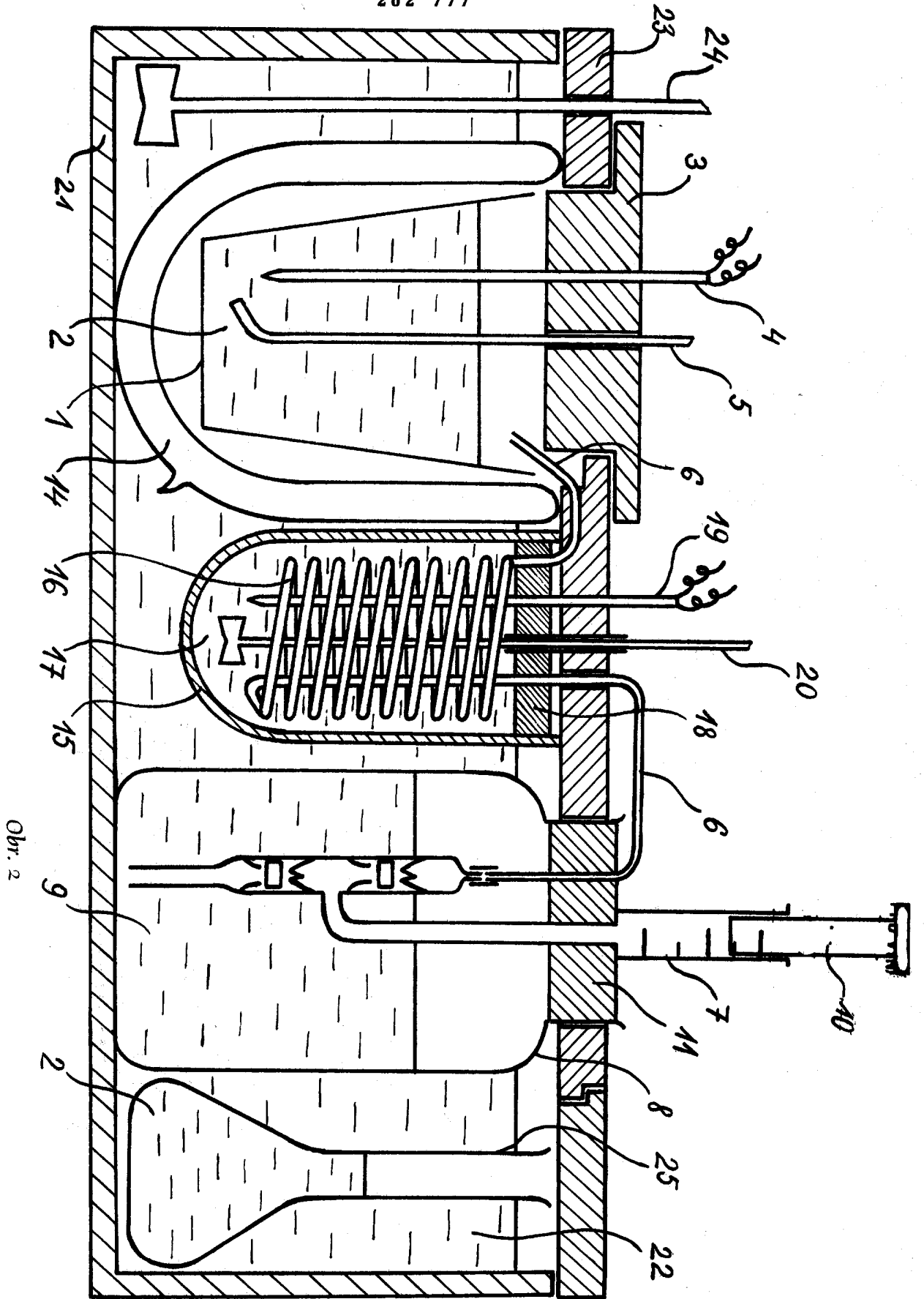
204 477

- čínidla (9), propojený s reakční nádobou (1) trubičkou (6) zaústěnou do horní části reakční nádoby (1).
2. Zařízení podle bodu 1, vyznačující se tím, že mezi reakční nádobou (1) a zásobními láhvemi (8) čínidla (9) je izolační nádoba (15), v níž jsou vloženy trubičky (6) ve tvaru hadů (16), přičemž v uzávěru (18) izolační nádoby (15) je uloženo další teplotní čidlo (19) a další míchadlo (20).
3. Zařízení podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že reakční nádoba (1), zásobní lahve (8) a izolační nádoba (15) s trubičkami (6) ve tvaru hadů (16) jsou vloženy v kapalinové temperační vaně (21) s děleným víkem (24).

2 výkresy



Obr. 1



Obv. 2