



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 556

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 09 80
(21) PV 6332-80

(51) Int. Cl. G 01 N 19/10

(40) Zveřejněno 27 05 83
(45) Vydáno 01 10 84

(75)

Autor vynálezu HORÁK JAROMÍR doc. dr. ing. CSc., PARDUBICE
METELKA VÁCLAV, SEZEMICE
SÖHNEL OTAKAR ing. CSc., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob stanovení obsahu fyzikálně vázané vody

Vynález se týká způsobu stanovení obsahu fyzikálně vázané vody v pevných materiálech.

Pro stanovení obsahu vody v materiálech povahy iontově-kovalentních, iontových nebo kovalentních, byly vedle klasické metody úbytku váhy po sušení vyvinuty v poslední době různé fyzikální metody; významné jsou zejména ty, které jsou založeny na sledování interakce záření s molekulami vody. Osvědčily se zejména hygrometry pracující na bázi stanovení absorpce neutronů nebo na principu sledování intenzity pásů odpovídajících vibračním OH^- skupin v blízké I° oblasti.

Zatímco klasická metoda stanovení úbytku váhy po vysušení je sice přesná, ale získání informace o vlhkosti materiálů

224 558

vyžaduje značného času, poskytují hygrometry opírající se o stanovení fyzikálních vlastností soustavy pevná fáze - voda informaci sice rychle, ale zařízení jsou velmi nákladná, ne obecně použitelná a až doposud pro provozní účely např. v chemických výrobnách málo vhodná.

Jsou známy i kapacitní měřiče vlhkosti založené na poznatku, že jistá koncentrace molekul vody ve zkoumaném vzorku způsobuje změny kapacity vzorku vyvolané vysokou permitivitou vody. Změna kapacity může být měřena přímo nebo převedena na změnu jiného parametru pomocí něhož se měří obsah vody. Obecnou charakteristikou metod založených na sledování změny kapacity je omezená použitelnost, zvláště pro stanovení vlhkosti v pevných polykrystalických látkách. U látek s velmi malými dielektrickými ztrátami je nutné volit měřicí kmitočty 20 až 30 MHz.

Podstatně výhodnějším se jeví způsob stanovení obsahu fyzikálně vázané vody v pevných materiálech iontově-kovalentních, iontových nebo kovalentních podle předkládaného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se měří dielektrická ztráta měrného kondenzátoru se vzorkem v rezonančním elektrickém obvodu a to zjišťováním amplitudy kmitů měrného obvodu, přičemž dielektrická ztráta měrného kondenzátoru se vzorkem materiálu je empiricky závislá na druhu materiálu a obsahu vody.

Princip způsobu podle předkládaného vynálezu je založen na měření dielektrických vlastností systému polykrystalický materiál - voda. Fyzikálně sorbované molekuly vody na povrchu polykrystalických materiálů jsou poutány slabými vazbami řádově 0,001 až 0,01 eV. Nachází-li se polykrystalický materiál

ve vysokofrekvenčním poli, projevují se změny koncentrace sorbované vody výraznými změnami hodnot koeficientu jakosti obvodu. Dipoly vody, které jsou s ohledem na povahu vazby při laboratorní teplotě kvasivolné, sledují změny polarizace elektrod měrného kondenzátoru a dochází ke vzniku dielektrických ztrát.

Povaha vazby fyzikálně sorbované molekuly vody závisí však do jisté míry na vlastnostech povrchu polykrystalické látky, na distribuce velikosti částic a na jejich povrchu.

Naproti tomu chemisorbované molekuly vody nebo molekuly vestavěné do mřížky krystalu, tedy krystalová voda, nevyvolává dielektrické ztráty, způsobuje obvykle jen změnu kapacity zkoumaného vzorku. Změny dielektrických vlastností měřeného vzorku materiálu v závislosti na obsahu vlhkosti jsou u látek iontového, iontově-kovalentního a kovalentního charakteru značné, zejména v oblasti menší koncentrace vody 0 až 5 % hmot.

Vzhledem k tomu, že dielektrické ztráty jsou způsobovány pohybem dipolů vody v měrném kondenzátoru a poněvadž hmotnost molekul vody je proti hmotnosti elektronu značná, je možno provádět měření dielektrických ztrát při nízkých kmitočtech okolo 50 KHz. Způsob podle vynálezu dále umožňuje okamžité zjišťování vlhkosti materiálů, které je závislé pouze od rychlosti správného naplnění měrného kondenzátoru vzorkem. Metoda je reprodukovatelná a použité zařízení lze realizovat jako přenosné.

Při vyšetřování dielektrických vlastností polykrystalického materiálu, resp. měření vlhkosti způsobem podle to-

224 558

hoto vynálezu vytváří zkoumaný vzorek dielektrikum vhodně konstruovaného kondenzátoru, který je součástí rezonančního obvodu, napájeného generátorem o kmitočtu obvykle v rozsahu 50 KHz až 25 MHz. Při doladění na rezonanci se nakmitané napětí měří voltmetrem o vysoké vstupní impedanci, který má předem nacejchovanou stupnici na obsah vody. Cejchování stupnice se provede pomocí vzorku stejného chemického složení, jehož obsah vody byl stanoven klasickým způsobem úbytku váhy po předběžném temperování. Vzhledem k tomu, že vyšetřované chemické látky mohou mít často agresivní charakter (v případě, že se zkoumá vlhkost některých kyselin, pevných látek zásadité povahy apod.), lze povrch měrných elektrod kondenzátoru opatřit teflonovou izolací; tím se ovšem kladou vyšší nároky na konstrukci vstupního obvodu měřicího výstupního voltmetru. Voltmetr tvoří trojice operačních zesilovačů. První operační zesilovač je na vstupu opatřen dvojicí transistorů typu FET, které zajišťují vysokou vstupní impedanci. Druhý stupeň je zapojen jako pásmová zádrž nízkých kmitočtů. Třetí operační zesilovač působí jako lineární usměrňovač, který napájí měřidlo. Měřicí systém je rovněž opatřen termočlánkem s operačním zesilovačem, kterým se sleduje přímo teplota zkoumaného vzorku a podle níž se zavádí teplotní korekce.

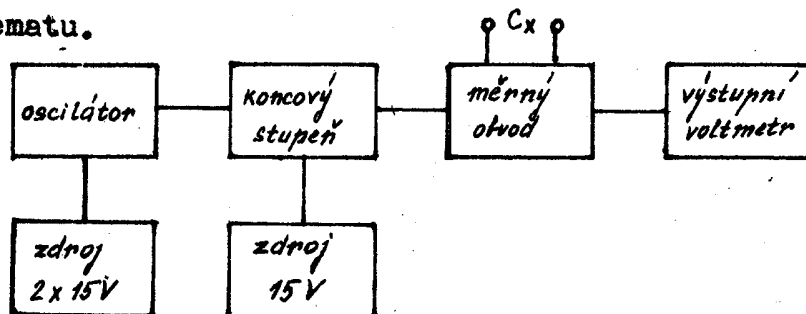
Měrný kondenzátor může být proveden ve formě sondy sestávající ze dvou masivních, rovnoběžně uložených elektrod pokrytých teflonovou fólií. Při měření se sonda vertikálně ponoří až na doraz do materiálu a provede se měření hodnoty koeficientu jakosti obvodu - dielektrických ztrát - obsahu vlhkosti. Měrný kondenzátor může být vytvořen i ve tvaru soustředných válců, který umožňuje rychlé naplnění, vyprázdnění či vyčištění prostoru dielektrika.

Tak například při stanovení obsahu vody v polykrystalickém chloridu amonném bylo v rozmezí vlhkosti 0 až 1 % hmotn. obsah vody způsobem podle vynálezu stanovován s chybou menší než 0,05 % hmotn. a v rozmezí 1 až 3 % hmotn. byla chyba menší než 0,1 % hmotn. Výběrem frekvenční oblasti, volbou kapacity měrného kondenzátoru a indukce oscilačního obvodu, dále vhodným provedením vysoké vstupní impedance měřicího voltmetru lze dosáhnout vysoké přesnosti stanovení obsahu vody a pozorovat i nepatrné změny obsahu vody ve vyšetřovaném materiálu.

Způsob podle předkládaného vynálezu je vhodný pro stanovování obsahu vlhkosti jednoho druhu materiálu, který vykazuje přibližně stejnou velikost povrchu a stejnou distribuci částic jako je například kyselina citronová, fosforečnan sodný, dusitan sodný, chlorid sodný, chlorid draselný a jiné pevné polykrystalické halogenidy iontového charakteru.

Příklad

Způsobu vynálezu bylo využito např. při stanovení vody v keramickém granulátu. Použité zařízení je znázorněno v blokovém schematu.



Zkoumaný vzorek granulátu tvoří dielektrikum vhodně upraveného kondenzátoru, který je součástí rezonančního obvodu napájeného generátorem vhodného kmitočtu. Při doladění na rezonanci odečteme na stupnici přímo obsah vody v %. Cejchování stupnice je provedeno pomocí standartních vzorků se známým obsahem vody.

224 558

Způsob stanovení obsahu fyzikálně vázané vody v pevných materiálech iontově-kovalentních, iontových a kovalentních vyznačený tím, že se měří dielektrická ztráta měrného kondenzátoru se vzorkem v rezonančním elektrickém obvodu a to zjišťováním amplitudy kmitů měrného obvodu, přičemž dielektrická ztráta měrného kondenzátoru se vzorkem materiálu je empiricky závislá na druhu materiálu a obsahu vody.