



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208950

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 25/34

(22) Přihlášeno 03 11 78

(21) (PV 7171-78)

(40) Zveřejněno 30 01 81

(45) Vydáno 01 11 82

(75)

Autor vynálezu

BRANDŠTETR JIŘÍ doc. ing. CSc., HULEJA JOSEF ing., BRNO a
KUPEC JOSEF RNDr., KURIM

(54) Zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu

Vynález se týká zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu, řešeného jako víceúčelové zařízení založené na principu měření teplotních změn doprovázejících chemické reakce mezi tuhou látkou a kapalinou i mezi dvěma roztoky.

Známe zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu je tvořeno dvojicí reakčních nádob pro reakční roztok, které jsou umístěny v tepelně izolačním obalu a jsou uloženy nad elektromagnetickými míchačkami. Reakční nádoby jsou opatřeny víky uloženými vždy na trojici trubic, v nichž jsou uloženy přírodní hadičky a elektrické vodiče. Zvedání a spouštění víka je provedeno elektromotorem s potřebnými převody. Víko je opatřeno úchytkami pro připevnění termistoru, tří dávkovačů a ohříváče. Dávkovače ve formě pipetek jsou připojeny ke zdroji tlakového vzduchu, jímž je dmychadlo jako součást zařízení.

Nevýhodou tohoto zařízení je jednorúčelovost umožňující vnášení činidla do analyzovaného roztoku pouze v roztoku, a to ponorným dávkovačem. Jeho ovládání je nedokonalé, přičemž je nutno jej plnit reagenty ručně vně zařízení. Poněvadž zařízení není vybaveno termostatovanou lázní, je nutno reagenty i vzorky velmi pracně externě temperovat. Vlastní rozbor pak probíhá při nekonstantní teplotě, což snižuje přesnost výsledků analýzy. Proto je nutno používat při analýze velké objemy

analyzovaného roztoku a reagentie o vysoké koncentraci účinné látky, což zvyšuje spotřebu chemikálií. Další nevýhodou je, že k míchání jsou použita magnetická míchadélka, která svým třením o dno reakční nádoby vytvářejí teplo, které rovněž může způsobit chybu měření. Z uvedených důvodů nelze využít možnosti přesného měření malých teplotních rozdílů ani citlivými teplotními čidly, a proto zařízení neumožňuje stanovovat velmi malé koncentrace složek v roztoku. Známe zařízení také neumožňuje vnášet do roztoku tuhé vzorky, suspenze nebo viskózní kapaliny. Nevýhodou je také ovládání vík reakčních nádob elektromotorem, neboť při výpadku elektrického proudu dojde k vyřazení celého zařízení z provozu.

Uvedené nevýhody a nedostatky odstraňuje zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu podle vynálezu, jehož podstatou je, že reakční nádoba je vložena ve vaně s termostatovanou lázní opatřené víkem s otvorem pro odnímatelné víko s teplotním čidlem, míchací tyčinkou a lůžky pro dávkovač tuhých vzorků anebo alespoň jeden kapalinový dávkovač.

Další podstatou vynálezu je, že mezi reakční nádobou a termostatovanou lázní je Dewarova nádoba.

Podstatou vynálezu také je, že dávkovač tuhých vzorků je tvořen válcovitým pouzdrům uzavřeným

na jednom konci dočasnou ucpávkou a uvnitř pístem připojeným k pístnici.

Podstata vynálezu spočívá dále v tom, že kapaliny nový dávkovač je tvořen baňkou s výtlačnou trubicí, do níž je suvně přestavitelně zavedena dávkovací hadice vložená opačným koncem v zásobní láhvi, přičemž baňka je opatřena přepouštěcí trubičkou, jejíž jeden konec je vně a opačný uvnitř baňky při jejím dnu.

Výhodou zařízení podle vynálezu je, že umožňuje značné zvýšení přesnosti výsledků analýzy vlivem temperování na stejnou teplotu jak reagentů tak analyzovaných vzorků a celého zařízení. Umístění míchadel do víka shora snižuje teplo přiváděné mícháním na minimum. Metoda přímé injekční termometrie, k níž je zařízení určeno, je velmi vhodná zvláště tam, kde jiné metody jsou značně zdlouhavé, například při stanovení síranů, křemíku, fluoridů a podobně. Vzhledem k jednoduchosti a poměrně nízkým pořizovacím nákladům zařízení lze tuto metodu a zařízení použít i v menších provozech.

Zcitlivění a současně zpřesnění měření umožňuje snížení objemu analyzovaného roztoku v reakční nádobě malých rozměrů. To také umožňuje použití nižších koncentrací účinné látky v analyzovaném roztoku i reagentů.

Konstrukce odnímatelného víka umožňuje použití různých typů ponorných dávkovačů na kapaliny i na tuhé látky. Je také možné současné použití různých typů dávkovačů v jedné reakční nádobě pro komplexní analýzu jednoho vzorku. Vlastní dávkovač může být plněn poloautomaticky zvoleným objemem dávkovaného roztoku bez vyjmutí z reakční nádoby. Zvedání odnímatelného víka je jednoduché, rychlé a bezporuchové. Zařízení podle vynálezu umožňuje použití lehkých reakčních nádob, například z pěnového polystyrenu, což značně zvyšuje reprodukovatelnost měření. Reakční nádoby je také možno používat s tepelnou izolací nebo i bez ní, přičemž do termostátované lázně lze umístit i jiná přídavná zařízení pro termochemickou analýzu například průtokovou, titrace a podobně.

Příkladné provedení zařízení podle vynálezu je znázorněno na výkrese, kde obr. 1 představuje schematický svislý řez zařízením v nárysu, v jehož reakční nádobě je dávkovač tuhých vzorků a obr. 2 svislý schematický řez reakční nádobou s dávkovačem reagentů se zásobní láhví.

Zařízení podle vynálezu je tvořeno tepelně izolovanou vanou 1, například s dvojitou stěnou. Vana 1 je opatřena víkem 2, které je nad částí vany 1 vytvořeno jako pevné víko 3, v němž je otvor 4 překrytý odnímatelným víkem 5. Pod ním je ve vaně 1 uložena shora otevřená Dewarova nádoba 6, v níž je opět shora otevřená reakční nádoba 7 například z pěnového polystyrenu. V odnímatelném víku 5 je vloženo teplotní čidlo 8 společně s míchací tyčinkou 9 připojenou k neznázorněné pohonné jednotce. Dále je opatřeno lůžkem 10 pro vložení dávkovače 11 tuhého vzorku 12 nebo pro

vložení kapalinového dávkovače 13 reagentů 14, propojeného s výhodou se zásobní láhví 15 reagentů 14 vloženou v termostátované lázni 19. Vedle pevného víka 3 je další část víka 2 vytvořená jako odklápací víko 16. Prostor pod ním je ve vaně 1 určen pro temperování sady odměrných baněk 17 s reagenty 20 nebo tekutými vzorky 30.

Vana 1 je opatřena míchadlem 18 pro promíchávání termostátované lázně 19, již je vana 1 naplněna. Míchací tyčinka 9 je naproti tomu určena k promíchávání obsahu reakční nádoby 7.

Dávkovač 11 tuhého vzorku 12 je tvořen válcovitým pouzdrům 21 uzavřeným na jednom konci dočasnou ucpávkou 22, mezi níž a pístem 23 vloženým ve válcovém pouzdru 21, je tuhý vzorek 12. Píst 23 je opatřen pístnicí 24 vystupující z válcovitého pouzdra 21. Naproti tomu kapalinový dávkovač 13 je tvořen baňkou 25 s výtlačnou trubicí 26 pro přívod tlakového vzduchu, do níž je suvně přestavitelně zavedena dávkovací hadice 27 reagentů 14, zasahující opačným koncem ke dnu zásobní láhve 15 reagentů 14, která je opatřena ještě přívodní trubicí 28 tlakového vzduchu. Ke dnu baňky 25 zasahuje z vnitřní strany přepouštěcí trubička 29 reagentů 14 vyúsťující vně baňky 25 nad hladinou tekutého vzorku 30 umístěného v reakční nádobě 7.

Postup práce na zařízení je následující:

Do reakční nádoby 7 se vleje reagenty 20 a do lůžka 10 odnímatelného víka 5 se zasune dávkovač 11 s tuhým vzorkem 12. Reakční nádoba 7 se vloží do Dewarovy nádoby 6 ponořené v termostátované lázni 19. Je ji také možno vložit přímo do termostátované lázně 19, která je v obou případech vyhřívána neznázorněným topným tělesem přes neznázorněný termostát na předem nastavenou teplotu v závislosti na druhu prováděné analýzy. Po vložení odnímatelného víka 5 do otvoru 4 v pevném víku 3 vany 1 se uvede do chodu neznázorněný elektromotor s míchací tyčinkou 9, která promícháváním obsahu reakční nádoby 7 provede vzájemné vyrovnání teploty reakční nádoby 7, reagentů 20 a dávkovače 11 s tuhým vzorkem 12. Po jejím vyrovnání se ručně stlačí pístnice 24 s pístem 23, čímž dojde k vytlačení tuhého vzorku 12 z válcovitého pouzdra 21 dávkovače 11 do reagentů 20, když v první fázi došlo k vytlačení ucpávky 22. Působením reagentů 20 na tuhý vzorek 12 dojde k příslušné chemické reakci. Ji uvolněné teplo pak ohřeje obsah reakční nádoby 7, přičemž změna teploty, registrovaná teplotním čidlem 8, je přímo úměrná množství analyzované chemické látky.

Zařízení podle vynálezu umožňuje také postupovat při analýze tak, že do reakční nádoby 7 se vloží tekutý vzorek 30 a do lůžka 10 odnímatelného víka 5 kapalinový dávkovač 13 reagentů 14. Pak se provede jeho naplnění, a to zavedením tlakového vzduchu přívodní trubicí 28 do zásobní láhve 15, z níž vlivem přetlaku reagentů 14 přeteče dávkovací hadicí 27 do baňky 25 kapalinového dávkovače 13. Velikost dávky reagentů 14 je

možno řídit velikostí ponoření dávkovací hadice 27 do baňky 25, přičemž po přerušení přívodu tlakového vzduchu a uvolnění přetlaku neznázorněným ventilem dojde vlivem nestejně výšky hladin re-agencie 14 v kapalinovém dávkovači 13 a v zásobní láhvi 15 k přečerpání nadbytečné re-agencie nad koncem dávkovací hadice 27 zpět do zásobní láhve 15. Po vyrovnání teploty reakční nádoby 7 tekutého vzorku 30 a kapalinového dávkovače 13 re-agencí 14 se zavedením tlakového vzduchu výtlačnou trubicí 26 do baňky 25 vytlačí odměřené

množství re-agencie 14 přepouštěcí trubičkou 29 do tekutého vzorku 30 v reakční nádobě 7. V ní pak probíhá opět chemická reakce s vývinem tepla. Změřené zvýšení teploty pak opět je přímo úměrné množství analyzované chemické látky.

Zařízení podle vynálezu může být využito k provádění termochemické kvantitativní analýzy i k některým fyzikálněchemickým měřením například reakčního, zředovacího, rozpouštěcího, adsorpčního, absorpčního tepla a podobně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Zařízení pro termochemickou kvantitativní analýzu obsahující reakční nádobu s víkem, vyznačující se tím, že reakční nádoba (7) je vložena ve vaně (1) s termostatovanou lázní (19) opatřené víkem (2) s otvorem (4) pro odnímatelné víko (5) s teplotním čidlem (8), míchací tyčinkou (9) a lůžky (10) pro dávkovač (11) tuhých vzorků (12) anebo alespoň jeden kapalinový dávkovač (13).

2. Zařízení podle bodu 1, vyznačující se tím, že mezi reakční nádobou (7) a termostatovanou lázní (19) je Dewarova nádoba (6).

3. Zařízení podle bodu 1, vyznačující se tím, že

dávkovač (11) tuhých vzorků (12) je tvořen válcovitým pouzdem (21) uzavřeným na jednom konci dočasnou ucpávkou (22) a uvnitř pístem (23) připojeným k pístnici (24).

4. Zařízení podle bodu 1, vyznačující se tím, že kapalinový dávkovač (13) je tvořen baňkou (25) s výtlačnou trubicí (26), do níž je suvně přestavitelně zavedena dávkovací hadice (27) vložená opačným koncem v zásobní láhvi (15), přičemž baňka (25) je opatřena přepouštěcí trubičkou (29), jejíž jeden konec je vně a opačný uvnitř baňky (25) při jejím dnu.

