



ÚŘAD  
PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202830

(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>

G 01 J 3/02

G 01 N 21/35

(22) Přihlášeno 29 11 78

(21) {PV 7827-78}

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 03 82

(75)  
Autor vynálezu

DVOŘÁK VÁCLAV, VEVERSKÁ BÍTÝŠKA a PROVAZNIKOVÁ DANUŠE RNDr.,  
BRNO

## [54] Vytápěná kyveta pro infračervenou spektroskopii

Předmětem vynálezu je vytápěná kyveta pro infračervenou spektroskopii, přestavitelného typu, určená k širšímu využití k moderním typům IČ spektrometrů Specord IR i k další řadě spektrometrů IR.

Infračervená spektroskopie je jednou z nejvíce používaných analytických metod ke zjišťování chemické struktury látek a změn, které ve struktuře probíhají v důsledku chemických, fyzikálních nebo mechanických vnějších vlivů. V řadě případů je nutno proměřovat IČ spektra při vyšší teplotě, než je teplota kyvetového prostoru spektrometru, jako například sledování průběhu polymerace, oxidační tepelné destrukce, sledování změn v tepelné stabilitě materiálů, vyvolaných kopolymerací, dlouhodobým stárnutím, mechanickým namáháním, působením chemických činidel, nebo vlivem ionizujícího záření (destrukce a zesíťování struktury).

Doposud známým zařízením, použitelným pro spektrometry řady Specord IR lze měřit infračervená spektra materiálů jen do teploty 250 °C, přičemž je zapotřebí jedno úplné zařízení pro měrný a srovnávací paprsek. Výhoda tohoto zařízení spočívá ve velkém rozsahu teplot směrem do mínusu, tedy až -190 °C. Nevýhodou je omezení teplotního rozsahu do plusové teploty, a to pouze do +250 °C. Tato teplota nepostačuje pro měření materiálů, jako jsou například fe-

noplasty, silikonové kaučuky, polytetrafluoretylén, polystyrén, polyamidy, fluoroplasty a další, kde je zapotřebí teplot +350 až +400 °C. Další velkou nevýhodou je velmi obtížné a časově náročné nastavování teplot u obou přístrojů na stejnou hodnotu.

Jsou známa i jiná zařízení, která však svým konstrukčním provedením nejsou vhodná pro využití ke spektrometrům řady Specord IR vzhledem k nepříznivému rozmístění otvorů pro průchod měrného a srovnávacího paprsku i vzhledem k podstatně nižší teplotě. Jsou známa a v literatuře popsána další zařízení, vyvinutá vždy jen pro určitý typ spektrometru a vyžadují se tedy vždy jednoduše použitím, a navíc mají i výše zmíněné nevýhody.

Zmíněné nevýhody si klade za cíl odstranit, anebo alespoň podstatnou měrou zmírnit, vytápěná kyveta pro infračervenou spektroskopii podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že topné pouzdro je vytvořeno dvěma od sebe oddělenými masivními čely, do nichž jsou zapuštěny dvě topné desky z keramické hmoty se zalisovaným topným vinutím, přičemž v topných deskách jsou vytvořeny dva otvory pro průchod měrného a srovnávacího paprsku.

Topné pouzdro je prostorově vymezeno a izolováno horními rozpěrnými prvky a dolními roz-

pěrnými a izolačními prvky od průtokového chladicího pláště.

Masivní čela jsou s výhodou od sebe oddělena rozpěrnými vložkami.

Navrhovaná vytápěná kyveta přestavitelného typu má oproti dosud používaným kyvetám řadu výhod. Přestavitelné, stavebnicové provedení nevyžaduje pro každou kyvetu samostatný zdroj a kontrolní zařízení. Odpadá tedy problém nastavení stejné teploty ve dvou kyvetách. Lze dosáhnout teploty až  $+500\text{ }^{\circ}\text{C}$  při vyšší přesnosti měření. Topné pouzdro, vytvořené dvěma čely, má rozpěrnou vložku, kterou lze jednoduše vyjmout a zaměnit za jinou, podle velikosti resp. tloušťky měřeného vzorku materiálu a jemu upraveného držáku vzorku. Za účelem zamezení ohřívání spektrálního přístroje a parazitního záření, je topné pouzdro navrhované kyvety obklopeno ze tří stran průtokovým chladícím pláštěm. Rozměry a velikost vytápěné kyvety podle vynálezu jsou voleny tak, aby nedocházelo ke snížení intenzity procházejícího monochromatického paprsku IČ záření absorpcí, rozptylem nebo odrazem v prostoru, který je určen k umístění vzorků.

Příklad konstrukčního provedení kyvety podle vynálezu je znázorněn na připojených výkresech, kde na obr. 1 je axonometrické znázornění kyvety, na obr. 2 je příčný řez kyvetou, na obr. 3 je znázorněna vložka v čelním pohledu a příčném řezu a na obr. 4 je znázorněn držák k měření fólií v čelním pohledu a bokorysu.

Vytápěná kyveta pro IČ spektroskopii sestává ze stacionárního chladicího průtokového pláště 1, kde cirkuluje voda jako chladící kapalina. Otvory 2 pro přívod a odvod chladící kapaliny

jsou navzájem propojeny. Chladicí plášť 1 obklopuje ze tří stran topné pouzdro 11, které je vytvořeno dvěma masivními čely 4, do nichž jsou zapuštěny dvě topné desky 8, vyrobené z keramické hmoty, se zalisovaným topným vinutím o výkonu 300 W. Topné pouzdro 11 je od chladicího pláště 1 tepelně izolováno a současně i vymezeno výměnnými horními rozpěrnými prvky 3 a dolními izolačními a rozpěrnými prvky 9. Obě masivní čela 4 jsou od sebe navzájem oddělena výměnnými rozpěrnými vložkami 5, které lze měnit podle tloušťky měřeného vzorku a jemu přizpůsobenému držáku vzorku (znázorněnému na obr. 3 a 4). Na těchto výkresech znamená 15 prostor pro měřený vzorek materiálu, 14 rozpěrný prvek, 13 okénko s KBr, 16 přítlačné pružiny a 17 otvor pro termočlánek. Přizpůsobení lze podle potřeby napomoci ještě výměnou horních rozpěrných prvků 3, čímž lze realizovat maximální přestavitelnost přístroje. Topné desky 8, zapuštěné do dvou masivních čel 4 jsou opatřeny dvěma otvory 6 pro průchod měrného a srovnávacího paprsku.

Regulace teploty se provádí regulačním transformátorem a je kontrolována dvěma termočlánekami z obou držáků vzorků 10 a jedním kontrolním teploměrem.

Navržená vytápěná kyveta je použitelná k měření pevných látek a kapalin za různých teplot v rozsahu od temperační teploty přístroje až do  $+500\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

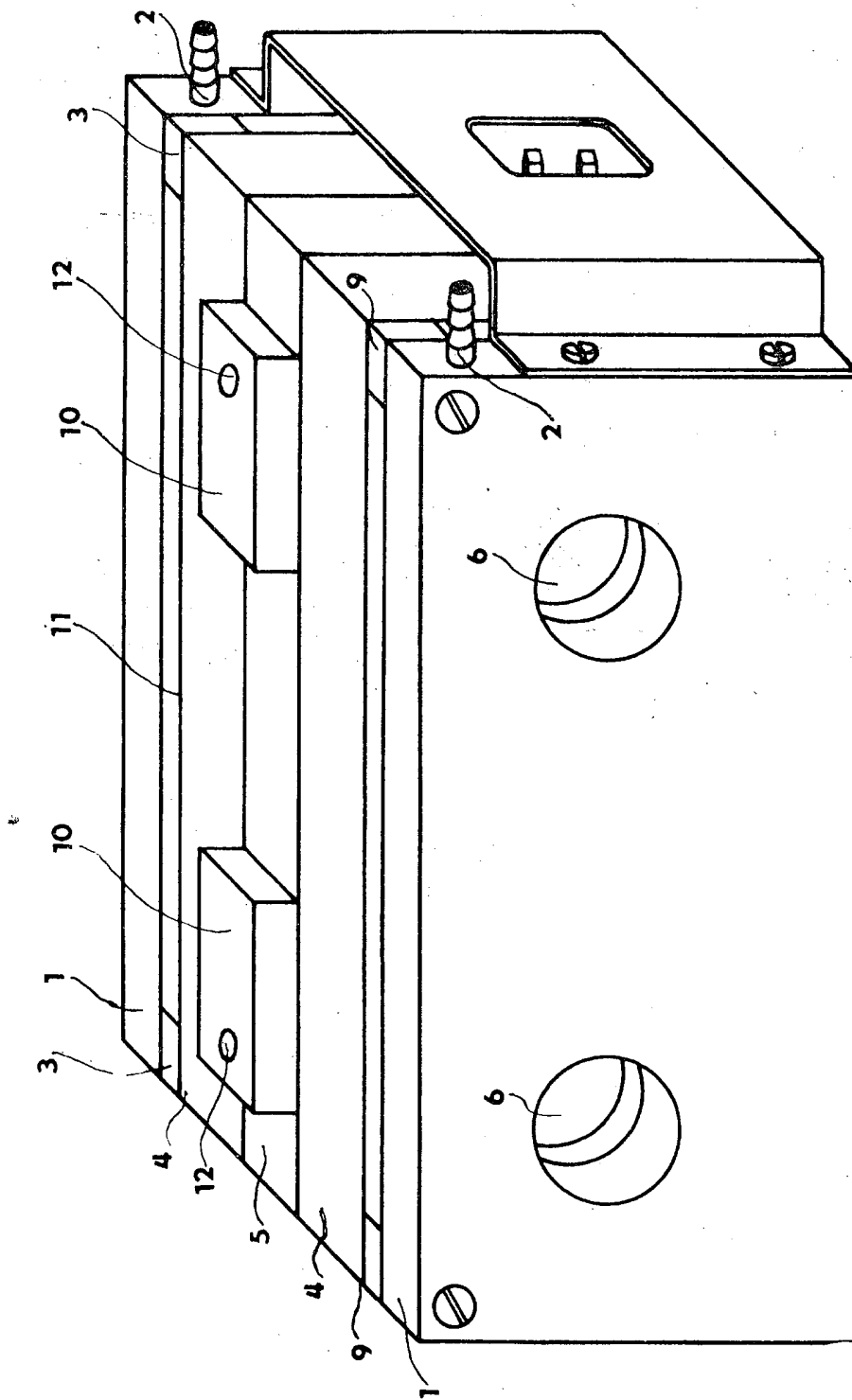
Konstrukční provedení navrhované kyvety lze bez dalších změn lineárně nastavovat nebo zužovat, tj. zvětšovat či zmenšovat pro použití u dalších typů IR spektrometrů.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Vytápěná kyveta pro infračervenou spektroskopii, sestávající z průtokového chladicího pláště, obklopujícího ze tří stran tepelně izolované topné pouzdro s prostorem pro měřený vzorek, vyznačená tím, že topné pouzdro (11) je vytvořeno dvěma od sebe oddělenými masivními čely (4), do nichž jsou zapuštěny dvě topné desky (8) z keramické hmoty se zalisovaným topným vinutím, přičemž v topných deskách (8) jsou vytvořeny dva otvory (6) pro průchod měrného paprsku a srovnávacího paprsku.

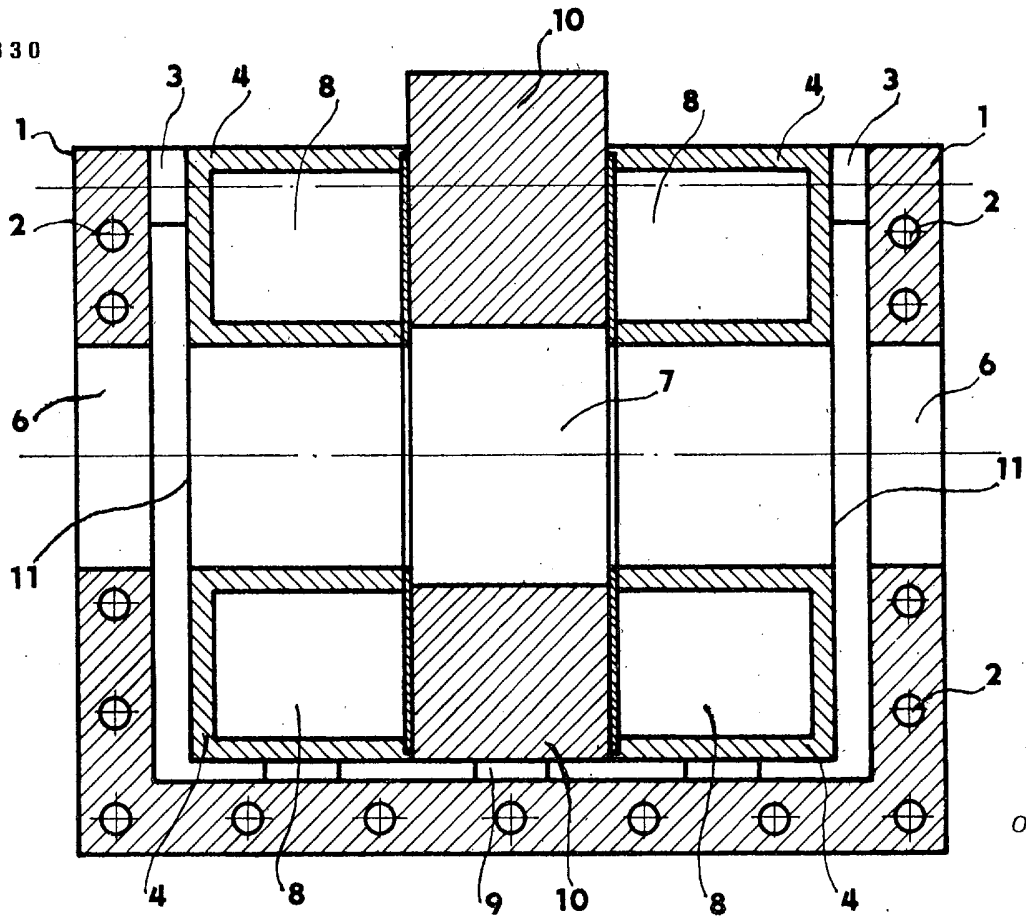
2. Vytápěná kyveta podle bodu 1, vyznačená tím, že topné pouzdro (11) je prostorově vymezeno a izolováno horními rozpěrnými prvky (3) a dolními rozpěrnými a izolačními prvky (9) od průtokového chladicího pláště (1).

3. Vytápěná kyveta podle bodu 1, vyznačená tím, že masivní čela (4) jsou od sebe oddělena rozpěrnými vložkami (5).

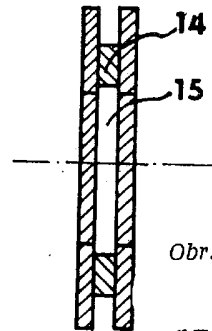
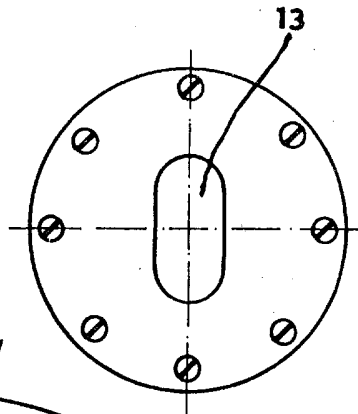


Obr. 1

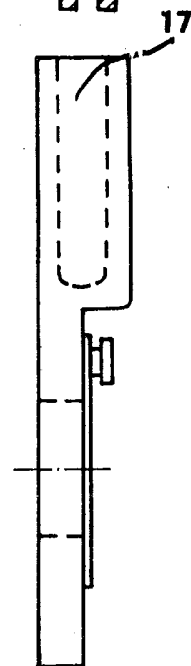
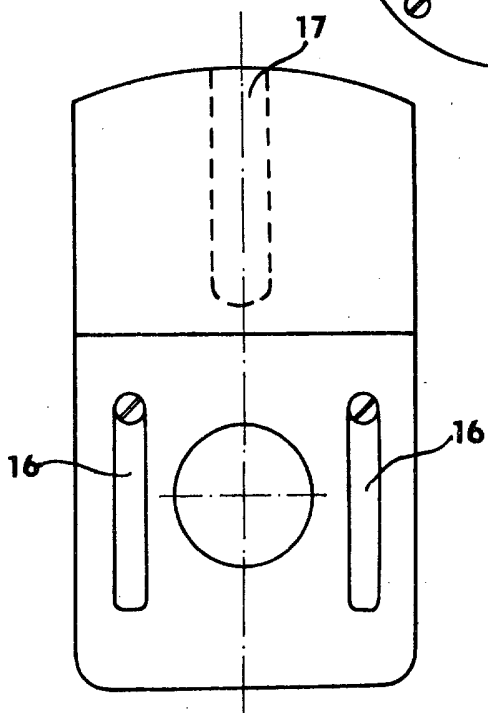
202830



Obr. 2



Obr. 3



Obr. 4