



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

227194
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 5/02

[22] Přihlášeno 05 07 82
[21] (PV 5135-82)

[40] Zveřejněno 25 03 83

[45] Vydáno 15 06 86

(75)

Autor vynálezu

ČERMÁK BOJAN RNDr. CSc., PRAHA

(54) Způsob určování desorpčních izoterm a zařízení k provádění tohoto způsobu

1

Vynález se týká způsobu určování desorpčních izoterm a zařízení k provádění tohoto způsobu, u něhož se řeší stanovení celé křivky desorpční isotermy, která představuje závislost mezi množstvím sorbatu, například vlhkosti, vázaného ve vzorku materiálu a rovnovážným tlakem par sorbatu v okolním prostředí při stálé teplotě a poskytuje základní údaje o vlastnostech materiálu z hlediska sušení, skladování a vztahu k vlhkosti obecně.

Isoterm desorpce jsou běžně určovány již od počátku 20. století. Experimentálních metod určování izoterm desorpce byla vyvinuta řada. Většinu tvoří metody statické, při nichž jsou určovány postupně jednotlivé body isotermy, a to vždy z rovnovážného množství sorbatu vázaného na vzorku materiálu, který je v přímém kontaktu s prostředím o stálém tlaku par sorbatu při dané teplotě. Druhou skupinu způsobů experimentálního určování izoterm tvoří tzv. průtokové metody. Principem těchto metod je určování průtokového množství par vstupujících a vystupujících z prostoru obsahujícího vzorek materiálu. Množství vlhkosti vázané na vzorku je určováno vesměs z časové prodlevy mezi počátkem vstupu par do prostoru a doby, kdy výstupní průtok par dosáhne určité hodnoty. Průtokové metody jsou pou-

2

ze přibližné, opět neumožňují během jednoho experimentu stanovit více než jeden bod isotermy. V poslední době byly vypracovány speciální vakuové statické metody umožňující stanovení celé křivky isotermy během jediného experimentu, při němž je tlak par, resp. relativní vlhkost, v předem kvalitně evakuovaném prostoru na tlak řádu 1 mPa, tj. 10^{-3} Pa měněn spojitě a současně je spojitě zaznamenávána změna hmotnosti extrémě malého vzorku materiálu, umístěného na velmi citlivých mikrováhách uvnitř tohoto prostoru. Tyto metody jsou značně náročné na přístrojovou techniku; vyžadují vakuově dokonale těsný prostor s mikrováhami o citlivosti nejméně 10 μ g a přesné měření malých tlaků par za podmínek vysoké vakuové čistoty.

Výše uvedené nedostatky jsou odstraněny způsobem určování desorpčních izoterm a zařízením k provádění tohoto způsobu podle vynálezu, jehož podstatou je to, že z časového průběhu hmotnosti vzorku, u něhož se odpařuje sorbát do podtlakového prostoru, je současně určováno množství vázaného sorbatu z okamžité hmotnosti vzorku materiálu a rovnovážný tlak par sorbatu z okamžité rychlosti změny hmotnosti vzorku materiálu, která je natolik omezena, že rovnováha mezi párami a vázaným sorbátem

zůstává prakticky zachována. Podstatou zařízení k provádění tohoto způsobu, které se sestává z vah umístěných v podtlakovém prostoru, na nichž je umístěna uzavřená termostatovaná nádobka se vzorkem materiálu, je takové provedení, že do uzavřené termostatované nádoby se vzorkem materiálu, která je umístěna na vahách, je zaústěna jednou stranou kapilára, přičemž druhou stranou je zaústěna do uzavřeného podtlakového prostoru. Nového účinku podle vynálezu je dosaženo tím, že prostor v němž je měřen, resp. kontrolován tlak par sorbatu je omezen pouze na termostatovanou nádobku. Výhody způsobu podle vynálezu dále spočívají v krátké době ke stanovení celé křivky isotermy, tj. jedním pokusem, přičemž výsledkem je jediná výstupní veličina, tj. údaj vah umožňující snadné číselné zpracování. Výhody zařízení spočívají v jeho jednoduchosti uspořádání, tj. váhy s citlivostí, například 1 mg (tj. 1000 μg) v prostoru, v němž je třeba dosáhnout podtlaku pouze řádu 100 Pa, termostatovaná nádobka s vhodnou kapilárou a ve velmi krátké době přípravy pokusu. Není třeba předem evakuovat prostor celého zařízení.

Na připojeném výkrese je znázorněn příklad použití způsobu podle vynálezu, kde na obr. 1 je znázorněno zařízení podle vynálezu a na obr. 2 je příklad odpařování vlhkosti ze vzorku materiálu, znázorňující časový průběh hmotnosti vzorku, rychlosti změny hmotnosti vzorku, závislost mezi rychlostí změny hmotnosti a tlakem par uvnitř nádoby a výsledná isoterma desorpce.

Způsob podle vynálezu je prováděn na zařízení (obr. 1), kde je vzorek 1 materiálu uzavřen v uzavřené termostatované nádobce 2, která je umístěna na vahách 3. Do uzavřené termostatované nádoby 2 je umís-

těna jednou stranou kapilára 5, jejíž druhá strana je zaústěna do uzavřeného podtlakového prostoru 4, který je spojen s vývěvou 6. V uzavřeném podtlakovém prostoru 4 je pomocí vývěvy 6 vytvořen podtlak p_0 řádově menší než tlak nasycených par sorbatu při teplotě nádoby 2; například pro vodu, jejíž tlak nasycených par při teplotě $T = 288 \text{ K}$ je cca 3160 Pa, může být p_0 cca 100 Pa.

Páry desorbované ze vzorku 1 materiálu proudí kapilárou 5 do uzavřeného podtlakového prostoru 4 dostatečně pomalu, takže tlak par sorbatu p_s uvnitř uzavřené termostatované nádoby 2 lze považovat s dostatečnou přesností za rovnovážný tlak p_s , odpovídající podle isotermy desorpce množství sorbatu vázaného ve vzorku materiálu při teplotě uzavřené termostatované nádoby 2. Při vhodně zvolených geometrických rozměrech kapiláry 5 je množství par desorbované ze vzorku materiálu a tedy i rychlost změny hmotnosti vzorku materiálu známou funkcí rozdílu bloků $p_s - p_0$, respektive $p_s - p_0$. Při spojitěm vážení uzavřené termostatované nádoby 2 se vzorkem 1 materiálu je zaznamenáván časový průběh hmotnosti $M(\tau)$, křivka 11, obr. 2, a z okamžité hmotnosti vzorku je určováno množství sorbatu u vázaného ve vzorku 1. Současně z okamžité rychlosti změny hmotnosti $\frac{dM}{d\tau}(\tau)$ vzorku 1 materiálu křivka 12

obr. 2, je určen rovnovážný tlak par $p_s = p_s$, křivka 14, obr. 2. Bodům A, B na naměřeném průběhu hmotnosti, křivka 11, odpovídají vypočtené body A', B' na výsledné desorpční isotermě, křivka 14, která je dána závislostí mezi rovnovážným tlakem par p_s a množstvím sorbatu u vázaného ve vzorku 1 materiálu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob určování desorpčních isoterm udávajících závislost mezi rovnovážným tlakem par a množstvím sorbatu vázaného ve vzorku materiálu, vyznačený tím, že z časového průběhu hmotnosti vzorku, z něhož se odpařuje sorbát do podtlakového prostoru, se současně určuje množství vázaného sorbatu z okamžité hmotnosti vzorku materiálu a rovnovážný tlak par sorbatu z okamžité rychlosti změny hmotnosti vzorku materiálu, která je natolik omezena, že rovnováha mezi párami a vázaným sorbátem zůstává zachována.

2. Zařízení k provádění způsobu podle bodu 1, sestávající z vah umístěných v podtlakovém prostoru, na nichž je umístěna uzavřená termostatovaná nádobka se vzorkem materiálu, vyznačené tím, že do uzavřené termostatované nádoby (2) se vzorkem (1) materiálu, která je umístěna na vahách (3) je zaústěna jednou stranou kapilára (5), přičemž druhou stranou je kapilára (5) zaústěna do uzavřeného podtlakového prostoru (4).

1 list výkresů

