



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210174

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 12 07 79
(21) (PV 4887-79)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 25/64

(40) Zveřejněno 30 04 81

(45) Vydáno 15 06 83

(75)
Autor vynálezu

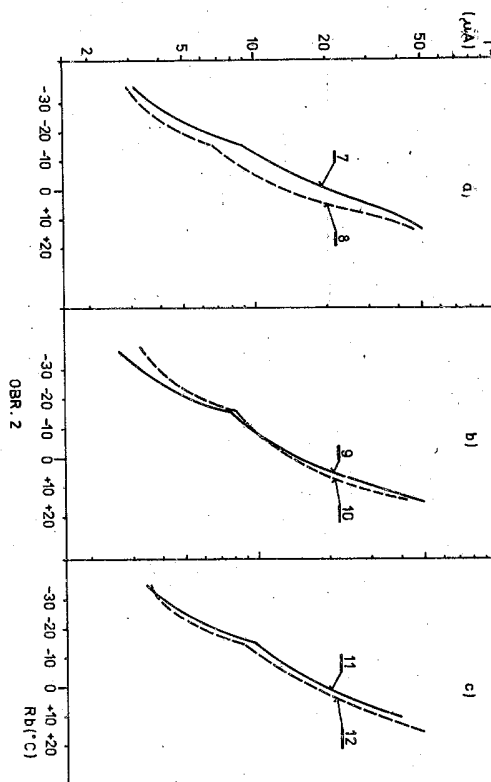
EMMER IVAN RNDr. CSc., HÁJEK ZDENĚK RNDr. CSc.
a ŘEPA PETR prom. fyz., PRAHA

(54) Způsob výroby elektrického vlhkoměrného čidla

Vynález se týká způsobu výroby elektrického vlhkoměrného čidla.

Způsob výroby elektrického vlhkoměrného čidla opatřeného porézní vrstvou na bázi kysličníku hlinitého, vytvářenou oxidací v elektrolytu, umělým stárnutím a pasivací podle vynálezu, spočívá v tom, že se porézní vrstva kysličníku hlinitého po provedení pasivaci temperuje při teplotě 70 až 110 °C v chemicky inertním prostředí, například v argonu, dusíku nebo vakuu.

Vzhledem ke stálosti čidla vyrobeného podle vynálezu jej lze využít pro sledování časových změn vlhkosti například staveb, skladovaného zboží a podobně.



Vynález se týká způsobu výroby elektrického vlhkoměrného čidla.

Jednou z možností při měření vlhkosti prostředí je použití čidel, pomocí nichž se vlhkost převádí na elektrický signál. V současné době se zejména vyrábějí čidla s chloridem lithným LiCl, naneseným s vhodným pojivem na podložku, čidla s práškovým uhlíkem naneseným na podložku nebo čidla vyrobená na bázi kysličníku hlinitého Al_2O_3 .

Čidla s chloridem lithným LiCl a s práškovým uhlíkem jsou vlivem objemových změn ve vrstvách citlivá na vlhkost. Jejich nevýhodou jsou však dlouhé doby odezvy na změnu vlhkosti, nestabilita jejich kalibrační křivky a její silná závislost na teplotě čidla.

Výhodnější vlastnosti má čidlo vyrobené na bázi porézního kysličníku hlinitého Al_2O_3 , u něhož dochází k adsorpci vody na povrchu pórů a tím ke změnám elektrických parametrů.

V tomto případě se však jedná o povrchové a ne objemové procesy, a proto je doba odezvy těchto čidel mnohem kratší. Dosažitelná dlouhodobá kalibrační stálost i měřený odpor těchto čidel jsou závislé na technologii přípravy porézní vrstvy kysličníku hlinitého Al_2O_3 a jejich umělého stárnutí.

V současné době se dosahuje nejlepších výsledků s čidly vyrobenými podle Stoverova postupu, kdy se vrstva kysličníku hlinitého Al_2O_3 vyrábí na čistém vyleštěném hliníku anodickou oxidací střídavým proudem o hustotě přibližně 12 mA/cm^2 v elektrolytu 50% kyseliny sírové H_2SO_4 (p. a.) při teplotě 33°C po dobu 25 minut.

Takto vzniklá vrstva se po omytí destilovanou vodou vystaví ihned umělému stárnutí, tzv. pečetení, které probíhá ve vroucí redestilované vodě po dobu asi 30 minut a na její povrch se vhodným způsobem, například vakuovým napařováním, vytvoří polopropustná vrchní elektroda. Nevýhodou takto vyrobeného čidla je, že během činnosti dochází k působení adsorbované vody na kysličník hlinitý Al_2O_3 a k jeho postupné hydrataci, při níž vzniká v pórech monohydrát kysličníku hlinitého, tzv. böhmít, což vede k nevratným změnám ve struktuře čidla i jeho vlastnostech. Uvedené nedostatky lze omezit pasivováním elektrického vlhkoměrného čidla.

Pasivace se provádí tak, že se povrch pórovité vrstvy kysličníku hlinitého Al_2O_3 smáčí ve vodním roztoku 0,01 až 2 mol vhodné látky, například fosforečnanu sodného nebo kyseliny křemičité, za teploty v rozsahu 35 až 100°C po dobu 10 až 60 minut.

Způsobem výroby elektrického vlhkoměrného čidla opatřeného porézní vrstvou na bázi kysličníku hlinitého, vytvářenou oxidací v elektrolytu, umělým stárnutím a pasivací, podle vynálezu se docílí dalšího zlepšení dlouhodobé stálosti kalibrační křivky. Podstata způsobu výroby podle vynálezu spočívá v tom, že se porézní vrstva kysličníku hlinitého po provedené pasivaci temperuje při teplotě 70 až 110°C v chemicky inertním prostředí, například v argonu, dusíku nebo vakuu. Podle vynálezu je účelné, jestliže se porézní vrstva kysličníku hlinitého temperuje v inertním prostředí obsahujícím vodní páru o tlaku pod tenzí vodní páry při teplotě temperace.

Výhoda uvedeného způsobu výroby čidla podle vynálezu spočívá v tom, že takto vyrobené čidlo má značně lepší dlouhodobou stálost kalibrační křivky. Zlepšení kalibrační stálosti ilustrují přiložené výkresy, na nichž obr. 1 znázorňuje vliv temperace na kalibrační stálost čidla vyrobeného postupem podle Stovera včetně pečetení a obr. 2 znázorňuje vliv temperace na stálost téhož čidla, které bylo ještě pasivováno v 0,1 mol roztoku fosforečnanu sodného $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ při teplotě 90°C po dobu 10 minut.

Kalibrační křivka 1 na obr. 1a znázorňuje průběh velikosti signálu čidla v závislosti na rosném bodu vlhkosti pro čidlo vyrobené podle Stoverova postupu bez následné temperace, kdy se vrstva kysličníku hlinitého Al_2O_3 vyrobí na čistém vyleštěném hliníku anodickou oxi-

dací střídavým proudem o hustotě 12 mA/cm^3 v elektrolytu 50% kyseliny sírové H_2SO_4 (p. a.) při teplotě 33°C po dobu 25 minut. Takto vzniklá vrstva kysličníku hlinitého Al_2O_3 se po omytí destilovanou vodou vystaví ihned umělému stárnutí, tzv. pečetění, které probíhá ve vroucí redestilované vodě po dobu 30 minut, a kalibrační křivka 2 na obr. 1a znázorňuje tutéž závislost téhož čidla změřeno s odstupem pěti měsíců.

Kalibrační křivky 3 na obr. 1b, resp. 5 na obr. 1c znázorňují průběh velikosti signálu čidla v závislosti na rosném bodu pro čidlo vyrobené podle Stoverova postupu a upravené podle vynálezu temperací při teplotě 90°C ve vakuu, resp. ve vodní páře při tlaku $6,5 \cdot 10^4 \text{ Pa}$. Kalibrační křivky 4 na obr. 1b, resp. 6 na obr. 1c znázorňují tutéž závislost pro tato čidla naměřenou s odstupem pěti měsíců.

Kalibrační křivka 7 na obr. 2a znázorňuje průběh velikosti signálu čidla v závislosti na rosném bodu vlhkosti pro čidlo vyrobené podle Stoverova postupu a pasivované v 0,1 mol roztoku fosforečnanu sodného $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ při teplotě 90°C po dobu 10 minut bez následné temperace, kalibrační křivka 8 na obr. 2a znázorňuje tutéž závislost téhož čidla změřenou s odstupem pěti měsíců.

Kalibrační křivky 9 na obr. 2b, resp. 11 na obr. 2c znázorňují průběh velikosti signálu čidla v závislosti na rosném bodu pro čidlo vyrobené podle Stoverova postupu a pasivované v roztoku fosforečnanu sodného $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ a upravené podle vynálezu temperací při teplotě 90°C ve vakuu, resp. ve vodní páře při tlaku $6,5 \cdot 10^4 \text{ Pa}$.

Kalibrační křivky 10 na obr. 2b, resp. 12 na obr. 2c znázorňují tutéž závislost pro tato čidla měřenou s odstupem pěti měsíců.

Uvedené účinky a výhody vynálezu vyplývají ze skutečnosti, že temperací čidla se urychlí rekonstrukce povrchu aktivní vrstvy čidla. V normálních podmínkách dochází k velmi pomalému uspořádávání povrchu vrstvy kysličníku hlinitého, které má za následek dlouhodobé malé změny citlivosti, tzv. drift kalibrační křivky. Při použití postupu úpravy čidla podle vynálezu se získá aktivní vrstva se značně stabilním povrchem a tím se podstatně omezí tzv. drift kalibrační křivky.

Vzhledem ke stálosti čidla vyrobeného podle vynálezu jej lze využít pro sledování časových změn vlhkosti například staveb, skladovaného zboží a podobně.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby elektrického vlhkoměrného čidla opatřeného porézní vrstvou na bázi kysličníku hlinitého, vytvářenou oxidací v elektrolytu, umělým stárnutím a pasivací, vyznačující se tím, že se porézní vrstva kysličníku hlinitého po provedené pasivaci temperuje při teplotě 70 až 110°C v chemicky inertním prostředí, například v argonu, dusíku nebo vakuu.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se porézní vrstva kysličníku hlinitého temperuje v inertním prostředí obsahujícím vodní páru o tlaku pod tenzí vodní páry při teplotě temperace.

2 listy výkresů

