

EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

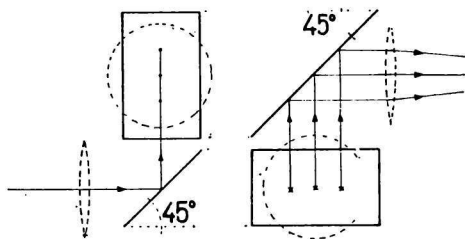
NOVÁ ÚPRAVA OPTICKÉHO ZÁZNAMU PRIEBEHU DIFERENČNEJ TERMICKEJ ANALÝZY

IVO PROKS

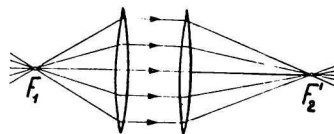
Oddelenie anorganickej chémie Chemického ústavu Slovenskej akadémie vied
v Bratislave

Pri prístrojoch pre diferenčnú termickú analýzu (DTA), pracujúcich metódou dvoch zrkadlových galvanometrov, z ktorých jeden meria teplotný rozdiel Δt medzi štandardnou a skúšanou vzorkou a druhý teplotu pece t , priebeh DTA sa obyčajne zaznamenáva pomocou prevracacieho hranola Le Chatelier—Saladinovho [1].

Na našom ústave sme vyskúšali a zaviedli iný spôsob optického záznamu, ktorý vodorovné výchylky lúča, odrazeného zrkadlom galvanometra merajúceho Δt , prevádza na zvislé výchylky pomocou zariadenia, ktorého hlavnú súčasť tvorí sústava dvoch šošoviek. Smer spoločnej hlavnej osi tejto sústavy menia dve zrkadlá vložené medzi obidve šošovky (obr. 1).



Obr. 1.



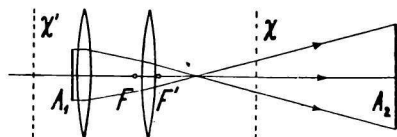
Obr. 2.

Princíp optického záznamu

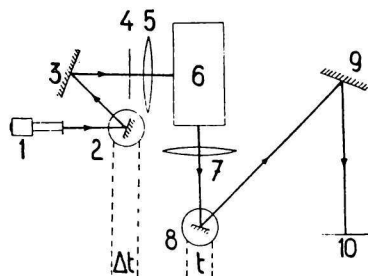
Základom celého zariadenia sú dve šošovky, ktoré tvoria centrovanú sústavu. Všetky lúče vychádzajúce z ohniska predmetového priestoru prvej šošovky sa zbiehajú v ohnisku obrazového priestoru druhej šošovky (obr. 2). V ohnisku F_1 je umiestené zrkadlo galvanometra merajúceho Δt a v ohnisku F_2' zrkadlo galvanometra merajúceho t . Pri akejkoľvek polohe zrkadla v ohnisku F_1 musí vychyľovaný lúč po prechode šošovkami dospieť na zrkadlo v ohnisku F_2' .

Vodorovné výchylky lúča odrazeného zrkadlom galvanometra merajúceho Δt sa na zvislé výchylky prevádzajú dvoma zrkadlami, ktoré sú vložené medzi obidve šošovky. Ich vzájomná poloha je v dvoch pohľadoch znázornená na obr. 1. Vzdialenosť v medzi

obidvoma šošovkami je zvolená tak, aby tvorili centrovanú sústavu so záporným optickým intervalom Δ , teda sústavu kolektívnu ($\Delta = v - f_1 - f_2$; f_1 = ohnisková vzdialenosť prvej šošovky; f_2 = ohnisková vzdialenosť druhej šošovky). Obraz zvislej štrbiny A_1 , vytvorený šošovkou polarografickej lampy, je sústavou zrkadiel otáčaný o 90° a premietnutý na kazetu s fotografickým papierom (obr. 3). Pri zaznamenávaní priebehu DTA



Obr. 3. Prvý a druhý obraz štrbiny lampy (A_1 , A_2), ohniská sústavy (F , F') a kladné hlavné roviny sústavy (X , X').



Obr. 4. Schéma celého zariadenia.

je v mieste prvého obrazu A_1 umiestená vodorovná štrbina kolná na smer lúčov, ktorá vytína z obrazu A_1 malú, takmer bodovú svetelnú stopu.

Celé zariadenie, doplnené dvoma pomocnými zrkadlami 3 a 9, je na obr. 4. Lúče, ktoré vychádzajú z polarografickej lampy 1, odrážajú sa od zrkadielka galvanometra 2 a od pomocného zrkadla 3 a vytvárajú obraz zvislej štrbiny lampy na vodorovnej štrbine 4. Táto ohraničuje bodovú svetelnú stopu, ktorá je ďalej premietaná šošovkami 5 a 7. Medzi nimi je umiestená prevracacia sústava zrkadiel 6. Po odraze na zrkadielku galvanometra 8 a na pomocnom zrkadle 9 sa bodová svetelná stopa zaznamenáva na fotografický papier 10. Zrkadielka galvanometrov 2 a 8 sú umiestené v ohniskách šošoviek 5 a 7. Pomocné zrkadlo 9 posúva bodovú svetelnú stopu na fotografickom papieri podľa potreby vo vodorovnom smere. Zrkadlom 3 sa nariaďujú lúče prechádzajúce štrbinou 4 na stred šošovky 5.

Použitie zariadenie

Zrkadlové galvanometre 2 a 8 (Čs. Zbrojovka, n. p.), používané pri polarografoch, majú kruhové zrkadielka o priemere asi 1 cm.

Achromatické šošovky 5 a 7 o priemere 5 cm ($f_5 = 25$ cm; $f_7 = 17$ cm) tvoria sústavu s optickým intervalom $\Delta = -18$ cm a s výslednou ohniskovou vzdialenosťou $f = 23,6$ cm.

Štrbina 4 je vytvorená dvoma prúžkami čierneho papiera na podložnom skielku.

Rozmer spodného zrkadla podľa obr. 2 je 10 cm \times 5 cm, vrchného 14 cm \times 3,5 cm. Zrkadlové plochy sú pohlinikované. Pomocné zrkadlá majú veľkosť 15 cm \times 10 cm a sú v zvislej polohe upevnené v otočnom čape.

Polarografický papier dlhý asi 20 cm je vložený do bežnej fotografickej kazety 10.

Celé zariadenie je v uzavretej skrinke. Polohu svetelnej bodovej stopy možno i počas rozboru pozorovať pri červenom osvetlení okienkom z červeného skla.

Zariadenie možno však zostaviť aj z podobných vhodných súčastí.

Záver

Uvedené zariadenie má tieto výhody:

1. Možno použiť bežne vyrábaný zrkadlový galvanometer, pretože odpadá predlžovanie zaveseného zrkadla.

2. Vodorovné výchylky lúča odrazeného zrkadlom galvanometra merajúceho Δt sa na zvislé výchylky prevádzajú bez skreslenia.

Všetky súčiastky sú ľahko dostupné.

Súhrn

V článku sa opisuje zariadenie pre optickú registráciu DTA, ktoré umožňuje neskreslený záznam priebehu DTA za použitia bežného vybavenia laboratórií.

НОВОЕ ОФОРМЛЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ЗАПИСЕЙ ХОДА ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ИВО ПРОКС

Отделение неорганической химии химического института
Словацкой Академии Наук в Братиславе

Выводы

В статье описывается аппаратура для оптической регистрации ДТА, которая позволяет провести не искаженную запись хода ДТА при использовании обыкновенного лабораторного оборудования.

Поступило в редакцию 20. IX. 1955

NEUE VORRICHTUNG FÜR DIE OPTISCHE AUFZEICHNUNG DES VERLAUFS DER DIFFERENTIALTHERMOANALYSE

IVO PROKS

Abteilung für anorganische Chemie des Chemischen Instituts an der Slowakischen
Akademie der Wissenschaften in Bratislava

Zusammenfassung

In dem Artikel wird eine Vorrichtung für die optische Registrierung der DTA beschrieben, welche eine unverzeichnete Wiedergabe des Verlaufes der DTA unter Verwendung der üblichen Laboratoriumseinrichtung gestattet.

In die Redaktion eingelangt den 20. IX. 1955

LITERATÚRA

1. Bárta R., Šatava V., Chem. Prům. 3, 113—117 (1953).

Došlo do redakcie 20. IX. 1955