

Diferenciální a vážková analýza hornin (konstrukce přístroje)

Úvod

Při identifikaci jílových minerálů nelze použít metod obvyklých při identifikaci ostatních minerálů. Důvodů je celá řada. Optických metod většinou nelze použít pro malý rozměr částic jílu, chemická analýza nedává uspokojivé výsledky, protože chemické složení jílových minerálů je si navzájem značně podobné, a nahodilé vlivy (znečištění apod.) mohou výsledek analýsy značně zkreslit.

Další komplikací je to, že jíly jsou směsí několika jílových minerálů, případně několika minerálů nejílových (křemen, kalcid, siderit) a bývají znečištěny organickými látkami.

Proto je nutno používat několika určovacích metod současně a jejich výsledek srovnávat. V petrografických laboratořích se v současné době používá RTG, ELM, DTA, GTA měření sorpce a jsou doplňovány chemickou, případně spektrální analýsou.

Pro RTG, ELM se běžně vyrábějí přístroje, pro DTA a GTA se u nás nevyrábějí, část potřeby byla kryta dovozem. DTA se dováželo z NSR, z Maďarska se dováží přístroj Derivátograf, který současně kreslí křivku DTA a GTA a derivaci GTA. Přístroj je velmi nákladný a nesmírně choulostivý na otřesy. Vadí mu například otřesy, způsobené tramvají, jedoucí v blízkosti. Většina pracovišť je proto nucena si uvedené přístroje postavit sama. Proto bylo rozhodnuto také u nás postavit DTA a GTA. Po úvodních pokusech jsme přišli k názoru, že bude možno postavit přístroj kombinovaný, který je velmi výhodný pro 50procentní úsporu času a energie i pro značnou úsporu investiční. Další základní směrnici byla úplná automatizace provozu a možnost připojení na vysokoteplotní DTA (s oddělenou pecí a regulací teploty).

Princip DTA

V řadě sloučenin probíhají při zahřívání různé reakce, které jsou doprovázeny uvolněním nebo spotřebou tepla. Například sloučeniny, obsahující krystalovou vodu, ji při zahřívání uvolňují. Tím se spotřebovává hydratační energie a vzorek se ochlazuje — reakce je endotermická. Při zahřívání kaolinitu nastává při teplotě kolem 950° rekrystalizace materiálu, přičemž nově vzniklá krystalová modifikace má nižší energetický obsah. Teplo se proto uvolňuje, vzorek se zahřívá — reakce je exotermická.

Jestliže vzorek umístíme v prostředí, jehož

teplota roste lineárně s časem, teplota inertního vzorku vzrůstá stejně. Jestliže však probíhá exo- nebo endotermická reakce, na grafu vznikají odchylky nahoru nebo dolů (viz obrázek 1). Tyto odchylky jsou však málo zřetelné, a proto byla tzv. klasická termická analýza nahrazena diferenční termickou analýsou. Při diferenční termické analýze se zahřívá současně vzorek a inertní standard. Vhodným zapojením čidel se měří rozdíl teplot mezi vzorkem a standardem. Pokud neprobíhá ve vzorku reakce, rozdíl teplot se rovná 0. Při reakci ve vzorku vzniká teplotní rozdíl, který se registruje. Výhodnost DTA je zřejmá z následujícího příkladu: Vzorek se zahřívá od 0 do 1000° a probíhá v něm reakce, která způsobí pokles teploty o 1°. Pro grafické znázornění je k dispozici 200 mm. To znamená, že měřítko pro 1° je 0,2 mm. Tato reakce nemůže být při klasické T. A. prakticky zaznamenána. Na DTA je možno zvolit měřítko libovolné, stejná reakce se tedy může projevit jako 10 cm výchylka.

GTA

Většina zmíněných reakcí je doprovázena změnou váhy (únik krystalové vody, množství org. látek, oxydace FeO na Fe₂O₃ atd.). Jestliže změna váhy při reakci je stechiometrická (tento požadavek je obvykle splněn), je možno z váhové změny vypočítat množství reagující látky. Principem GTA je tedy zápis váhy (nebo změny váhy vzorku) při stoupající teplotě. Nejjednodušší možností je zahřát vzorek na určitou teplotu, ochladit v exsikátoru a zvážit, pak ohřát na teplotu o 10° vyšší atd. (7). Tato metoda nevyhovuje co do přesnosti a je velmi pracná a zdoluhavá. Nejjednodušším řešením je světelný zápis na fotografický papír, použitý např. v Derivátografu (8). Zde je podobně jako v DTA — komplikovaný optický systém a ostatní nevýhody fotografického záznamu. I ve velmi obtížných podmínkách pracuje spolehlivě rtuťový kontakt na vahadle vah (4), toto poměrně hrubé zařízení je vhodné pro větší navážku. Nejpoužívanější a skutečně také nejlepší je snímání výchylky vah diferenčním transformátorem nebo opticky (fotonkou). Celou řadu takových systémů popisuje (9), který také uvádí výhody elektromagnetické zpětné vazby. Použití optického systému bez zpětné vazby popisuje (5), tento systém není však příliš stabilní, hodně citlivý je na stabilitu napětí v síti. Jako nejsnáze proveditelný byl zvolen systém optický s elektromagnetickou zpětnou vazbou.

1. Měrný blok:

Měrný blok je zařízení, ve kterém jsou umístěny standard a vzorek a příslušná čidla teploty — thermočláanky. Blok má zaručovat podmínky stejného přístupu tepla pro vzorek a standard a pohodlnou manipulaci. Nejjednodušším řešením je běžný keramický kelímek, který se rozdělí žárovzdornou přepážkou na dvě poloviny, do víčka se provrtají dva otvory, kterými se prostrčí dvojkapiláry s thermočláanky (1). Toto poměrně jednoduché zařízení má tu nevýhodu, že thermočláanky jsou vyvedeny směrem nahoru, kde působí potíže v těsnění v zátce pece.

Zlepšením je blok Bárty (2), kde vzorek i standard jsou umístěny ve dvou polovinách hranolovité nádoby, rozdělené přepážkou. Tenkostěnná nádoba je opatřena otvory k protažení thermočláanky a je uložena v masivním keramickém bloku, válcového tvaru, který se vsunuje do horizontálně uspořádané pece. Toto uspořádání umožňuje rovnoměrné rozdělení tepla, ale má značnou tepelnou setrvačnost a vyžaduje opatrné zacházení, aby keramický blok nepraskl tepelnými šoky. Byly zkoušeny i kovové bloky, které nemají uvedenou nevýhodu a rozdělují ještě dokonaleji převod tepla, ale u nich nastávají potíže s izolací thermočláanků. Problémem je i výběr materiálu, který musí odolávat teplotám do 1000°, aniž by se oxydoval, nesmí v něm probíhat výraznější reakce a nemůže být příliš nákladný (Pt).

Výhodné je vertikální uspořádání thermočláanky, kdy nádobku tvoří zbroušený konec dvojkapiláry, na kterou je nasunuta platinová trubička. Dva takové systémy jsou umístěny vedle sebe a thermočláanky jsou vyvedeny směrem dolů. Pec se tak nasazuje shora a potíže s vývody thermočláanků odpadají. Tohoto uspořádání bylo použito například u přístroje Heraeus, popisuje je také Neužil (3).

Všechna tato uspořádání mají tu nevýhodu, že když se vzorek roztaví, zalije thermočláanky a ty, které se při uvolňování často poruší, musí se znovu svařovat a dochází ke ztrátám.

Proto bylo použito systému podle (4), kdy na thermočláanek je nasunut kelímek se vpičem do dna (obr. 2). Tím sice není zaručen tak dokonalý kontakt mezi vzorkem a thermočláankem, ale thermočláanek není atakován vzorkem. Toto uspořádání je také výhodné pro GTA, protože je snadno možno je uložit na vahadlo vah. Vzorek a standard jsou uspořádány vedle sebe, vzorek je zavěšen na vahadle vah, standard je uložen pevně. Studené konce thermočláanky nejsou termostatovány, jsou však dostatečně odstíněny, takže nedochází k jejich zahřívání a mají teplotu místnosti. Vývody thermočláanky „vzorek“ jsou realisovány spirálkami z měděného drátu o průměru 0,05 mm.

Použité thermočláanky musí snášet teploty do 1000° a mají mít pokud možno co největší citlivost při pokud možno lineární závislosti termoelektrického napětí na teplotě.

Požadavku teploty do 1000° vyhovují prakticky 3 thermočláanky. Platina + Platina — Rhodium (Pt/90 % Pt + 10 % Rh), Pallaplat (60 % Au + 30 % Pd + 10 % Pt/90 % Pt + 10 % Rh) a chromel + alumel (89 % Cr + 10 % Cu + 1 % Fe/94 % Ni + 2 % Al + 1,5 % Si + 2,5 % Mn).

Nejvyšší a dobře lineární elektrické napětí má pallaplat ($57 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$) poněkud nižší a také lineární napětí má chromel-alumel ($42 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$) nejnižší a nepřiliš lineární termoelektrické napětí má Pt/Pt Rh — $7 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ při 100°, $12 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ při 1000° C.

Pallaplatové thermočláanky jinde běžně používané (Heraeus) nejsou u nás prakticky dostupné, proto bylo použito thermočláanků chromel-alumel, sovětské výroby. Při provozu se však ukázalo, že se thermočláanky postupně oxydují a jejich životnost nepřesahovala 100 hodin. Proto byly nahrazeny Pt/Pt Rh, jejichž životnost je prakticky neomezená.

Regulace teploty

Pro úspěšné provádění DTA je třeba regulovat teplotu v peci lineárně od 0° do 1000° rychlostí od 10—20°/minut. Výhodou je možnost tuto rychlost vzestupu měnit.

Nejjednodušší a mnohde ještě používanou metodou je napojení pece přes regulační transformátor a ampérmetr. Obsluhující pracovník pak reguluje transformátorem proud v peci podle předem vyzkoušeného programu. Výhoda jednoduchosti je převážena tím, že jeden pracovník je neustále zaměstnán aparaturou, kterou, zvláště při kolísání napětí v síti, nemůže ani na okamžik opustit.

Další možností je automatisace obsluhy motorkem, který otáčí transformátorem, prostřednictvím nelineárního převodu (2), nebo motorkem, jehož otáčky jsou řízeny šablonou spojenou s rotorem transformátoru (DTA, vyvinutá ve vývojových dílnách ČSAV Brno).

Jiným obdobným řešením je regulace podle Imříše (5), který reguluje proud pece transduktorem, jehož řídicí vinutí je napájeno přes odpor, postupně zaplavovaný přitékající rtutí. Potřebného průběhu proudu dosahuje tvarováním nádoby, ve které je řídicí odpor. Všechny tyto systémy jsou závislé na síťovém napětí. Protože příkon je úměrný čtverci napětí, a to kolísá až $\pm 20\%$, nastávají značné chyby, kterým lze odpomoci jen stabilizátorem napětí, který musí být dimensován na značný výkon (2 kVA).

Regulaci teploty, nezávislou na napětí v síti, popisuje (1), nerespektuje však tepelnou setrvačnost pece, ani nelinearit thermočláanky, navíc je dosti složitá.

Proto byla sestrojena vlastní konstrukce regulace teploty, chráněná patentem [6]. Čidlem je keramický bloček, naplněný vyžíhaným kaolinitem, v němž je umístěna baterie thermočlánků. Thermočlánky jsou umístěny uvnitř a na povrchu bločku a jsou zapojeny proti sobě. Při stálé teplotě jsou teploty uvnitř a na povrchu vyrovnány a napětí na thermočláncích se ruší. Jestliže teplota vzrůstá, povrch bločku je teplejší, thermočlánky na povrchu mají větší EMS a vzniká měřitelný rozdíl napětí úměrný vzestupu teploty. Průběh teploty se koriguje přičtením části napětí z dalšího thermočlánku. Stačí tedy regulovat proud v peci tak, aby napětí na výstupních svorkách bylo konstantní.

Popis jednotlivých částí

1. Pece:

Byly použity trubkové pece, výrobek n. p. ESA, roměrů trubky 50×220 mm, s vnějším rozměrem průměru 250×220 mm. Příkon peci při 220 V je jeden kW. Pece jsou celkem čtyři, zavěšeny na lankách vždy dvě proti sobě, na otáčivém kříži nad vahami. Nad vahami je umístěno vedení, do kterého zapadají kameny, připevněné k pecím tak, že při nasazování na vzorek jsou pece vedeny s přesností lepší než 1 mm.

2. Regulace teploty:

Nad vzorkem je na keramické čtyřkapiláře upevněna hranolovitá nádobka, rozměru 15×10×12 mm, ve které je umístěna baterie thermočlánků a thermočlánek pro linearisaci.

Thermočlánky jsou Pt/Pt Rh a baterie sestavena ze tří článků.

Zapojení je na obr. 3, 4.

Napětí z thermočlánků je vedeno na galvanometr G1. Pod ručičkou galvanometru je fotonka F1, osvětlovaná žárovkou nad ručičkou. Na ručce je lístek staniolu, který při výchylce stíní fotonku. Proud fotonky je zesilován tranzistorem T1 a veden na vinutí relé. Na potenciometru K1 se vybudí napětí úměrné proudu, které je odečítáno od napětí thermočlánku — působí tedy jako zpětná vazba, která linearizuje a stabilizuje systém.

Tranzistor T2 odděluje kondensátor 1500 μ F, který s odporem 8 ohmů vytváří derivační člen. Napětí na něm se srovnává s napětím na odporu 2 Ω v obvodu tranzistoru T3 na galvanometru G2, který je upraven podobně jako galvanometr G1. Fotonka je v obvodu báze T3. V obvodu emitoru T3 je další vinutí relé a v sérii s ním zmíněný odpor 2 ohmy. Systém tedy pracuje jako zesilovač se ziskem asi 1000. Napětí na druhém vinutí relé je úměrné derivaci napětí na prvním vinutí relé, které je opět úměrné napětí na čidlech vzrůstu teploty. Na třetím vinutí relé je připojený zdroj sinusových kmitů 0,3 Hz. Tranzistor T1 a příslušné odpory a kondensátory pracují jako R—C oscilátor. Z potenciometru v kolektoru se přes

kondensátor 100 μ F odebírá signál, který se zesiluje tranzistorem T2, v jehož kolektoru je třetí vinutí relé. Na čtvrté vinutí je přiveden polarizační proud, jímž se nastavuje správný pracovní bod relé. Jako měrné relé je použito polarisované relé HL-10011. Jeho cívka byla vyměněna za cívku z relé HL-10007 (HZ 10001), která má potřebný počet vinutí.

Polarisované relé ovládá relé RP-100, které vypíná a zapíná proud do pece. Celý topný systém pracuje takto:

Magnetické toky všech vinutí se sčítají a vytvářejí průběh podle obr. 5. Podle stavu regulační veličiny (rychlosti vzrůstu teploty), se bod, v němž dochází k zapnutí, posunuje po charakteristice. Čára 4 odpovídá nedostatečnému vzrůstu teploty, čára 1 příliš velkému vzrůstu teploty. V případě 1 je tedy relé periodicky zapínáno jednou za 3 sec. na krátkou dobu, v případě 4 je zapnuto stále. V případě 2, který odpovídá správnému průběhu teploty, je relé zapnuto asi na polovinu periody. Odchylka odcházejícího proudu od tohoto průměru je tedy úměrná odchylce vzrůstu teploty od stanovené hodnoty, systém pracuje jako proporcionální regulátor.

Protože druhé vinutí relé je zapojeno na derivaci proporcionálního signálu, a jeho účinek se přičítá, pracuje systém jako regulátor P—D, schopný dokonale regulovat proud pece.

Zesilovač GTA a DTA

Oba zesilovače pracují jako samostatné jednotky, umístěné na jedné destičce s plošnými spoji. Zesilovač DTA pracuje stejně jako galvanometrický zesilovač regulace teploty, zesilovač GTA podobně s tím rozdílem, že proud probíhající tranzistorem T2, řízený fotonkou na vahách probíhá zpětnovazební cívku s dvěma tisíci závitů, ve které je do poloviny zasunut magnet o rozměru 12×20×40 mm. Citlivost DTA je řízena přepínáním odporů, které jsou v sérii se zpětnovazebním odporem, citlivost GTA přepínáním odporů, které jsou paralelně ke zpětnovazební cívkce (obr. 6).

Vysokoteplotní DTA

Popsaná aparatura pracuje také jako vysokoteplotní DTA. Přitom je využito pouze zesilovače DTA, ostatní části jsou odpojeny. Přepínání se provádí pomocí čtrnáctikontaktové zástrčky v přední části přístroje (obr. 7). V jedné poloze je zapojena DTA + GTA, v obrácené poloze vysokoteplotní DTA. Příslušná poloha je signalisována kontrolní žárovkou na panelu. Zapojení zástrčky je na obr. 7.

Jako pece bylo použito rhodiové pece — výrobek firmy Heraeus, která dosahuje teploty až 2000°. Protože bylo použito platinových thermočlánků a platinových kelímků, je maximální přípustná teplota 1650°. Ta však je prakticky pro všechny druhy analys dostačující. Pec má trubku o rozměrech v $\varnothing$ 40×370 mm.

Vzorek i standard jsou umístěny v kelímcích stejných, jakých bylo použito u DTA + GTA. Kelímky jsou nesený pyrolánovými trubkami o $\varnothing$ 15 mm, které jsou na jednom konci opatřeny kovovými držáky, na druhém konci zbroušeny do úhlu asi 30°. Ve zkosení jsou vyvrtány otvory pro thermočlánek, na který se shora nasazuje kelímek (obr. 8).

Regulace teploty

Odpor vinutí rhodiové pece je silně závislý na dosažené teplotě. Experimentálně bylo zjištěno, že při udržování konstantního proudu v peci stoupá teplota lineárně.

Charakteristika pece

Pec je nízkonapěťová, s maxim. příkonem 4 kW (při 100 V 40 A). Napětí je řízeno regulačním autotransformátorem, který je ovládán šroubovým mechanismem s klikou. Aby nemohlo dojít k zapojení studené pece s nízkým odporem na příliš vysoké napětí, je opatřena systémem stykačů, které připojí transformátor k síti při nastavení regulace na minimum. Spínací skříň je opatřena padáčkovým regulátorem, který při dosažení nastavené úrovně nejprve přepne pec na nižší napětí, při dalším zvýšení úplně vypne. Automatický regulátor (obr. 9) reguluje pec tím způsobem, že řízený motorek otáčí regulační klikou transformátoru. Procházející proud se transformuje měřicím transformátorem na proud 5 A/1 V při 50 A. Napětí na transformátoru se usměrňuje a srovnává se standardním napětím na potenciometru, napájeném ze stabilizovaného zdroje proudu. (Transformátor 24 V, 4×3 NP 70, variátor V 225 12—18.) Nula transformátoru není přímo spojena s nulou srovnávacího zdroje — je připojena k jezdcí potenciometru, na kterém je napětí 0,04 V. Jako srovnávacího čidla je použito inkurantního deprèzského relé s odporem cívky 500 ohmů. Jestliže je napětí na transformátoru příliš vysoké, deprèzské relé spojí proud do té cívky, která přeloží polarisované relé (HL 10007) se dvěma klidovými polohami do polohy „vypnuto“. Tím se vypne přívod proudu do cívky relé RP 100, to odskočí a přepne polaritu rotoru motoru, který se otáčí ve směru snížení napětí na peci. Současně se zkratuje potenciometr v bodě připojení transformátoru ke srovnávacímu zdroji a tím se napětí na srovnávacím deprèzském relé sníží. Když bylo měrné napětí jen o málo vyšší než srovnávací, přeloží se relé do druhé polohy, polarisované relé se zapojí a cykl se opakuje. Motorek tedy vykonává stálé pohyby střídavě nahoru a dolů, přičemž poměr obou směrů závisí na rozdílu měrného a srovnávacího napětí až se ustaví rovnováha, kdy poměr je 1 : 1. V regulační části jsou dva stykače, které naskočí až při snížení polohy regulačního transformátoru na nulu. Při překročení předepsané teploty odpadne stykač č. 2. Aby regulační systém tyto skutečnosti

respektoval, je využito pomocných kontaktů obou stykačů, které jsou zapojeny tak, že dokud nenaskočí oba stykače, je zapojen proud do rotoru motoru přímo a relé RP 100 je odpojeno. Jezdec transformátoru je tedy vysokou rychlostí vrácen na nulu. Když se zapne koncový vypínač, naskočí oba stykače, relé RP 100 se zapojí a rotor motoru je napájen přes žárovku 24 V/25 W. Jezdec transformátoru se nižší rychlostí zvedá, až dosáhne rovnováhy, kde se ustálí. Když teplota dosáhne předepsané meze, stykač číslo 2 odpadne a motorek, který by jinak zvedal jezdce neustále výše, se vypne.

Signalisace ukončení analýzy

Jako koncový spínač je použit galvanometr, do něhož je vestavěn bezdotykový snímač „Křižík“ S 586. Tento snímač normálně vede při 6 V proud 10 mA. Při zasunutí vodivého předmětu se proud sníží na 2 mA. Procházejícím proudem je napájeno polarisované relé, typu HL 10007, jehož kontakty přepínají proud z relé RP 100 na bzučák. Galvanometr je připojen přes odpor 500 ohmů na thermočlánek „vzorek“ a je na něm předem nastavena taková výchylka, aby se při dosažení 1000 stupňů vsunul do snímače lístek staniolu nalepený na ručce galvanometru. Při dosažení teploty 1000° se tedy vypne topení v peci a zapojí bzučák (obr. 10).

Zápis teploty

Teplota se zapisuje přímo registračním přístrojem, jehož dvanáct kanálů je vzájemně spojeno tak, že kanály č. 2, 4, 6, 8, 10, 12 zapojují DTA, č. 1, 3, 7, 9 zapisují GTA a č. 5, 11 teplotu.

Zdroj proudu

Jako zdroje proudu je použito pro zesilovače akumulátoru typu 6-OB-1 s kapacitou 15 Ah při 12 V. Spotřeba proudu je asi 1,6 A. Zdrojem stejnosměrného napětí 24 V pro relé je transformátor a germaniový usměrňovač. Tímto zdrojem se také dobíjí akumulátor, když přístroj nepracuje. Dobíjení je zapínáno a vypínáno relé HL 10007, které vypne dobíjení při dosažení 14 V. Aby nebyl akumulátor dobíjen při provozu, což by se mohlo projevit rušivě, je na další vinutí relé připojen kondensátor, spojený s +pólem 12 V. Polarita je volena tak, aby proudový impuls při zapnutí překlopil relé do polohy „vypnuto“, při vypnutí „zapnuto“. Intensita nabíjecího proudu je omezena odporem na 1 A. Z tohoto odporu je také odebráno napětí pro signální žárovku (obr. 11).

Ovládání a signalisace

Ovládací a signalizační prvky jsou soustředěny na panelu (obr. 12). Uprostřed je hlavní

vypínač, který připojuje přístroj k síti. To je signalisováno žárovkou nad vypínačem. Žárovka (24 V/0,05 A) je napájena 24 V z usměrňovače. 12 V z akumulátoru se zapojuje vypínačem na levé straně panelu, což signalizuje žárovka (12 V/0,1 A) nad vypínačem. Pec je zapojována vypínačem v pravé části panelu. Nad vypínačem jsou dvě žárovky. Levá (24 V/0,05 A) signalisuje jeho zapnutí a je napájena přes odpor přímo z 220 V. Druhá (2,5 V/0,2 A) je zapojena v sérii s pecí. Proud žárovky je omezen bočnickem. Modrá žárovka na levé straně dole (12 V/0,1 A) a oranžová (12 V/0,1 A) na pravé straně dole ukazují polohu zástrčky, přepínající DTA + GTA a VDTA. (Modrá DTA + GTA, oranžová VDTA.) Zelená žárovka uprostřed dole (12 V/0,1 A) signalisuje nabíjení.

Citlivost DTA se řídí 10polohovým přepínačem v geometrické řadě s koeficientem 1,4. Přepínač je umístěn na pravé straně panelu. Citlivost GTA se přepíná ve stejné řadě stupňů. Přepínač je na levé straně panelu.

Celkové uspořádání

Všechny zesilovače, galvanometry, ovládací a signalizační prvky jsou uspořádány na plechovém šasi v rozměru 260 × 600 mm. V přední části je panel pod sklonem 45° o rozměrech 180 × 260 mm, na kterém jsou ovládací a signalizační prvky. (Obr. 12.) Na zadní straně šasi je sedmnáctimístná svorkovnice pro připojení sítě, pece, DTA, GTA a VDTA (obr. 14) a šestikontaktní zástrčka pro připojení registračního přístroje. Pro připojení k síti a k peci je použita běžná gumová šňůra, k DTA a GTA a k registračnímu přístroji pancéřový osmipramenný kabel. K DTA a GTA je kabel připojen čtrnáctikontaktní zástrčkou (obr. 15).

Zkušební provoz

Při pokusném provozu se ukázalo, že všechny systémy pracují spolehlivě s výjimkou zařízení signalisujícího konec analýsy. Použitý bezdotykový snímač S 586 nedává proudy, udané katalogem, a proto je funkce relé nejistá. Při opravě bude systém nahrazen zapo-

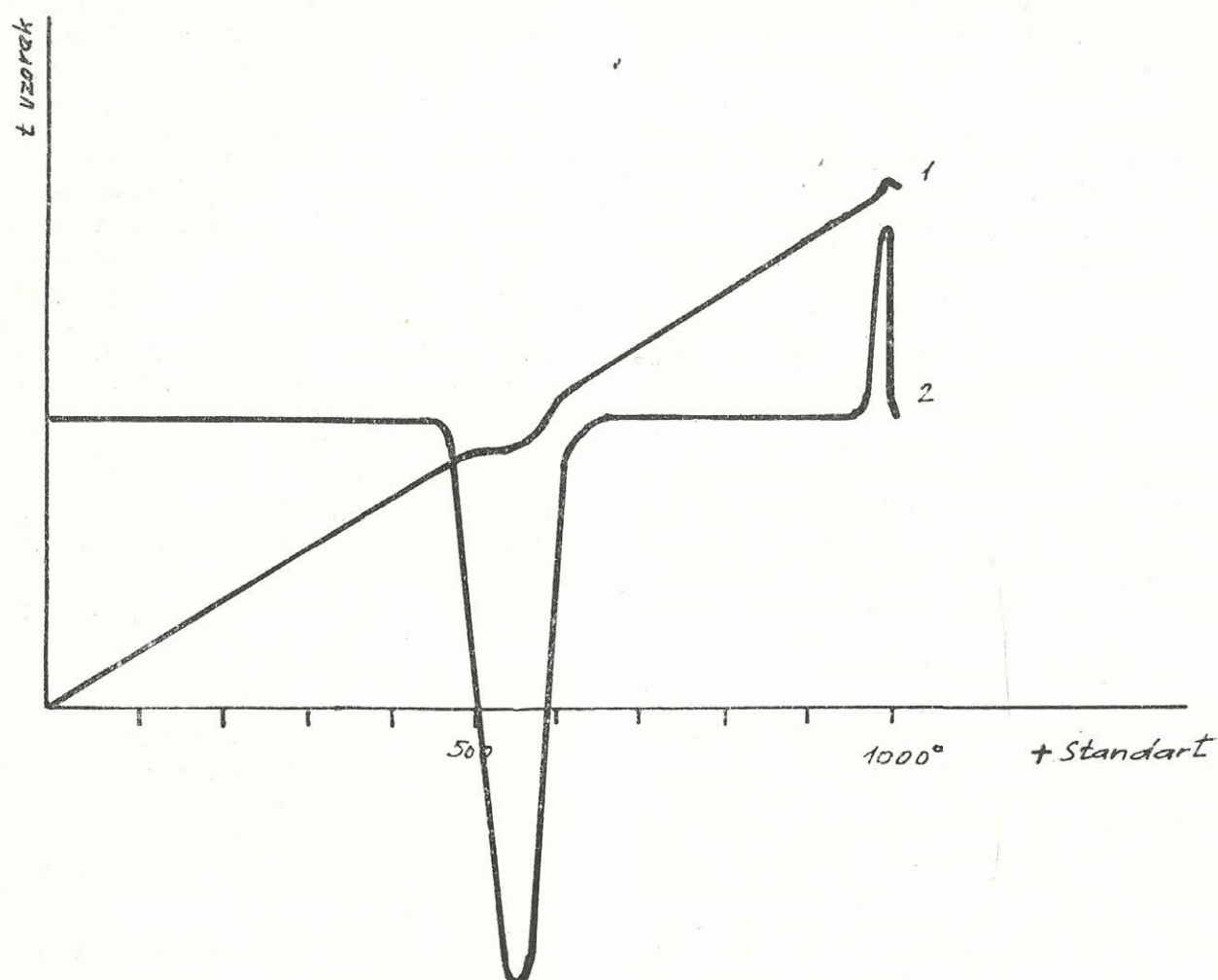
jením se žárovkou a fotonkou. Druhou částí, která nepracovala ihned spolehlivě, je čidlo vzestupu teploty. Při sestavování se totiž zlomila čtyřkapilára nesoucí čidlo a byla opravena nasunutím keramické trubičky přes zlomené místo. Opravená kapilára se pak viklala a rozkvy čidla byl větší než 5 mm. Tím byla způsobena nestabilita regulátoru. Po zafixování kapiláry kaolinovým tmelem potíže přestaly. Výkon aparatury — 5 analys za den — je velmi uspokojivý, protože se jedná vždy o dvě analýsy, takže se získá 10 rozborů denně.

Proti běžně používaným přístrojům pro oddělené provádění DTA a GTA představuje přístroj úsporu asi 40 % materiálu při stavbě a 50 % elektrické energie. Ve srovnání s manuálními přístroji je produktivita práce (počítáno na obsluhu) asi 1000 %, ve srovnání s automaty 200 %, s derivátografem asi 150 %. Přitom je objektivnost dosažených výsledků zaručena, což není vždy možné u manuálně obsluhovaných přístrojů.

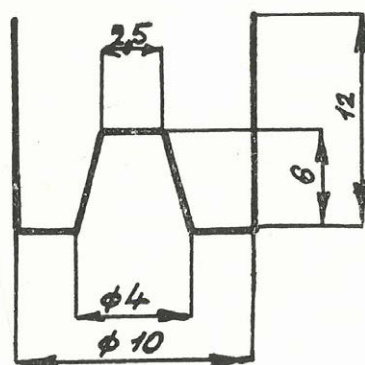
SEZNAM LITERATURY:

1. Eliáš M., Šťovík M., Zahradník L.:
Chemické rozborý nerostných surovin — DTA — Praha.
2. Bárta R., Šatava V.:
Chemický průmysl 3, 113 (1953).
3. Neužil J.:
Acta universitatis Carolinae, geologica 1, 45 (1959).
4. Formánek Z., Bauer J.:
Silikáty 2 (2), 1958.
5. Imřiše P.:
Silikáty 6 (1), 91 (1962).
6. Formánek Z., Dykast J.:
Československý patent č. 104 340 (1962).
7. Konta J.:
Jílové minerály Československa — Praha.
8. Paulik A., Paulik J., Erdey G.:
Acta chimica Acad. Sci. Hung. 10 (1956).
9. Blažek A., Kalousek J.:
Silikáty 6 (1) 100 (1962).

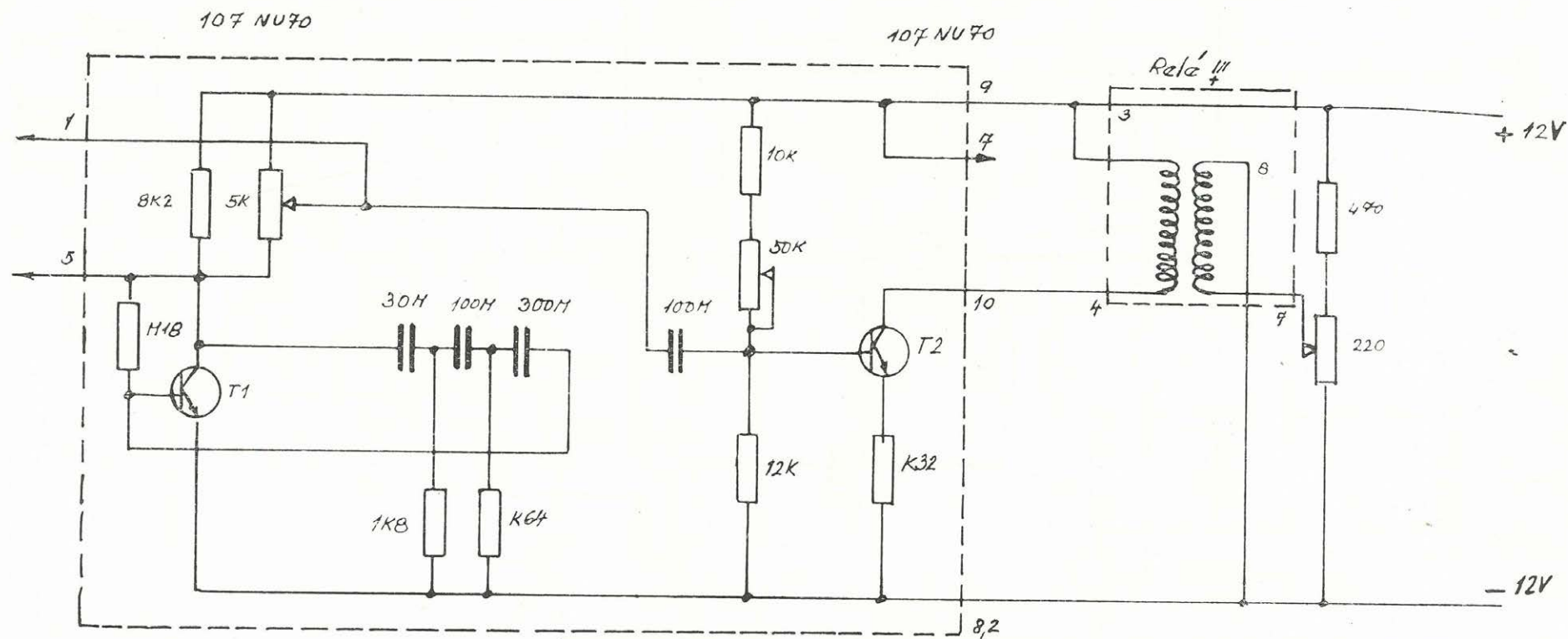
Obr. 1



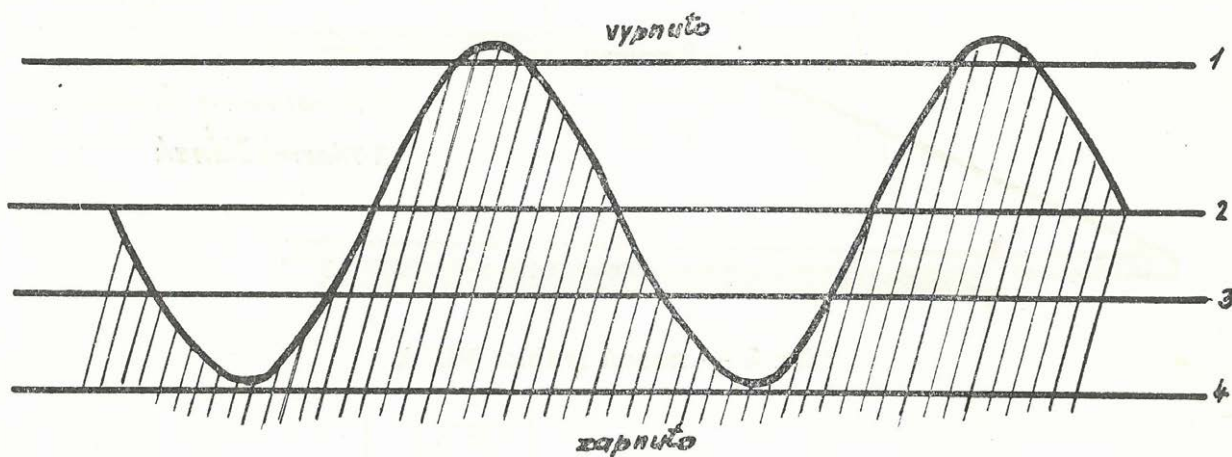
1. Křivka klasické termické analýsy
2. Křivka diferenční termické analýsy



Obr. 2 — kelímek pro DTA a GTA

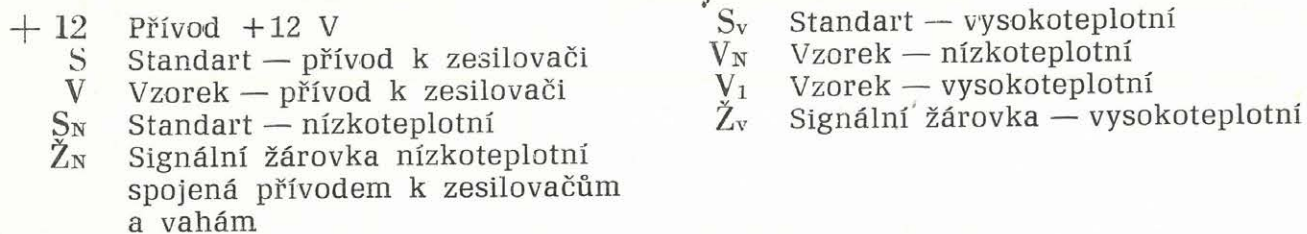


Obr. 4 — oscilátor velmi nízké frekvence pro regulaci teploty



The diagram is a hand-drawn schematic of a three-channel electronic circuit, likely for a radio receiver or amplifier. It is divided into three vertical sections by dashed lines. Each section contains a variable capacitor (C1L DTA, C1L GTA, and C1L GTA) connected to a +12V supply through a 12NP40 diode. The first section also includes a 10kND40 diode and a 2K resistor. The second section includes a 1500M capacitor and a 1500M capacitor. The third section includes a 10kND40 diode and a 2K resistor. The circuit is powered by a +12V supply and a -12V supply. The diagram is labeled "Komp. dvka" at the top right.

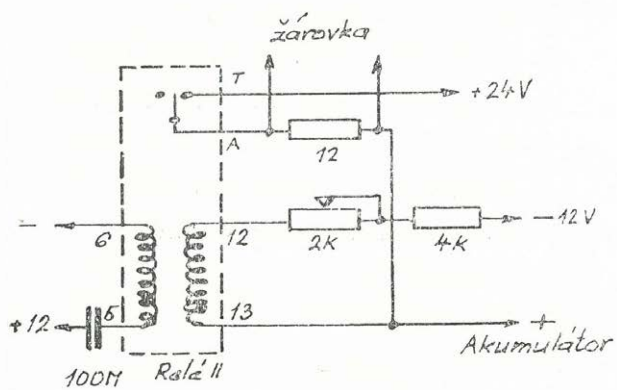
Obr. 6



1 Pyrolanová trubka
2 Termočlanek

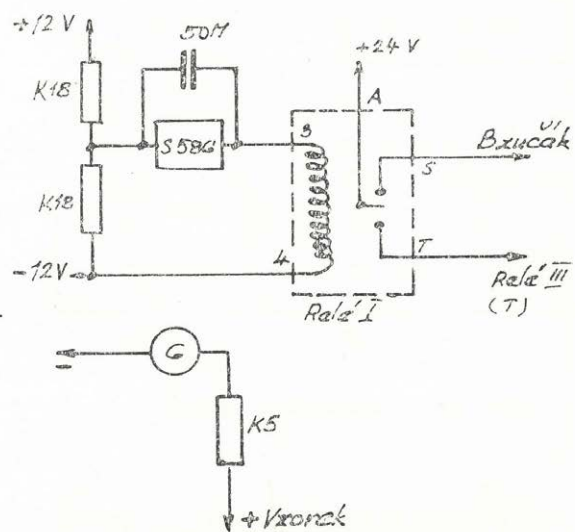
14

Obr. 11

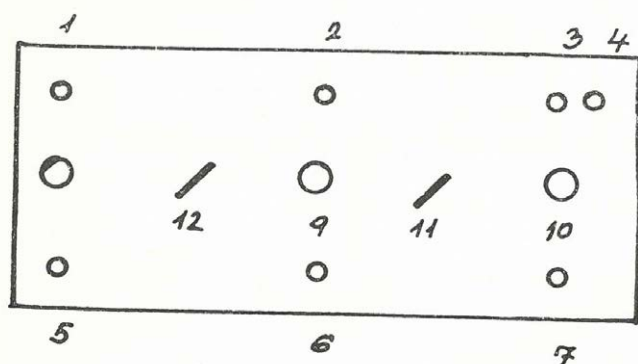


Regulátor nabíjení

Obr. 10

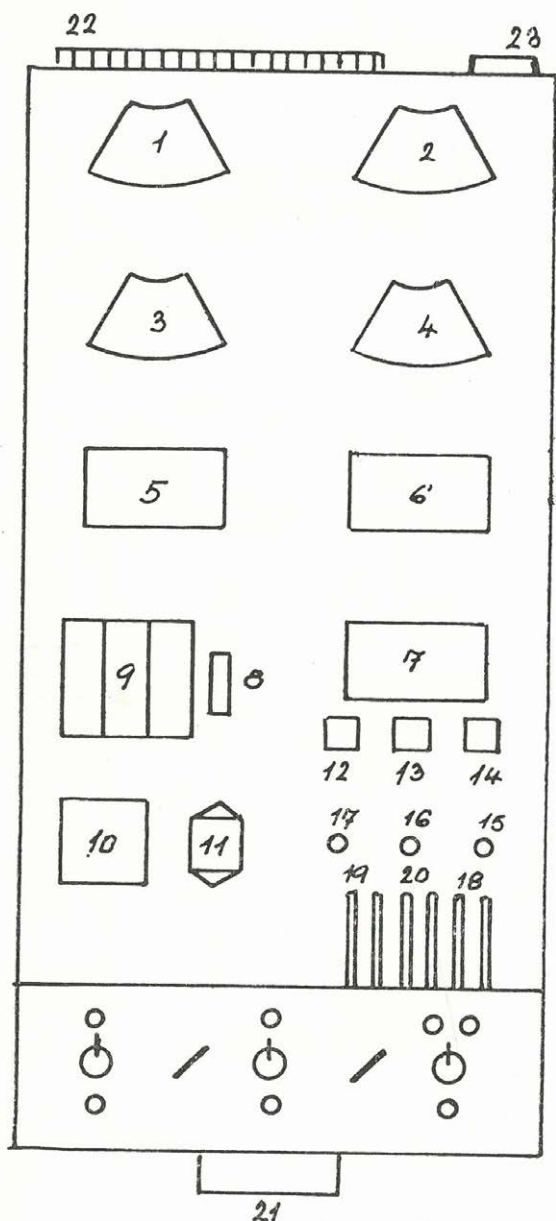


Zařízení pro signalisaci
konce analyzy



Obr. 12 — ovládací panel

1. Kontrolní žárovka 12 V
2. Kontrolní žárovka 24 V
3. Kontrolní žárovka napětí pece
4. Kontrolní žárovka proudu pece
5. Kontrolní žárovka DTA + GTA
6. Kontrolní žárovka nabíjení
7. Kontrolní žárovka v DTA
8. Vypínač 12 V
9. Vypínač 220 V
10. Vypínač pece
11. Přepínač citlivosti DTA
12. Přepínač citlivosti GTA



Obr. 13 — chassis

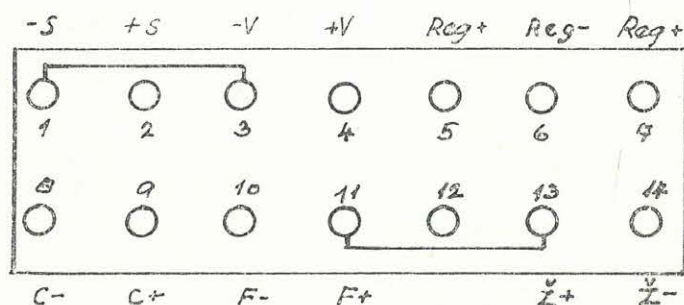
1. Galvanometr „konec analysy“
2. Galvanometr zesilovače DTA
3. Galvanometr — regulace teploty
4. Galvanometr a derivace reg. tepl.
5. Oscilátor regulace teploty
6. Zesilovač a derivační člen reg. tepl.
7. Zesilovač DTA a GTA
8. Usměrňovač
9. Transformátor
10. Relé RP-100
11. Bzučák
12. Relé I (HL 10007)
13. Relé II (HL 10007)
14. Relé III (upravené)
15. Potenciometr „konec nabíjení“
16. Potenciometr „regulace teploty“
17. Potenciometr „citlivost GTA“
18. Odpor nabíjení
19. Bočník žárovky „proud pece“
20. Předřadný odpor žárovky „pec“
21. Zástrčka — přepínání DTA a GTA
22. 14kontaktní svorkovnice
23. 6pólová zástrčka

Regul	V_V	$-V$	S_V	V_N	$-N$	S_N	C^-	C^+	F^-	F^+	$\tilde{Z}^+$	$\tilde{Z}^-$	AKV^-	AKV^+	P_{ac} 220V	220V
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17

- | | |
|---|--------------------------------------|
| 1. Thermočlánek regulace teploty | 8. Standart nízkoteplotní DTA |
| 2. Thermočlánek regulace teploty | 9. Cívka GTA (záporný pól) |
| 3. Thermočlánek vzorku vysokoteplotní DTA | 10. Cívka GTA (—) |
| 4. Záporný pól thermočláunku vysokoteplotní DTA | 11. Fotonka GTA (—) |
| | 12. Fotonka a žárovka GTA (+) |
| 6. Thermočlánek vzorku nízkoteplotní DTA | 13. Žárovka GTA (—) a akumulátor (—) |
| 7. Záporný pól thermočláunku nízkoteplotní DTA | 14. Akumulátor (+) |
| | 15. Přívod k peci |
| | 16. Přívod k peci a přívod 220 V |
| | 17. Přívod 220 V |

Obr. 14 — svorkovnice na chassis

Obr 15



- | | |
|--------------------------------------|---------------------|
| 1. Thermočlánek „Standart“ (—) | 8. Cívka GTA (—) |
| 2. Thermočlánek „Standart“ (+) | 9. Cívka GTA (+) |
| 3. Thermočlánek „Vzorek“ (—) | 10. Fotonka GTA (—) |
| 4. Thermočlánek „Vzorek“ (+) | 11. Fotonka GTA (+) |
| 5. Thermočlánek regulace teploty | 12. Nezapojeno |
| 6. Thermočlánek regulace teploty (—) | 13. Žárovka GTA (+) |
| 7. Thermočlánek regulace teploty | 14. Žárovka GTA (—) |

Zapojení zástrčky na váhách