



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

202316

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ



(61)
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 09 78
(21) (PV 6100-78)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/48

(40) Zveřejněno 30 04 80
(45) Vydáno 30 04 82

(75)
Autor vynálezu NOVOTNÝ LADISLAV ing., PRAHA

(54) Stacionární kapková elektroda

Předmětem vynálezu je stacionární kapková elektroda na bázi vodivé tekutiny, například rtuti. Přesněji řečeno, vynález se týká stacionární kapkové elektrody, kde kapky mají určenou a reprodukovatelnou velikost.

Ve světové technice je známa polarografie na bázi rtuťové kapkové elektrody, která se osvědčila zejména při zjišťování závislosti proudu na napětí (potenciálu elektrody), závislosti derivace proudu podle potenciálu na potenciálu, závislosti proudu na čase, závislosti potenciálu kapkové elektrody na čase, časové derivaci potenciálu na čase aj.

Rtuťovou kapkovou elektrodu užívanou k tomuto účelu tvoří například kapilára o vnějším průměru v rozmezí 3 až 7 mm a o vnitřním průměru 0,05 až 0,1 mm a která je trubici z gumy, plastické hmoty nebo i skla spojena se zásobníkem vodivé tekuté rtuti (J. Heyrovský a kol.: Základy polarografie, NČSAV Praha 1962). Elektrody tohoto uspořádání však v některých případech ukazují určité nevýhody a proto byly prováděny pokusy s jejich zlepšením. Tak např. J. Smoler (Chemické listy 47 (1953) 1667; Collection 19 (1954) 238) navrhl, aby poloha kapiláry, která bývá zpravidla svislá s přesností $\pm 5\%$, byla pro teoretický výzkum a pro analytické účely uspořádána vodorovně, neboť s růstem úhlu sklonu od svislé polohy klesá doba kapky, přičemž v případě vodorovné kapiláry s úhlem 90° je

nejmenší. V. A. Cimmergaki (Zavodskaja lab. 15 (1949) 1299) popsal zařízení k nezávislému měnění průtokové rychlosti a doby kapky, které je založeno na mechanickém odtahování a na úpravě průtokové rychlosti provedené změnou výšky rezervoáru. Dále S. Stankovský (Chem. Zvěsti 2 (1948) 133; Collection 15 (150) 734) navrhl zařízení pro řízenou synchronizaci kapek. Je také známa visící kapková rtuťová elektroda (F. Vydra a kol.: Electrochemical stripping analysis. E. Horwood LTD New York (1976) 134), kde reprodukovatelnost kapky, a tím i dosažitelných výsledků je přímo určována pracovním systémem a dalšími parametry. Byla také popsána kapková rtuťová elektroda podle návrhu V. Čermáka (Chemické listy 52 (1958) 413) a elektroda dle W. Kemuly a kol. (Anal. Chem. Acta 18 (1958) 104) ve formě kapiláry s malým zásobníkem rtuti, v němž je vzduchotěsně uložen mikrometrický šroub, jehož posuvným pohybem lze z rezervoáru vytlačit kapku rtuti určené velikosti.

U doposud známých zařízení této konstrukce se však ještě projevují určité nedostatky, které ovlivňují přesnost a reprodukovatelnost měření. Jsou to zejména problém stability kapky, otázka exaktního zjištění její velikosti, její reprodukovatelnosti, otázka vlivu teploty prostředí i další stávající nebo vyvolané problémy, jako je difúze amalgamovaných atomů kovů vznikajících depolarizací do vnitřního prostoru kapiláry atd.

Reprodukovatelnost kapky a dosahovaných výsledků je přímo závislá na způsobu provedení. Dosud známá zařízení založená na vytlačování určitého objemu rtuti pomocí mikrometrického šroubu mají nedostatky, například u stacionární visící rtuťové elektrody typu HMO (Hanging mercury drop elektrode), popsané W. Kemulou a kol. (J. Electroanal. Chem. 1) (1959)92) se v přiváděné vodivé tekutině vytvářejí vzduchové dutiny, které narušují spolehlivost stanovení, a nepříznivě se projevuje vliv teplotních podmínek. Proto se ukázalo jako účelné a výhodné, aby bylo vyřešeno nové zařízení k vytváření stacionární visící elektrody, které bude použitelné nejen pro elektrodu na bázi rtuť, ale i na základě jiných vodivých tekutin.

Uvedený cíl je dosažen tímto vynálezem, jehož předmětem je stacionární kapková elektroda. Podstatou vynálezu je provedení sestávající z tělesa kapiláry, v jehož horní části je vnitřní průchozí otvor rozšířen v dutinu pro zásobní vodivou tekutinu, kde dno dutiny je vytvořeno jako sedlo ventilu, přičemž v tělese je upevněn kontakt spojený s přívodem elektrického proudu a připojený k jehlovému vřetenu z elektricky vodivého kovu jako je ocel, a spodní konec jehlového vřetena má tvar kuželky, jejíž tvar a rozměry odpovídají sedlu. Přitom stacionární kapková elektroda může sestávat ze dvou částí spojených převlečnou trubici, přičemž horní část tělesa bude obsahovat jehlové vřeteno zakončené kuželkou a horní konec spodní části tělesa bude vytvořen jako sedlo ventilu.

Nejméně po 1/10 délky spodní poloviny tělesa kapiláry může být vnitřní otvor rozšířen v dutinu například protáhlou souosou s tělesem a horní část tělesa kapiláry může být opatřena přívodem vodivé tekutiny spojeným s dutinou. Kapilára může být opatřena krytem, s výhodou opatřeným vnitřním závitem, přičemž kryt může být podložen těsněním a horní konec tělesa kapiláry může být opatřen zařízením pro pulsní ovládání jehlového vřetena např. reléovým. Kontakt může být upevněn i ve střední nebo spodní části tělesa, nebo v krytu tělesa kapiláry.

Vynález vychází z poznatku, že velikost kapky je přímo úměrná neměnné průtokové rychlosti vodivé tekutiny skrze kapiláru a v každém časovém úseku Δt je určena dobou tvorby kapky. Využitím zařízení podle tohoto vynálezu po určeném časovém úseku Δt lze zasunutím jehlové kuželky do sedla v podstatě okamžitě zastavit další přítok vodivé tekutiny ze zásobníku kapiláry, aniž by při tom byl mechanicky ovlivněn objem kapky. Může se tak vytvořit reprodukovatelná visící kapka, kde přesnost nastavení objemu respektive hmotnosti je určena dobou její tvorby,

přičemž lze snadno dosáhnout reprodukovatelnosti s chybou podstatně nižší nežli 1 %. Rozdíl mezi dřívějším stavem a zařízením podle vynálezu v podstatě spočívá ve skutečnosti, že vodivá tekutina, kterou dosud byla vždy jen rtuť, byla dosud ze zásobníku vypuzována tlakem způsobeným pístem ovládaným mikrometrickým šroubem. Rychlost postupu rtuť kapilárou byla tedy regulována pouze rychlostí a délkou posuvu mikrometrického šroubu. Naproti tomu podle tohoto vynálezu pohyb rtuť kapilárou se nefidí vypuzováním rtuť, nýbrž seškracením průtoku vodivé tekutiny v určitém místě kapiláry.

Zařízení podle tohoto vynálezu umožňuje vytvořit stacionární kapkové elektrody o předem stanovené velikosti, reprodukovatelné s chybou menší než 1 %, to je s přesností, které se v současné době ve světové technice zřídka kdy dosahuje.

To umožňuje, aby polarografické záznamy při anodické rozpouštěcí analýze, záznamu křivek diferenciálních kapacit na visící kapce, cyklické voltametrie atd. bylo možno podle potřeby opakovat. Stacionární kapková elektroda této konstrukce má význam například pro kapacitní studie adsorptivních chování biologicky významných látek jako bílkovin, živočišných cukrů, lipidů a dalších v nabitě mezifázi soustav rtuť-zředěný roztok studované látky, nebo ve fázové soustavě nitrobenzen-voda obsahující zkoumanou látku atd.

Význam tohoto řešení je zřejmý z následujících příkladů provedení, které objasňují podstatu vynálezu, aniž by ho jakýmkoliv způsobem omezovaly.

Na připojeném výkrese jsou znázorněny dva příklady provedení stacionární kapkové elektrody podle vynálezu, kde na obr. 1 ve spodní části tělesa 1 kapiláry je vnitřní otvor 2 rozšířen v dutinu 3 protaženou souosou s tělesem 1, a v horní části tělesa 1 kapiláry je nejméně z části rozšířen ve formě válcovité dutiny 4, která slouží jako zásobník vodivé tekutiny, je opatřena přívodem 5 a její dno je vybroušeno ve formě ventilového sedla 6, dále horní konec tělesa 1 kapiláry je opatřen našroubovaným krytem 7 dosedajícím na pryžové těsnění 9, přičemž bočnou stěnou krytu 7 prochází kontakt 10 spojený s přívodem 11 elektrického proudu, kde kontakt 10 dosedá na horní část jehlového vřetena 12, jehož spodní část je upravena ve formu kuželky a společně se sedlem 6 tvoří ventil. Na obrázku 2 je znázorněn případ, kdy těleso 1 kapiláry je vytvořeno ze dvou částí spojených pryžovou trubicí 13, přičemž v horní části tělesa 1 kapiláry je upevněno jehlové vřeteno 12, jehož spodní konec je zbroušen do tvaru kuželky, a horní konec spodní části tělesa 1 je upraven ve formu ventilového sedla.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Stacionární kapková elektroda, vyznačená tím, že sestává z tělesa (1) kapiláry, v jehož horní části je vnitřní průchozí otvor (2) rozšířený v dutinu (4) pro zásobní vodivou tekutinu, kde dno dutiny (4) je vytvořeno jako sedlo (6) ventilu, přičemž v tělese (1) je upevněn kontakt (10) spojený s přívodem (11) elek-

trického proudu a připojený k jehlovému vřetenu (12) vytvořenému z elektricky vodivého kovu jako je ocel a spodní konec jehlového vřetena (12) má tvar kuželky, jejíž tvar a rozměry odpovídají sedlu (6).

2. Stacionární kapková elektroda podle bodu 1, vyznačená tím, že nejméně po 1/10 délky

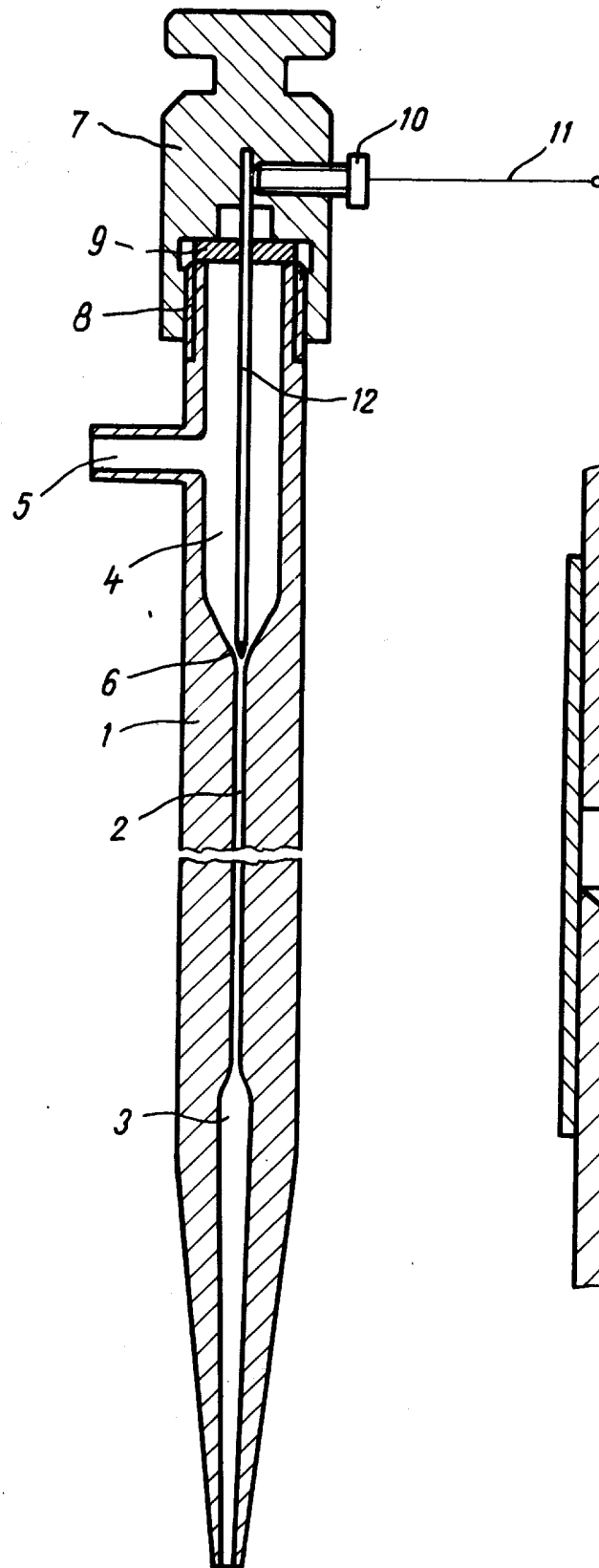
spodní poloviny tělesa (1) kapiláry je vnitřní otvor rozšířen v dutinu (3), například protáhlou souosou s tělesem (1) kapiláry.

3. Stacionární kapková elektroda podle bodů 1 a 2, vyznačená tím, že těleso (1) kapiláry sestává ze dvou částí, spojených převlečnou trubicí (13), přičemž horní část tělesa (1) obsahuje jehlové vřeteno (12) zakončené kuželkou a horní konec spodní části tělesa (1) je vytvořen jako sedlo (6) ventilu.
4. Stacionární kapková elektroda podle bodů 1 až 3, vyznačená tím, že je opatřena příívodem (5) vodivé tekutiny spojeným s dutinou (4).
5. Stacionární kapková elektroda podle bodů 1 až 4, vyznačená tím, že horní konec tělesa (1)

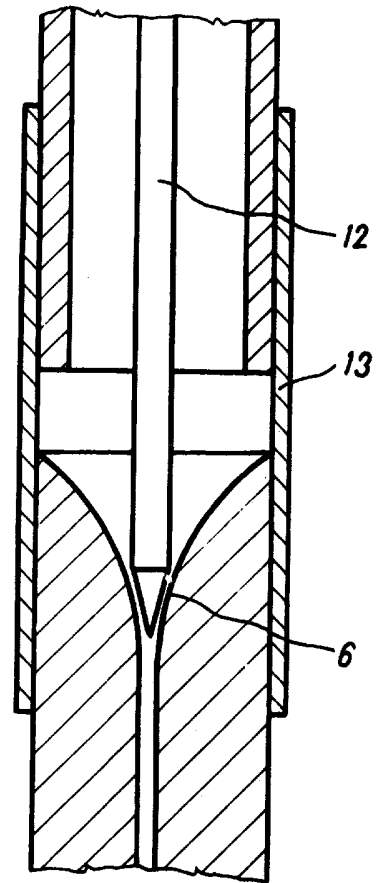
kapiláry je opatřen krytem (7), popřípadě majícím vnitřní závit.

6. Stacionární kapková elektroda podle bodů 1 až 5, vyznačená tím, že kryt (7) je podložen těsněním.
7. Stacionární kapková elektroda podle bodů 1 až 6, vyznačená tím, že horní konec tělesa (1) kapiláry je opatřen zařízením pro pulsní ovládání jehlového vřetena (12) například reléovým.
8. Stacionární kapková elektroda podle bodu 1 vyznačená tím, že kontakt (10) je upevněn ve střední nebo spodní části tělesa (1) kapiláry.
9. Stacionární kapková elektroda podle bodu 1, vyznačená tím, že kontakt (10) je upevněn v krytu (7) tělesa (1) kapiláry.

2 výkresy



Obr. 1



OBR. 2