



Patent dodatkowy
do patentu nr —————

Zgłoszono: 22.09.1969 (P. 135932)

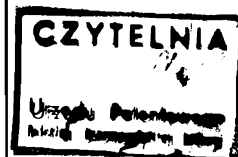
Pierwszeństwo: 23.09.1968 dla zastrz. 1—8
14.07.1969 dla zastrz. 9—12
(Węgry)

Zgłoszenie ogłoszono: 26.02.1973

Opis patentowy opublikowano: 20.03.1976

MKP G01n 7/02

Int. Cl² G01N 7/02



Twórca wynalazku: Walter Fleps

Uprawniony z patentu: Vizgazdálkodási Tudományos Kutató Intézet, Budapest (Węgry)

Sposób automatycznego mierzenia i rejestracji zużycia tlenu, występującego w aerobowych procesach biochemicznych oraz ilości gazów, wydzielających się w anaerobowych procesach biochemicznych oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób automatycznego mierzenia i rejestracji zużycia tlenu, występującego w aerobowych procesach biochemicznych, oraz ilości gazów, wydzielających się w anaerobowych procesach biochemicznych i urządzenie do stosowania tego sposobu.

Podczas samooczyszczania wód powierzchniowych oraz w procesie biologicznego oczyszczania ścieków, zawarte w nich zanieczyszczenia organiczne są rozkładane przez bakterie aerobowe, to znaczy bakterie zużywające tlen. Zużycie tego tlenu określa się w technice oczyszczania ścieków jako „biochemiczne zużycie tlenu” albo w skrócie BZT. Tak samo można nazwać zużycie tlenu występujące w każdym procesie fermentacyjnym. BZT jest najważniejszym wskaźnikiem informującym o stopniu zanieczyszczenia ścieku składnikami organicznymi oraz o możliwości rozłożenia ich na drodze biologicznej.

Najstarsza, ale jeszcze obecnie najbardziej rozpowszechniona metoda oznaczania BZT [1, 2] polega na jodometrycznym oznaczaniu spadku stężenia tlenu w ścieku o odpowiednim rozcieńczeniu. Wadami tej metody są: konieczność stosowania dużego rozcieńczenia, duże zużycie czasu i szklanych przyrządów oraz zapotrzebowanie powierzchni laboratoryjnej.

W celu wyeliminowania wyżej wymienionych trudności próbowano już od dłuższego czasu zna-

2

leżać sposób wykonywania pomiarów zużycia tlenu przez większe ilości nierozcieńczonych ścieków lub mieszaniny aktywnych ilów. Pierwszym aparatem nadającym się do tego celu był aparat zaproponowany przez Sierpa [3], umożliwiający pomiar zmniejszania się objętości tlenu, znajdującego się w zamkniętej przestrzeni nad powierzchnią ścieku.

Za pomocą aparatu Warburga [4] używanego w laboratoriach biochemicznych i w laboratoriach zajmujących się badaniem ścieków, można mierzyć spadek ciśnienia tlenu, znajdującego się również w zamkniętej przestrzeni i z otrzymanych wyników obliczać BZT.

W ostatnim dziesięcioleciu wielu autorów proponowało szereg innych aparatów przeznaczonych do pomiaru zużycia tlenu pod stałym ciśnieniem lub w stałej objętości [5, 6]. Wspólną wadą tych wszystkich aparatów jest to, że pomiary nie odbywają się automatycznie, wymagają więc stałego dozoru, co w przypadku pomiarów trwających kilka dni stanowi trudność nie do pokonania.

Pierwszy automatyczny aparat do pomiarów BZT pochodzi od Clarka [7]. Od czasu wynalezienia aparatu ten został wielokrotnie ulepszony [8, 9]. Za pomocą aparatu Clarka mierzy się zużycie tlenu pod stałym ciśnieniem i w stałej objętości, co osiąga się przez uzupełnienie ilości zużytego tlenu, tlenem pochodzącym z elektrolizy sterowanej manometrycznie. Na tej samej zasadzie opiera się aparat znany pod nazwą „Sapromat”, firmy Voight

J. M. GambH, Heidenheim, Niemiecka Republika Federalna. [10].

Mniej kosztowny aparat został opracowany przez Jenkinsa [11]. Za pomocą tego aparatu mierzy się zużycie tlenu również pod stałym ciśnieniem, uzupełniając jego ilość wzorcowanymi pipetami, zasilanymi ze zbiornika przez zawory o napędzie elektrycznym. Liczy się automatycznie ilość dawek doprowadzanego tlenu.

Celem wynalazku jest opracowanie metody umożliwiającej automatyczny pomiar i rejestrację ilości tlenu zużywanego w aerobowych procesach biochemicznych oraz ilości gazów wydzielających się w anaerobowych procesach biochemicznych, przy użyciu tego samego aparatu. Żaden ze znanych dotychczas i częściowo tu przedstawionych aparatów nie gada się jednak do tego celu.

W urządzeniu według wynalazku oznacza się biochemiczne zużycie tlenu, mierząc objętość zużywanego tlenu pod stałym ciśnieniem. Pomiar wykonuje się jednak prościej niż dotychczas, dzięki temu, że w zamkniętej przestrzeni powietrznej aparatu znajduje się od początku więcej tlenu niż potrzeba go w procesie biochemicznym. Zbędne są tu urządzenia do wytwarzania lub dozowania tlenu.

Dalsza zaleta sposobu i urządzenia według wynalazku polega na tym, że za ich pomocą można także automatycznie mierzyć i rejestrować ilość gazów, wydzielających się w anaerobowych procesach biochemicznych.

W celu wykonania pomiarów sposobem według wynalazku, napełnia się badanym roztworem lub zawiesziną naczynie reakcyjne albo oddechowe, zapewniające stałe potrzebne nasycenie badanej cieczy tlenem. Dwutlenek węgla, wydzielający się podczas procesu, zostaje zaabsorbowany. Równocześnie mierzy się ciśnienie wewnątrz zamkniętego układu i odpowiednio do jego zmian steruje ciśnieniem wyrównawczym w specjalnym przyrządzie, służącym do tego celu, korzystnie w biurcie gazowej, za pomocą sygnałów otrzymanych od odpowiednich czujników poprzez przekształtnik, rejestrując w ciągły sposób potrzebny w tym celu ruch.

Naczynie reakcyjne z badanym roztworem lub zawiesziną, wychodzące w skład urządzenia do wykonywania sposobu według wynalazku, lub przestrzeń wewnętrzną tego naczynia, łączy się węzłem gumowym z częścią urządzenia, korzystanie — z biureta gazową, służącą do wyrównywania ciśnienia. Do węza lub rurociągu podłączony jest manometr, który powiązany jest z urządzeniem przekształcającym zmierzone wartości lub nastawione wartości graniczne, na impulsy elektryczne.

Otrzymane impulsy elektryczne sterują silnikiem, który za pomocą połączonego z nim sznura zmienia wysokość położenia naczynia niwelacyjnego, połączonego rurociągiem z biureta gazową. Sznur ten lub naczynie niwelacyjne połączone jest z urządzeniem rejestrującym ruch. W innej odmianie urządzenia zamiast naczynia niwelacyjnego stosuje się zbiornik wyrównawczy ciśnienia, we wnętrzu którego porusza się prostoliniowo tłok, powodujący wyrównywanie ciśnienia.

Tłok poruszany jest za pomocą odpowiedniego,

mechanicznego, hydraulicznego lub pneumatycznego mechanizmu ruchowego, napędzanego serwowmotorem, przy czym przesunięcie tłoka przenosi się do aparatu rejestrującego lub oddziałuje na odpowiedni czujnik. Zarejestrowane sygnały można ewentualnie wykorzystać do sterowania jakiegoś procesu. Mechanizm ruchowy może być wykonany w postaci znanego urządzenia mechanicznego, na przykład w postaci gwintowanego wałka ze śrubą ciągnącą, który zamienia ruch obrotowy na ruch prostoliniowy.

Jako inne rozwiązanie można zastosować pompę śrubową lub pompę zębatą, napędzaną serwowmotorem i tłoczącą stale jednakową ilość wody przewodem ciśnieniowym, łączącym się bezpośrednio lub pośrednio z przestrzenią nad tłokiem, służącym do wyrównywania ciśnienia. Jeszcze inne rozwiązanie polega na tym, że za pomocą urządzenia, napędzanego serwowmotorem, doprowadza się odpowiednią ilość sprężonego powietrza do przestrzeni nad tłokiem, służącym do wyrównywania ciśnienia.

Sposób według wynalazku oraz urządzenie do wykonywania sposobu wyjaśnione są bliżej na rysunku, na którym fig. 1 i fig. 2 przedstawiają przykładowo schematy dwóch odmian urządzenia w przekroju podłużnym.

Zamkniętą przestrzeń wewnętrzną naczynia reakcyjnego albo respiratora 1, w którym umieszcza się badany roztwór lub zawiesziną, łączy się za pośrednictwem rurociągu 17 z biureta gazową 2. Do rurociągu 17 podłączony jest manometr 5. Pompa membranowa 4 łączy się także za pośrednictwem rurociągu 16 z wnętrzem naczynia 1. Rurociąg 14 prowadzący od pompy membranowej 4 zanurzony jest w ługu, w płuczkę 3. Z zamkniętej przestrzeni wewnętrznej płuczki 3 prowadzi rurociąg 15, który zanurzony jest w roztworze badanym, w naczyniu 1. Biureta gazowa 2 połączona jest elastycznym węzłem 22 z naczyniem niwelacyjnym 10, które przymocowane jest do końca sznura 9 i może być podnoszone lub opuszczane. Sznur 9 biegnie przez krążek 8 i drugim swym końcem jest nawinięty na oś serwowmotoru 7.

W szklaną ściankę manometru 5, wypełnionego do połowy zwykłą wodą wodociągową, wbudowane są platynowe elektrody 18, 19, i 20, łączące się przewodami z urządzeniem elektrycznym 6, które steruje działaniem serwowmotoru 7. Urządzenie 6 połączone jest przewodami elektrycznymi 23 z serwowmotorem 7. Do sznura 9 przymocowany jest suwak 11 potencjometru 12. Potencjometr 12 połączony jest z przyrządem rejestrującym 13 a przyrząd 13 — ze źródłem prądu 21, przewodami elektrycznymi. Przyrząd 13 rejestruje wielkości elektryczne, odpowiadając kolejnym położeniom suwaka 11.

Urządzenie według wynalazku pracuje w następujący sposób. Naczynie reakcyjne 1, biureta gazowa 2, płuczka 3, pompa membranowa 4 i manometr 5 tworzą układ szczelnie odgradzony od otoczenia. Powietrze lub tlen, zamknięty w tym układzie, utrzymywane są za pomocą pompy membranowej w ciągłym obiegu w kierunku wskazanym strzałkami. Ciągły obieg gazów zapewnia z jednej strony ciągłe i wystarczające nasycenie tle-

nem próbki, znajdującej się w naczyniu reakcyjnym, a z drugiej strony gwarantuje zaabsorbowanie dwutlenku węgla w ługu. Zmiany ciśnienia pokazuje manometr 5.

Na początku pomiaru ciśnienie we wnętrzu aparatu jest równe zewnętrznemu ciśnieniu powietrza, w związku z czym woda znajduje się w obydwu ramionach manometru na jednakowym poziomie i w tym położeniu nie styka się z elektrodą 13.

Jeżeli w naczyniu reakcyjnym zacznie się proces aerobowy, w trakcie którego zużywa się tlen, wówczas ciśnienie cząstkowe tlenu maleje i ciecz wznosi się w lewym ramieniu manometru aż do zetknięcia z elektrodą 19. W tym momencie elektryczne urządzenie sterujące 6 zamyka obwód prądowy serwowo-
 10 toru 7, wskutek czego naczynie niwelacyjne 10 zostaje podniesione za pomocą sznura 9 i krążka 8.

Wskutek podniesienia naczynia niwelacyjnego podnosi się poziom cieczy w biurecie gazowej 2 a tym samym wzrasta ciśnienie w całym wnętrzu aparatu. Wraz ze wzrostem ciśnienia spada jednak poziom cieczy w manometrze aż poniżej elektro-
 20 dy 18. Gdy poziom ten obniży się poniżej elektrody 18, wówczas zostaje rozłączony obwód prądowy serwowo-
 25 toru 7 i ruch naczynia niwelacyjnego ustaje. Ciśnienie wewnątrz aparatu odpowiada ponownie zewnętrznemu ciśnieniu powietrza, jeżeli pominąć małą różnicę, której można nie uwzględniać.

Dopóki serwowo-
 30 motor 7 znajduje się w ruchu, przesuwają się także suwak 11 po powierzchni potencjometru 12 a przesunięcie to zostaje przekształcone w odpowiednią wielkość elektryczną. Zmiany tej wielkości elektrycznej zapisuje przyrząd rejestru-
 35 jący 13 (fig. 1)

W odmianie urządzenia przedstawionej na fig. 2 serwowo-
 40 motor 7 połączony jest za pomocą sprzęgła 24 z gwintowanym wałkiem 25, zaopatrzonym w śrubę ciągnącą 26. Dolny koniec wałka 25 spoczywa w łożysku 27. Śruba ciągnąca 26 przymocowana jest do tłoczyska 28 prowadzonego przez łożyskowanie 29 i połączonego z tłokiem 30, służącym do wyrównywania ciśnienia. Tłoczysko 28 połącz-
 45 one jest ponadto z prostym drążkiem 32, mogącym się przesuwac w łożyskowaniu 33. Do drążka 32 przymocowany jest sznur 9a, napięty za pomocą krążków napinających 34. Do sznura 9a przymocowany jest ślizgacz potencjometru 12a. Potencjometr 12a połączony jest z przyrządem rejestrującym 13, za pomocą którego rejestrowane są wielkości elektryczne, odpowiadające ruchom tłoka lub sznura 9a.

Przyrząd 13 zasilany jest ze źródła prądu 21. Jeżeli w czasie trwania procesu biochemicznego spada ciśnienie cząstkowe tlenu a ciecz manometryczna podnosi się w lewym ramieniu manome-
 50 tru 5 i styka z górną elektrodą 19, wówczas elektryczne urządzenie sterujące 6 zamyka obwód prądowy serwowo-
 55 toru 7, który za pomocą gwintowanego wałka 25 i śruby ciągnącej 26 przesuwają do dołu tłok 30 służący do wyrównywania ciśnienia. Tłok wywiera ciśnienie na ciecz znajdującą się w naczyniu wyrównawczym ciśnienia 31. Ciecz przepływa przez rurociąg 22a i wpływa do biurety gazowej 2. Poziom cieczy w biurecie

podnosi się, wskutek czego wzrasta odpowiednio ciśnienie w przestrzeni gazowej.

Urządzenie będące przedmiotem wynalazku można bez większych trudności zastosować do pomiaru ilości gazów wydzielających się na przy-
 5 kład w anaerobowych procesach biochemicznych. Przez przeniesienie elektrod 18 i 19 do otwartego ramienia manometru oraz przełączenie serwowo-
 10 toru 7 tak, aby obracał się w przeciwnym kierunku, można uzyskać, w wyniku działania serwo-
 15 motoru, obniżenie naczynia niwelacyjnego 10, co umożliwi pomiar ilości wydzielających się gazów. W tym przypadku niepożądana jest obecność tlenu. Można tu zrezygnować z użycia płuczki 3 i pompy membranowej 4 a ciecz wprowadzić w ruch za pomocą mieszadła magnetycznego.

Zamiast suwaka 11, potencjometru 12 i przy-
 20 rzędu rejestrującego 13 można także zastosować prostsze urządzenie zapisujące, którego pisak może być połączony mechanicznie z urządzeniem podnoszącym lub opuszczającym naczynie niwelacyjne.

Urządzenie według wynalazku może mieć na-
 25 stępujące korzystne zastosowania: przez zmierzanie ilości pobranego z płuczki 3 można oznaczać ilość wydzielanego dwutlenku węgla, oznaczając zawartość zawiesiny można zmierzyć przyrost ilości bakterii, występujący w procesie biochemicznym, za pomocą ogniw pomiaro-
 30 wych pH i tlenu, zanurzonych w naczyniu oddechowym, można śledzić zmiany stężenia jonów wodorowych i stężenia tlenu, występujące podczas procesu biochemicznego, przez odpowiednie otwory, wykonane w naczyniu reakcyjnym, można pobierać próbki roztworu reakcyjnego w czasie
 35 trwania procesu biochemicznego, jak również badać wpływ różnych substancji i roztworów na przebieg tego procesu, przez zamknięcie otwartego ramienia manometru można uniezależnić ciśnienie wewnątrz aparatu od ciśnienia atmosferycznego. Przy wykonywaniu dokładnych pomiarów korzystne jest umieszczenie naczynia reakcyjnego 1 i płuczki 3 w termostacie.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób automatycznego mierzenia i rejestracji zużycia tlenu, występującego w aerobowych procesach biochemicznych oraz ilości gazów, wydzielających się w anaerobowych procesach biochemicznych, **znamienny tym**, że stosuje się ciągle nasycenie tlenem roztworu lub zawiesiny, znajdującą się w naczyniu reakcyjnym, absorbuje za pomocą ługu dwutlenek węgla wydzielający się w czasie reakcji, mierzy ciśnienie, przekształca zmiany ciśnienia na sygnały sterujące wyrówny-
 50 waniem ciśnienia, przy czym rejestruje się w sposób ciągły wyrównywanie ciśnienia.

2. Urządzenie do stosowania sposobu według za-
 60 strz. 1, **znamiennie tym**, że składa się z naczynia reakcyjnego lub respiratora (1) połączonego z urządzeniem, służącym do wyrównywania ciśnienia, korzystać z biurety gazowej (2), przy czym do łączącego je rurociągu (17) podłączony jest manometr (5), który z kolei łączy się z urządzeniem prze-

kształkającym zmierzone ciśnienia lub nastawione wartości graniczne na sygnały elektryczne i serwowmotor (7) sterowany za pomocą sygnałów elektrycznych, posiadający połączenie ze sznurem (9), przeznaczonym do nastawiania wysokości naczynia niwelacyjnego (10), połączonego za pomocą rurociągu (22) z biureta gazową (2), przy czym sznur (9) lub naczynie niwelacyjne (10) połączone jest z przyrządem rejestrującym ruch.

3. Urządzenie według zastrz. 2, **znamiennie tym**, że z naczyniem reakcyjnym (1) połączona jest z jednej strony poprzez rurociąg (16) pompa (4), korzystnie pompa membranowa, która z drugiej strony łączy się za pomocą rurociągu (14) z płuczką (3), łączącą się z kolei przewodem (15) z naczyniem reakcyjnym (1).

4. Urządzenie według zastrz. 2, **znamiennie tym**, że naczynie reakcyjne lub respirator (1) zaopatrzone jest w mieszkadło magnetyczne.

5. Urządzenie według zastrz. 2—4, **znamiennie tym**, że stosowany do pomiaru ciśnienia manometr (5) ma wbudowane w ścianie dla żądanych ciśnień platynowe elektrody (18), (19) i (20), łączące się przewodami z serwowmotorem (7) lub z urządzeniem sterującym (6), służącym do nastawiania wysokości naczynia niwelacyjnego (10).

6. Urządzenie według zastrz. 2—5, **znamiennie tym**, że do sznura (9), służącego do podnoszenia i opuszczania naczynia niwelacyjnego (10), przymocowany jest suwak (11) potencjometru (12) a ten ostatni połączony jest przewodem elektrycznym z przyrządem rejestrującym (13), który zapisuje wielkości elektryczne, odpowiadające przesunięciom suwaka.

7. Urządzenie według zastrz. 2—5, **znamiennie tym**,

że mechanizm, służący do podnoszenia lub opuszczania naczynia niwelacyjnego (10), połączony jest mechanicznie z pisakiem.

8. Urządzenie według zastrz. 2—7, **znamiennie tym**, że naczynie reakcyjne (1) i płuczka (3) umieszczone są w termostacie.

9. Urządzenie według zastrz. 2, **znamiennie tym**, że serwowmotor (7) połączony jest za pomocą mechanicznego, hydraulicznego lub pneumatycznego mechanizmu ruchowego z tłokiem (30), służącym do wyrównywania ciśnienia a tłok może się poruszać wewnątrz naczynia (30), połączonego rurociągiem (22a) z przyrządem (2), służącym do regulacji ciśnienia, przy czym tłok (30) połączony jest korzystnie za pomocą sznura (9a) z przyrządem rejestrującym (13), który rejestruje ruchy tłoka lub odpowiadające tym ruchom wielkości elektryczne.

10. Urządzenie według zastrz. 9, **znamiennie tym**, że serwowmotor (7) oraz tłok (30), służący do wyrównywania ciśnienia, połączone są za pomocą znanego urządzenia mechanicznego (25—26) zamieniającego ruch obrotowy na ruch postępowy.

11. Urządzenie według zastrz. 9, **znamiennie tym**, że serwowmotor (7) połączony jest z pompą śrubową lub z pompą zębatą, której przewód ciśnieniowy łączy się bezpośrednio lub pośrednio z przestrzenią nad tłokiem (30), służącym do wyrównywania ciśnienia.

12. Urządzenie według zastrz. 9, **znamiennie tym**, że serwowmotor (7), posiada połączenie robocze z urządzeniem, za pomocą którego można doprowadzić dowolną ilość sprężonego powietrza do przestrzeni nad tłokiem (30), służącym do wyrównywania ciśnienia.

