



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8302946**

Nederland

⑲ NL

-
- ⑤4 **Elektrochemische inrichting voor het bewaken en/of meten van een component van een gas.**
- ⑤1 Int.Cl³: G01N 27/42, G01N 33/00.
- ⑦1 Aanvrager: British Nuclear Fuels Limited te Risley, Groot-Brittannië.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8302946.
- ②2 Ingediend 23 augustus 1983.
- ③2 Voorrang vanaf 23 augustus 1982.
- ③3 Land van voorrang: Groot-Brittannië (GB).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 8224183 .
- ⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 16 maart 1984.

De aan dit blad gehechte afdruk van de beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en) bevat afwijkingen ten opzichte van de oorspronkelijk ingediende stukken; deze laatste kunnen bij de Octrooiraad op verzoek worden ingezien.

Elektrochemische inrichting voor het bewaken en/of meten van een component van een gas

De uitvinding heeft betrekking op een elektrochemische inrichting voor het bewaken en/of meten van een component van een gas in de omgevingsatmosfeer of een gasstroom.

- Een elektrochemische inrichting voor het opsporen en/of bewaken van een component van een vloeistof is bekend uit het Britse octrooi-schrift 1.552.620, waarin een reagens, dat statisch is ten opzichte van de elektroden van de inrichting, een oplossing in water van een vervloeiende stof omvat. Een voorbeeld van een geschikt reagens is calciumbromide, waarbij het op te sporen gas een halogeen zoals chloor is.
- 10 Het effect van de vervloeiende stof is het tegengaan van het uitdrogen van de inrichting door verlies van water uit het reagens door dit verlies tegen te gaan door absorptie van water uit de vloeistof, bijvoorbeeld een gas zoals dampkringslucht, die wordt onderzocht. Onder toepassing van het bovengenoemde reagens kan chloor worden opgespoord om-
- 15 dat het volgens de onderstaande reactie broom vrij maakt uit een oplossing van calciumbromide.



- Waterstofhalogeniden, bijvoorbeeld waterstoffluoride (HF), hebben echter geen effect op dit reagens. In "Electrometric Detection of Corrosive Gases" J. Morrow, ISA AID 72408 (31-36) USA, 1972 werd verondersteld, dat een bromide/bromaat-elektrolyt zou kunnen worden gebruikt voor het opsporen van gevaarlijke gehalten van zure gassen met inbegrip van HF, maar een nauwkeuriger omschrijving dan deze werd niet gegeven.
- 20

- Volgens de onderhavige uitvinding wordt een elektrochemische inrichting voor het bewaken van een component in de omgevingsatmosfeer of een gasstroom, die van het type is, waarbij een vervloeiend elektrolyt wordt gebruikt, gekenmerkt door geschiktheid voor het opsporen, bewaken en/of analyseren van waterstoffluoride (HF) door toepassing van een bromide/bromaat-elektrolyt en door toepassing van een kathode, die in
- 25
- 30 vergelijking met de anode een groter aanrakingsoppervlak met het elektrolyt/de atmosfeer of de gasstroom bezit.

De anode is bij voorkeur geheel of in aanzienlijke mate geïsoleerd met betrekking tot de direkte aanraking met de atmosfeer of de gasstroom.

- 35 De controle-apparatuur en de stroombron kunnen één geheel vormen met of anderzijds gescheiden zijn van, hoewel verbonden met, de sondekop van de inrichting en kunnen draagbaar zijn teneinde de sondekop met

de hand toepasbaar te kunnen maken als een lekmonitor voor bedrijven, waarbij waterstoffluoride wordt gebruikt of geproduceerd.

In de elektrochemische inrichting volgens de uitvinding kan een oplossing in water van calciumbromide en kaliumbromaat worden gebruikt, waarbij de hoeveelheid bromaat in vergelijking met de hoeveelheid bromide gering is. De inrichting is stabiel, werkt snel en is bijzonder geschikt voor de kwantitatieve meting van waterstoffluoride in een gasstroom of in de omgevingslucht bij het vpm-niveau.

Ofschoon waterstoffluoride in oplossing in water in aanzienlijke mate geassocieerd is, veroorzaakt de aanwezigheid van bromide/bromaat een verschuiving van het evenwicht van vergelijking (1) naar rechts door het onttrekken van H-ionen volgens vergelijking (2).



De totale reactie tussen HF en elektrolyt wordt derhalve gegeven in vergelijking (3).



De verbonden amperometrische uitrusting in de meest eenvoudige vorm is gebruikelijk en de stroombron, die een of meer batterijen kan omvatten, levert een geringe spanning aan de elektroden van de sonde van de inrichting, waardoor bij de kathode waterstof wordt gevormd. De stroom wordt dan onderbroken wegens polarisatie van de elektrode van de sonde. Wanneer de elektrolyt in de sonde wordt blootgesteld aan HF reageren de H-ionen in de oplossing met het bromide/bromaat en wordt broom vrijgemaakt zoals in vergelijking 2. Het broom reageert onmiddellijk met het waterstofgas onder vorming van waterstofbromide en depolariseert de elektrode en de stroom begint te lopen. De stroom is evenredig met de HF-concentratie in de gasstroom, die bewaakt wordt, en kan worden gemeten door een in het circuit opgenomen milli-amperemeter.

De inrichting wordt dynamisch gecalibreerd onder toepassing van HF-permeatiebuizen in het gebied van 0-10 vpm HF. Een materiaal, dat tenminste driemaal zijn eigen gewicht aan elektrolyt kan absorberen, moet als absorberende koker worden gebruikt (zie de volgende beschrijving) teneinde consistente resultaten met de inrichting te verkrijgen. Volgens de onderhavige uitvinding werd gevonden dat de toepassing van een kathode, die in vergelijking met de anode een groter aanrakingsoppervlak met de elektrolyt bezit en toegankelijk is voor het te bewaken gas, aanwezig dient te zijn. Alle bekende elektrochemische inrichtingen bezitten daarentegen kathoden en anoden met een gelijk aanrakingsopperv-

vlak. Ofschoon de anode in aanzienlijke mate in aanraking is met de elektrolyt mag de anode volgens de uitvinding in het geheel niet in aanraking zijn met het te bewaken gas wanneer het kathode-oppervlak tot het uiterste wordt vergroot. Eén van de belangrijkste voordelen van het
 5 aanwezig zijn van een groter aanrakingsoppervlak van de kathode is dat door de elektrolyse gevormde ontledingsprodukten sneller kunnen worden gedispergeerd dan wanneer het aanrakingsoppervlak klein is. In het laatste geval heeft de ervaring geleerd dat de weergeving traag is en de gevoeligheid laag is.

10 Een uitvoeringsvorm van een sondekop van een inrichting volgens de uitvinding wordt nu beschreven aan de hand van de bijgaande figuur, die een verticale doorsnede is.

Een inrichting, die geschikt is voor kwantitatieve analyse alsmede voor het kwalitatief opsporen of bewaken van HF in de omgevingsatmos-
 15 feer of in een gasstroom, omvat een sondekop, die op gebruikelijke wijze aan de atmosfeer of aan een gasstroom kan worden blootgesteld. De sondekop bestaat uit een absorberende koker 1 op een staafvormige draager 2, die wordt beschermd door een huis 2', dat zelf een verbindingsstuk 3 draagt, waarmee de sonde gasdicht kan worden bevestigd in een
 20 geschikte opening in een leiding voor de gasstroom (niet weergegeven). Anderzijds kan de sonde voor metingen in de atmosfeer door middel van het huis 2' in de hand worden gehouden of worden bevestigd in een geschikte standaard, die één geheel kan vormen met de controle-apparatuur en een voedingsgedeelte. Een onderstuk 4 van een geschikt kunststofma-
 25 teriaal zoals perspex ("perspex" is een handelsmerk) wordt op zodanige wijze door een schroefdraad bevestigd aan de koker 1 dat een reservoir aanwezig is tussen het ondereinde van de koker 1 en een deksel 5 van het onderstuk 4. Er bevindt zich een blootgesteld deel van de koker 1 tussen het huis 2' en het onderstuk 4, en in dit gebied worden windin-
 30 gen van platinadraad met tussenruimten om de absorberende koker gewonnen, waarbij een kathode 6 met een aanzienlijk oppervlak, dat wil zeggen aanrakingsoppervlak, wordt verschaft. Een anode 7 bestaat uit een stuk platinadraad, dat zich uitstrekt van het huis 2' tot het reservoir, maar dat zich in aanraking bevindt met de binnenzijde van de ab-
 35 sorberende koker 1. Zo wordt de anode 7 buiten de aanraking gehouden met de te bewaken atmosfeer of het te onderzoeken gas. Een typische verhouding van de kathode als aanrakingsgebied ten opzichte van de anode is 16:1. De vrije einden van de elektroden, dat wil zeggen de kathode en anode, worden in het huis 2' geïsoleerd en verlengd tot verbind-
 40 dingsstuk 3 en de leiding 8 daaruit is geschikt voor de verbinding met

controle-apparatuur, in hoofdzaak een milli-amperemeter en een voedingsgedeelte (niet weergegeven).

De bromide/bromaat-elektrolyt bestaat uit een oplossing in water van gehydrateerd calciumbromide, waarin de maximale hoeveelheid kalium-
5 bromaat is opgelost, die bij omgevingstemperatuur in oplossing zal gaan, waardoor een verzadigde oplossing wordt verschaft, die stabiel is. Een typisch voorbeeld is 65 g gehydrateerd calciumbromide, isothermisch opgelost bij kamertemperatuur in 27 ml water, waarbij in deze verzadigde oplossing 1 g kaliumbromaat is opgelost. De elektrolyt wordt
10 met behulp van een hypodermatische spuit via een vulkanaal 9 in de deksel 5 in het reservoir gebracht. De koker 1 dient als een lont en wordt met elektrolyt uit het reservoir verzadigd. Wanneer een transparante kunststof zoals perspex voor het reservoir wordt gebruikt, is het vloeistofniveau zichtbaar, hetgeen voordelig is.

15 In plaats van windingen van platinadraad, die als kathode met een aanzienlijk oppervlak worden gebruikt, kan ook een (niet weergegeven) huls van fijn platinagaas worden gebruikt, die is aangebracht op de koker 1 op dragers met tussenruimten en die met de desbetreffende leiding is verbonden. Dit verschaft een toegenomen gevoeligheid van de inrich-
20 ting maar maakt de kosten ervan aanzienlijk hoger.

De controle-apparatuur alsmede het uit een of meer batterijen bestaande voedingsgedeelte is klein en kan draagbaar worden uitgevoerd en in een houder worden gedragen door een persoon die de sondekop met de de hand kan gebruiken voor het bewaken van lekkage van HF bij bedrij-
25 ven. Voor een door een persoon draagbare monitor kan de sondekop worden verbonden met een huis voor de controle-apparatuur en een of meer batterijen.

C O N C L U S I E S

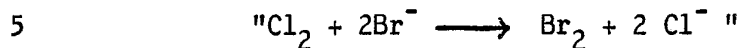
1. Elektrochemische inrichting voor het bewaken van een component in de omgevingsatmosfeer of een gasstroom en van het type, waarbij een vervloeiende elektrolyt wordt gebruikt, gekenmerkt doordat deze geschikt is voor het opsporen, bewaken en/of analyseren van waterstof-fluoride (HF) onder toepassing van een bromide/bromaat-elektrolyt en onder toepassing van een kathode die in vergelijking met de anode een groter aanrakingsoppervlak met de elektrolyt/atmosfeer of de gasstroom heeft.
- 10 2. Inrichting volgens conclusie 1, gekenmerkt doordat daarin bovendien de anode geheel of nagenoeg geheel is geïsoleerd ten opzichte van directe aanraking met de atmosfeer of de gasstroom.
3. Inrichtings volgens conclusie 1 of 2, gekenmerkt doordat de bromide/bromaat-elektrolyt bestaat uit een oplossing in water van calciumbromide en kaliumbromaat.
- 15 4. Inrichting volgens conclusie 1-3, gekenmerkt doordat de elektrolyt bestaat uit een verzadigde oplossing, die gehydrateerd calciumbromide en kaliumbromaat in een gewichtsverhouding van ongeveer 65 tot 1 bevat.
- 20 5. Inrichting volgens conclusie 1-4, gekenmerkt doordat de sondekop van de inrichting één geheel vormt met de controle-apparatuur en de stroombron zodat de inrichting kan dienen als een draagbare inrichting voor het opsporen en/of bewaken van lekkage in de omgeving van be drijven, waarin waterstoffluoride wordt gebruikt of gevormd.
- 25 6. Inrichting volgens conclusie 1-4, gekenmerkt doordat de sondekop van de inrichting gescheiden is van maar verbonden is met de controle-apparatuur en een stroombron teneinde de sondekop naar wens verplaatsbaar te kunnen maken of blijvend bij het bedrijf te kunnen plaatsen.

+++++++

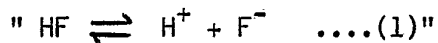
20 DEC 1983

Verbetering van errata in de beschrijving, behorende bij de
Octrooiaanvraag No. 8302946 voorgesteld door aanvrager,
onder datum 21 december 1983.

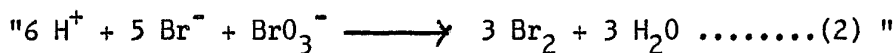
Blz. 1, regel 16 geheel vervangen door:



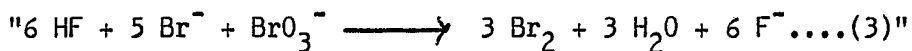
Blz. 2, regel 14 geheel vervangen door:

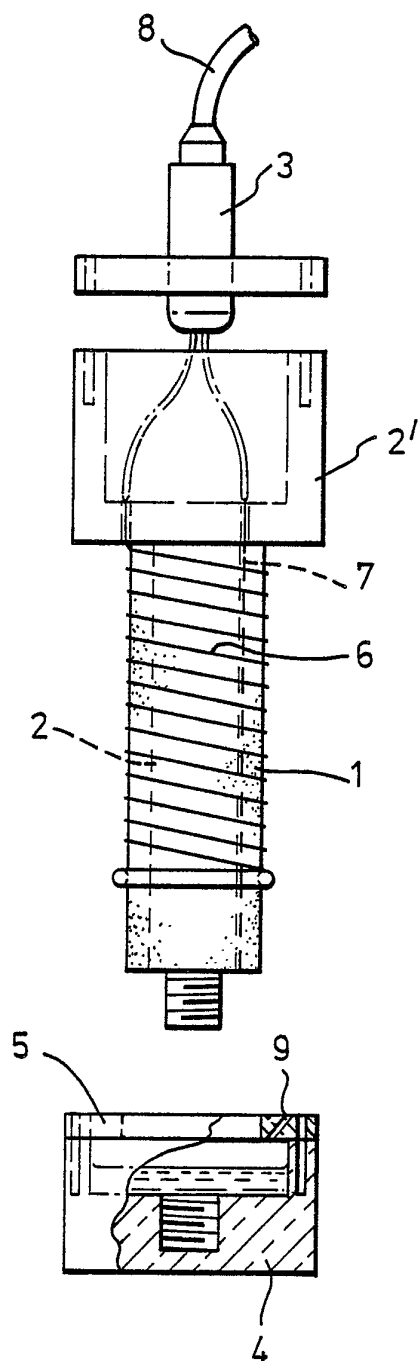


Blz. 2, regel 15 geheel vervangen door:



10 Blz. 2, regel 18 geheel vervangen door:





8302946