

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

137 137

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 82 12 22 /P. 239681/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 07 02

Opis patentowy opublikowano: 1987 10 31

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski 10

Int. Cl.³ G01N 27/48

Twórcy wynalazku: Marek Przasnyski, Jarzy Pięcek, Andrzej Bylina
Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk Instytut Chemii Fizycznej,
Warszawa /Polska/

PRZEPŁYWOWY DETEKTOR POLAROGRAFICZNY

Przedmiotem wynalazku jest przepływowy detektor polarograficzny przeznaczony do określenia zmian w składzie roztworu przepływającego przez komorę detekcyjną, mający zastosowanie w analityce, zwłaszcza w chromatografii cieczowej.

Znany przepływowy detektor polarograficzny zawiera kanał detekcyjny, zwykle cylindryczny, wykonany z materiału nieprzewodzącego i nieaktywnego chemicznie, zwykle teflonu. W kanale detekcyjnym umocowane są na stałe: kąpiąca elektroda rtęciowa oraz kapilara doprowadzająca analizowany roztwór. Od dołu kanał detekcyjny zamknięty jest przez dno rtęciowe gromadzące skupującą rtęć i służące jednocześnie jako elektroda pomocnicza. Ponad kąpiącą elektrodą rtęciową znajduje się kanał odpływowy cieczy z umieszczoną w nim elektrodą odniesienia.

Działanie powyżej opisanego detektora polarograficznego polega na dostarczaniu przez doprowadzającą kapilarę roztworu o analizowanym składzie w bezpośrednie sąsiedztwo kąpiącej elektrody rtęciowej, a następnie odprowadzaniu go przez odpływ którego wlot znajduje się ponad kąpiącą elektrodą rtęciową. Elektroda ta wraz z pozostałymi elektrodami: odniesienia i pomocniczą podłączona jest do aparatury polarograficznej, dzięki czemu zmiana składu analizowanego roztworu powoduje zmianę prądu płynącego przez kąpiącą elektrodę rtęciową i jest przez tę aparaturę rejestrowana.

Niedogodność znanego układu polega na braku możliwości wizualnej kontroli kanału detekcyjnego, w tym zarówno kapania elektrody rtęciowej jak i jej wzajemnego położenia względem kapilary dostarczającej analizowany roztwór oraz na braku możliwości regulacji ich położenia wzajemnego. Utrudnia to, a często uniemożliwia uzyskanie optymalnych warunków wzrostu powierzchni kąpiącej elektrody rtęciowej przy zadanej i stałej szybkości pompowania o zmiennym składzie roztworu analizowanego, co prowadzi do niestabilności rejestrowanych przebiegów i nie pozwala na uzyskanie dużych czułości wymaganych w zastosowaniach analitycznych.

Inną niedogodnością znanego układu jest umieszczenie elektrody pomocniczej pod elektrodą kapiącą, przez co produkty reakcji na elektrodzie pomocniczej dostarczane są w bezpośrednie sąsiedztwo kapiącej elektrody rtęciowej i mogą powodować zniekształcenie rejestrowanych przebiegów.

Jeszcze inną niedogodnością znanego układu jest umieszczenie odpływu cieczy ponad elektrodą kapiącą tak, że dostarczany roztwór analizowany gromadzący się w pobliżu dna rtęciowego jest stamtąd stosunkowo powoli wypłukiwany, przez co rejestrowane przebiegi mogą być zniekształcone poprzez utworzenie tzw. "ogonów".

Przepływowy detektor polarograficzny według wynalazku posiada osadzoną w korpusie wymienną cylindryczną komorę detekcyjną wykonaną z materiału przezroczystego dla światła, nieaktywnego chemicznie i nieprzewodzącego. W komorze tej od dołu umieszczone są osiowo w ruchowym osiowo uchwycie dolny kanał odpływowy, kapilara dostarczająca analizowany roztwór oraz kanał gromadzący skapującą rtęć tworzącą dno rtęciowe. Od góry do komory detekcyjnej wprowadzona jest osiowo stożkowo zakończona kapilara szklana kapiącej elektrody rtęciowej. Przestrzeń pomiędzy stożkowym zakończeniem kapilary szklanej i dnem rtęciowym połączona jest z górnym kanałem odpływowym, w którym umieszczone są: elektroda pomocnicza, sonda w.c.z. oraz dołączona poprzez kanał łączący i zawór w tym kanale, elektroda odniesienia.

Zaletą przepływowego detektora elektrochemicznego według wynalazku jest uzyskanie możliwości wizualnej kontroli kanału detekcyjnego, w tym kapania kroplowej elektrody rtęciowej i położenia jej względem kapilary doprowadzającej analizowany roztwór, oraz możliwość płynnej regulacji położenia kapilary doprowadzającej, co w łatwy sposób pozwala na uzyskanie optymalnych warunków wzrostu elektrody kroplowej w warunkach przepływu cieczy i uzyskanie stabilności rejestrowanych przebiegów, co w rezultacie pozwala na uzyskanie dużych czułości wymaganych w zastosowaniach analitycznych.

Inną zaletą detektora według wynalazku jest wyeliminowanie wpływu produktów reakcji zachodzących na elektrodzie pomocniczej na rejestrowane przebiegi.

Jeszcze inną zaletą detektora według wynalazku jest wyeliminowanie możliwości powstawania zniekształceń rejestrowanych przebiegów w postaci tzw. "ogonów" wywołanych gromadzeniem się roztworu analizowanego w pobliżu dna rtęciowego.

Ponadto zaletą detektora według wynalazku jest uniwersalność zastosowań wynikająca z możliwości wymiany komory detekcyjnej, pozwalająca na stosowanie zarówno elektrod kapiących jak i elektrod stałych.

Przedmiot wynalazku jest pokazany w przykładzie wykonania na rysunku przedstawiającym schematycznie przepływowy detektor polarograficzny.

Przezroczysta wykonana w postaci rurki szklanej komora detekcyjna 2 umieszczona jest w uchwycie mocującym 1, którego dolna część jest wkręcona w korpus teflonowy 13. Górna część uchwytu mocującego 1 wykonana w korpusie 13, posiada osiowy kanał, przez który wprowadzona jest kapilara szklana 6 umocowana przy pomocy wkręcanego cylindra 14 w korpusie 13 w ten sposób, że stożkowe zakończenie tej kapilary 6 wprowadzone jest od góry do komory detekcyjnej 2. Pomiedzy ściankami kapilary szklanej 6 od strony jej stożkowego zakończenia a ściankami kanału w górnej części uchwytu mocującego 1 pozostawiona jest wolna przestrzeń, do której doprowadzony jest, wykonany w korpusie teflonowym 13 górny kanał odpływowy 7 z umieszczoną w nim elektrodą pomocniczą 8 wykonaną np. z rurki ze stali kwasoodpornej. W kanale tym umieszczona jest sonda w.c.z. 9 oraz poprzez zawór szklany 11 i kanał łączący 10 doprowadzona jest elektroda odniesienia 12 wkręcona w korpus teflonowy 13. Dolna część uchwytu mocującego 1, wykonana z teflonu, posiada osiowy kanał z umieszczonymi w nim współosiowo, w ruchowym osiowo uchwycie, kapilarą 3 dostarczającą analizowany roztwór i dolnym kanałem odpływowym 4, które wprowadzone są od dołu do komory detekcyjnej 2. Pomiedzy ściankami dolnego kanału odpływowego 4 a ściankami wewnętrznymi komory detekcyjnej 2 i ściankami kanału w dolnej części uchwytu mocującymi 1 pozostawiona jest wolna przestrzeń stanowiąca kanał, w którym gromadzi się skapująca rtęć stanowiąca dno rtęciowe 5 zamykające od dołu komorę detekcyjną 2.

Roztwór analizowany dostarczany przez kapilarę 3 w bezpośrednie sąsiedztwo kapiącej elektrody rtęciowej znajdującej się w przezroczystej komorze detekcyjnej 2; wypływa następnie z niej przez dwa kanały odpływowe: kanał górny 7, którego wlot znajduje się ponad zakończeniem kapilary szklanej 6 kapiącej elektrody rtęciowej oraz kanał dolny 4, którego wlot znajduje się poniżej wylotu kapilary 3 dostarczającej analizowany roztwór, a powyżej dna rtęciowego gromadzącego skapującą rtęć i zamykającego od dołu komorę detekcyjną 2. Podłączona do przepływowego detektora pomiarowa aparatura polarograficzna, mierząca prąd kapiącej elektrody, służy do rejestracji zmian składu analizowanego roztworu.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Przepływowy detektor polarograficzny zawierający kapilarę dostarczającą analizowany roztwór, elektrodę rtęciową kapiącą na dno rtęciowe oraz uwytytuowany ponad elektrodę rtęciową odpływ cieczy z umieszczoną w nim elektrodą odniesienia, z n a m i e n- n y t y m, że zawiera osadzoną w korpusie /13/ wykonaną z nieaktywnego chemicznie i nieprzewodzącego materiału przezroczystego dla światła wymienną cylindryczną komorę detekcyjną /2/, w której od dołu umieszczone są osiowo w ruchomym osiowo uchwycie dolny kanał odpływowy /4/ i kapilara /3/ dostarczająca analizowany roztwór, a ponadto kanał gromadzący skapującą rtęć tworzącą dno rtęciowe /5/, natomiast od góry do komory detekcyjnej /2/ osiowo wprowadzona jest stożkowo zakończona kapilara szklana /6/ kapiącej elektrody rtęciowej, a przestrzeń pomiędzy dnem rtęciowym /5/ i stożkowym zakończeniem kapilary szklanej /6/ połączone jest z górnym kanałem odpływowym /7/, w którym umieszczone są elektroda pomocnicza /8/, sonda w.c. /9/ oraz dołączona poprzez kanał łączący /10/ i umieszczony w nim zawór /11/ elektroda odniesienia /12/.

