



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 215 887

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 12 78
(21) PV 9193-78

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/48

(40) Zveřejněno 31 12 81
(45) Vydáno 15 07 84

(75)
Autor vynálezu GAJDA VLADISLAV,
PODOLÁK MIROSLAV ing., PRAHA

(54) Způsob diferenční pulsní polarografie

Předmětem vynálezu je způsob diferenční pulsní polarografie.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že na pracovní elektrodu s rostoucí rtuťovou kapkou, kde je doba kapky rovna desítkám sekund, se přivádí v definovaném okamžiku jednotky sekund po odklepnutí předchozí kapky lineárně proměnné polarizační napětí s namodulovanými pravoúhlými pulsy o frekvenci jednotek pulsu za vteřinu, přičemž měření se provádí na druhé nebo další odklapnuté kapce.

Prováděním tohoto způsobu se dosáhne výrazného zkrácení doby analýzy, sníží se spotřeba rtuti a zvýší se citlivost měření.

Vynález se týká způsobu diferenční pulsní polarografie.

Diferenční pulsní polarografie se provádí nejčastěji na kapající rtuťové elektrodě. Běžně se užívá doba kapky 1 až 4 s, nárůst polarizačního napětí 0,5 až 5 mV/s. Při obvyklém rozsahu potenciálů cca 750 mV trvá analýza více než 10 minut. Dlouhá doba analýz nejen snižuje produktivitu práce, ale v některých případech, zcela znemožňuje použití metody, protože komponenty zkoumaného roztoku jsou časově nestabilní. Při metodě s polarizací rychlým sledem pulsů na krátkodobé kapce (doba kapky cca 0,2 s) se analýza podstatně zkracuje, snižuje se však výrazně citlivost, vzhledem k nutnosti odtrhovat miniaturní rychlé kapičky a reprodukovatelnost měření klesá, zejména v důsledku vlivu nepravidelnosti výtoku rtuti z kapiláry na počátku nárůstu kapky.

Při práci na pevných elektrodách se obtížně dosahuje reprodukovatelnosti povrchu elektrody, shodně na visící kapkové elektrodě.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob diferenční pulsní polarografie, který spočívá v tom, že na pracovní elektrodu s rostoucí rtuťovou kapkou, kde doba kapky je rovna desítkám sekund, se přivádí v definovaném okamžiku jednotky sekund po odklepnutí předchozí kapky lineárně proměnné polarizační napětí s namodulovanými pravoúhlými pulsy o frekvenci jednotek pulsu za vteřinu, přičemž měření se provádí na druhé nebo další odklepnuté kapce.

Prováděním měření na jedné dlouhodobé kapce se dosáhne výrazného zkrácení doby analýzy, cca 10x, což umožní analýzu časově nestabilních roztoků a zvýší produktivitu práce v laboratoři. Spotřeba rtuti a tím i možnost zamožení pracovišť se podstatně snižuje. Odpadá nutnost odstavování elektrod mezi měřeními. Měření na kapce s velkým povrchem zvyšuje citlivost a odklepnutím dvou kapek v definovaném intervalu před vlastním měřením je zajištěna vysoká reprodukovatelnost nárůstu povrchu elektrody (desetiny %) a tím i měření. Nárůstu povrchu elektrody během měření lze vhodně využít ke zvýšení selektivity rozboru.

Případ provedení způsobu je znázorněn na připojeném výkrese.

Na vodorovné ose je vyneseno polarizační napětí u , na svislé ose čas t . První rtuťová kapka je odklepnuta v okamžiku t_0 , 16 s po stisku startovacího tlačítka. Druhá kapka je odklepnuta v okamžiku t_1 , po intervalu T (40 s). Lineární nárůst polarizačního napětí s pravoúhlými pulsy s intervalem τ (200 ms) začíná v okamžiku t_2 , 4 s po odklepu předchozí kapky (t_1).

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob diferenční pulsní polarografie, vyznačený tím, že na pracovní elektrodu s rostoucí rtuťovou kapkou, kde doba kapky je rovna desítkám sekund, se přivádí v definovaném okamžiku jednotky sekund po odklepnutí předchozí kapky lineárně proměnné polarizační napětí s namodulovanými pravoúhlými pulsy o frekvenci jednotek pulsu za vteřinu, přičemž měření se provádí na druhé nebo další odklepnuté kapce.

