

(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTCHRIFT

(19) DD (11) 271 179 A1

4(51) G 01 N 27/30

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP G 01 N / 313 341 5	(22)	03.03.88	(44)	23.08.89
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	Wilhelm-Pieck-Universität Rostock, Universitätsplatz 1, Rostock, 2500, DD
(72)	Berge, Hans, Prof. Dr. rer. nat.; Lammert, Roland, Dr. rer. nat., DD

(54)	Vorrichtung zur elektrochemischen Bestimmung von Ammoniak in Gasen
------	--

(55) Ammoniak, Spurenanalyse, Voltammetrie, Gasmembran, zyklische Voltammetrie, Chronoamperometrie, voltammetrische Zelle

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur elektrochemischen Bestimmung von Ammoniak in Gasen, bestehend aus einer voltammetrischen Zelle, die vom Gasmedium durch eine ammoniakdurchlässige Membran abgetrennt ist. Die Vorrichtung arbeitet zyklisch-voltammetrisch bzw. chronoamperometrisch mit einer stationären Quecksilberelektrode. Die Vorrichtung kann als Melder für Alarmanrichtungen und auch zur Spurenbestimmung von Ammoniak eingesetzt werden.

ISSN 0433-6461

4 Seiten

Patentansprüche:

1. Vorrichtung zur elektrochemischen Bestimmung von Ammoniak, **gekennzeichnet dadurch**, daß eine stationäre Quecksilberelektrode B hinter einer ammoniakdurchlässigen Membran A derart angeordnet ist, daß die stationäre Quecksilberelektrode B in zyklisch-voltametrischer oder chronoamperometrischer Betriebsweise in Dreielektrodenteknik periodisch oxidiert bzw. reduziert wird und dadurch eine ammoniakkonzentrationsabhängige Signaländerung bewirkt wird, wobei eine nicht näher darge stellte Hilfselektrodenanordnung zwischen Membran A und der Arbeitselektrode B zur Unterdrückung von Störungen eingesetzt werden kann.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Stromschlüssel zur Referenzelektrode C durch die röhrenförmige Gegenelektrode D in die Nähe der stationären Quecksilberelektrode B geführt wird.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Innenelektrolyt E eine alkalische Pufferlösung, insbesondere eine Natriumcarbonat-Natriumhydrogencarbonat-Pufferlösung, ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur elektrochemischen Bestimmung von geringen Mengen von Ammoniak in Gasen. Das Gerät kann als Melder bei Überschreitung festgelegter geringer Konzentrationen an Ammoniak eingesetzt werden. Neben der Nutzung als Alarmeinrichtung ist auch eine quantitative Bestimmung von Ammoniak damit möglich.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Die bekannten elektrochemischen Vorrichtungen für die Bestimmung von Ammoniak in Gasen sind potentiometrischer (K. Cammann, „Das Arbeiten mit ionensensitiven Elektroden“, S. 165 [1977]) und voltametrischer Art. (G. Chuiton, Pollut. Atmos. 17 [1975], S. 97–102). Diese bekannten Vorrichtungen haben auf Grund ihres Meßverfahrens den Nachteil der geringeren Spezifität, wodurch ein größerer konstruktiver Aufwand erforderlich wird, um eine ausreichende Selektivität zu erzielen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Schaffung eines ammoniakspezifischen Sensors, der im Gegensatz zu den oben genannten bekannten Vorrichtungen eine hohe Spezifität und Empfindlichkeit bei vermindertem konstruktivem Aufwand aufweist.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, durch die Anwendung einer für Ammoniak spezifischen Reaktion während des Elektrodenprozesses in einer speziell für das Verfahren entwickelten voltametrischen Vorrichtung mit Dreielektrodenteknik für das Meßverfahren eine hohe Selektivität zu erreichen, wobei die Vorrichtung in Kombination mit einer gaspermeablen Membran und einer Hilfselektrode eine störungsfreie Messung von Ammoniak zuläßt.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe gelöst, durch die Verwendung einer ammoniakdurchlässigen Membran, einer Hilfselektrodenanordnung und einer ammoniakspezifischen Reaktion, so daß während des Elektrodenprozesses die Störungen, die bei potentiometrischen Verfahren (durch K^+ , NR_3H^+ u. a.), bei voltametrischen und coulometrischen Verfahren durch elektrochemisch aktive Stoffe auftreten, beseitigt werden. Die Vorrichtung besteht aus einer voltametrischen Zelle in Röhrenform, die eine Referenzelektrode (bevorzugt eine Ag/AgCl-Elektrode oder gesättigte Kalomelelektrode mit Diaphragma oder eine Ag/Ag₂O-Elektrode ohne Diaphragma), eine Gegenelektrode aus inertem Material (bevorzugt Platin oder Gold), eine Arbeitselektrode (stationäre Quecksilberelektrode auf Platin, Gold, Silber oder Glaskohlenstoff) und einem alkalischen Leitelektrolyten mit Puffereigenschaft (bevorzugt Natriumcarbonat-Natriumhydrogencarbonat-Puffer) enthält. Die Arbeitselektrode wird an der Unterseite der Anordnung gegen eine ammoniakdurchlässige PTFE-Membran so gepreßt, daß ein galvanischer Kontakt zu den übrigen Elektroden gewährleistet ist. Bei der Verwendung einer Hilfselektrodenanordnung wird dieses so zwischen Arbeitselektrode und Gasmembran eingebracht, daß letztere nicht berührt wird. Die Anordnung wird zyklisch-voltametrisch oder chronoamperometrisch betrieben, wobei Quecksilber oxidiert und wieder reduziert wird. Die Einwirkung von Ammoniak führt zu einem Stromabfall während des Oxidationsprozesses.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. Die beigefügte Zeichnung zeigt den Aufbau in Schnittdarstellung. Nach Figur 1 besteht die Vorrichtung aus einem reagenzglasähnlichen Polyethylenrohr, an dessen unterem Ende eine runde Öffnung freigehalten ist. Vor diese Öffnung ist eine gasdurchlässige Membran A aus PTFE gespannt. Die Zelle ist mit 0,1 M $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ -Puffer E gefüllt.

In das Zentrum der Öffnung wird eine stationäre Quecksilberelektrode B in die Nähe der Membran gebracht. Zwischen A und B kann gegebenenfalls eine Hilfselektrode aus Platingaze berührungsfrei von B eingebracht werden. Als Gegenelektrode dient ein Platin- oder Goldrohr D, durch das ein Stromschlüssel für die Referenzelektrode C (GKE oder Ag/AgCl) in die Nähe von B gebracht wird. Das Polyethylenrohr wird durch einen PVC-Sraubverschluß, der alle elektrischen Anschlußmöglichkeiten einschließlich der Referenzelektrode enthält, oben verschlossen. Durch diese Anordnung kann die Vorrichtung zur Messung von gasförmigem Ammoniak in Gasen oder Flüssigkeiten angewendet werden. Das Gerät wird mit einer üblichen voltametrischen Meßanordnung in Dreielektrodenteknik betrieben. Übliche Potentialbereiche sind von +400 mV bis -400 mV. Es kann zyklisch-voltametrisch mit einer Polarisierungsgeschwindigkeit von 1 V/min oder chronoamperometrisch gearbeitet werden. Die Einwirkung von Ammoniak äußert sich in einer Verringerung des Oxidationsstromes, welche konzentrationsproportional ist.

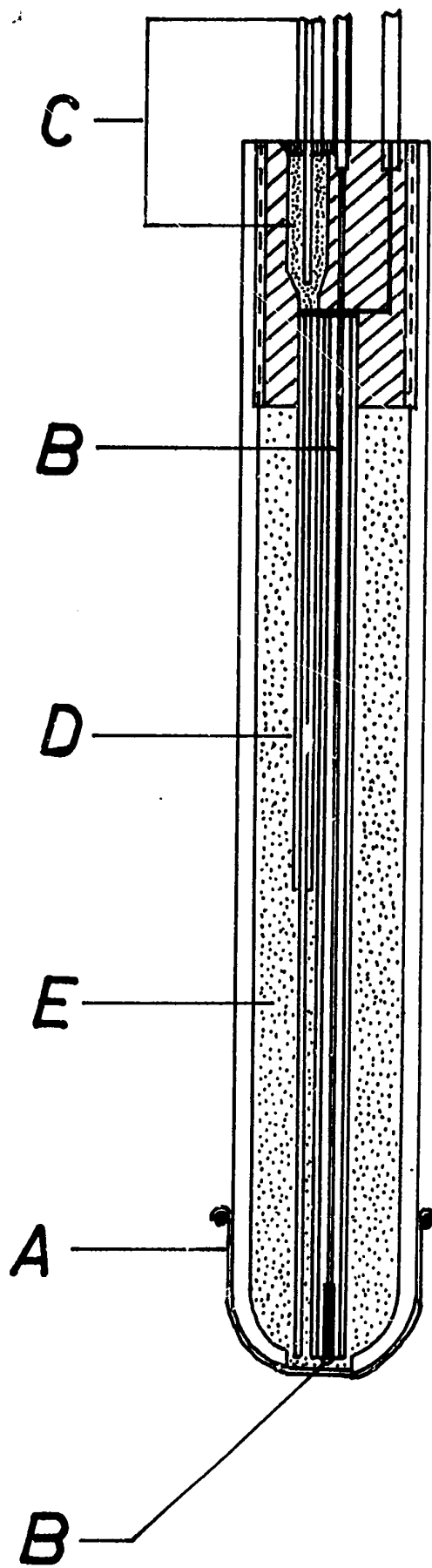


Fig. 1