



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

205 642 ✓

(11)

(B1)

(61)

(23) Vystavová predstava

(22) Podanie 22 12 78

(21) PV 8802-78

(51) Int. Cl. G 01 N 27/42

(10) Zverejnenie 29 08 80

(15) Vydanie 01 09 83

(31)

Autor vynálezu

BERČÍK JURAJ ing. CSc., ČAKRT MIROSLAV ing. CSc.,
HLADKÝ ZDENĚK ing. CSc. a MATHIASOVÁ ANNA,
BRATISLAVA

(64)

Coulometrický poločlánok na stanovenie obsahu hlavnej
složky referenčných materiálov

1

Vynález sa týka coulometrického poločlánku na veľmi presné stanovenie obsahu hlavnej zložky referenčných materiálov vysokej čistoty.

Požiadavka minimálnych strát stanovenej látky, ako aj jej znečistenia produktami elektrolýzy na pomocnej elektróde, bola predmetom niekoľkých návrhov na zlepšenie konštrukcie coulometrického článku. Princíp protiprúdneho usporiadania elektród použil prvýkrát Eckelst E. L. a Shaffer E. W. (Anal. chem., 37, 1534 (1965)). Nevýhodou článku, ktorý navrhli, je, že vymývací elektrolyt trvale zväčšuje objem hlavného elektrolytu, čo znižuje nielen citlivosť indikácie ale aj spoľahlivosť určenia bodu ekvivalencie. Článok je len dvojkomorový a predpokladá inertnosť protiprúdneho elektrolytu. Článok Taylora J. K. a Smitha S. W. (J. Res. NBS 63A, 153 (1959)) je nerozoberateľný a pracuje na princípe diskontinuálneho pretlačania elektrolytu späť do elektrolyzačnej nádoby. Tento spôsob neumožňuje presné vytitrovanie reakčného roztoku a aby sa zaistila kvantitatívnosť stanovenia, operácia sa musí niekoľkokrát opakovať. Konštrukcia nádoby neumožňuje odstraňovať produkty pomocnej elektródy, ktoré sa hromadia v spodnej časti nádoby, čo môže spôsobiť poškodenie agarového spoja.

U všetkých doteraz používaných nádobiek s možnosťou výmeny elektrolytu je kvapalinový spoj s pracovným elektrolytom realizovaný diskami zo sintrového skla, ktoré môže spôsobiť

205 642

straty stanovovanej látky.

Uvedené nedostatky odstraňuje coulometrický poločlánok na stanovenie obsahu hlavnej zložky referenčných materiálov, podľa vynálezu, ktorého podstata je v tom, že súčasťou oddeľovacej komory 3 je kompenzačná komora 6, ktorej kvapalinový spoj s pracovným elektrolytom je vytvorený cez sústavu otvorov 7, usporiadaný v spodnej časti kompenzačnej komory 6 a na opačnej strane od kvapalinového spoja je kompenzačná komora 6 opatrená trubicou 8 pre prívod plynu, alebo zapojenie vakuu.

Takto upravený poločlánok spĺňa požiadavku minimálnych strát stanovovanej látky z pracovného poločlánku, ako aj jej znečistenia produktami elektrolýzy na pracovnej elektróde, a presné vytitrovanie elektrolytu v hraničnom pásme a jeho regulovaný prítok do reakčného priestoru.

Na pripojeno výkrese je znázornený poločlánok, ktorý sa skladá z oddeľovacích komôr 1, 2, 3, ktoré sú oddelené sklenenými membránami 4. Súčasťou oddeľovacej komory 3, v ktorej za účelom zvýšenia hydrodynamického odporu je sklenená membrána 4 kombinovaná agarovým, prípadne silikagélovým spojom 5, je kompenzačná komora 6, ktorej kvapalinový spoj je vytvorený cez sústavu otvorov 7 v spodnej časti kompenzačnej komory 6 a na opačnej strane od kvapalinového spoja so sústavou otvorov 7 je kompenzačná komora 6 opatrená trubicou 8 pre prívod plynu, alebo zapojenia vakuu.

Konštrukcia poločlánku umožňuje jedno, prípadne dvojstupňové premývanie komôr 1, 2, 3 poločlánku elektrolytom rovnakého zloženia, čím sa odstraňujú nežiadúce produkty elektrolýzy na elektróde. Kompenzácia difúzneho, prípadne migračného transportu sa realizuje protiprúdnu technikou v kompenzačnej komore 6 s kvapalinovým spojom so sústavou otvorov 7. Diskontinuálny tok vytitrovaného základného roztoku z tejto komory má opačný smer ako difúzia, prípadne migrácia, v dôsledku čoho nedochádza k stratám stanovovanej látky.

Takto konštruovaný poločlánok je univerzálny a umožňuje coulometrické titrácie s použitím pracovných elektród s tuhým povrchom veľkosti 10 až 150 cm². Možno ním stanoviť 0,002 až 0,04 mólu látky prúdom 0,1 až 1,0 ampéra za 0,5 až 1 hodinu.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Coulometrický poločlánok na stanovenie obsahu hlavnej zložky referenčných materiálov, pozostávajúci z oddeľovacích komôr, opatrených prívodom vymývacieho elektrolytu a spojených s pracovným elektrolytom, vyznačujúci sa tým, že súčasťou oddeľovacej komory (3) je kompenzačná komora (6), ktorej kvapalinový spoj s pracovným elektrolytom je vytvorený cez sústavu otvorov (7) v spodnej časti kompenzačnej komory (6) a na opačnej strane od kvapalinového spoja je kompenzačná komora (6), opatrená trubicou (8) pre prívod plynu, alebo zapojenia vakuu.

