СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1157441 A

4(51) G 01 N 27/48

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ВСЕСОЮЗНАЯ ПАТЕНТНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БИБЛИОТЕКА

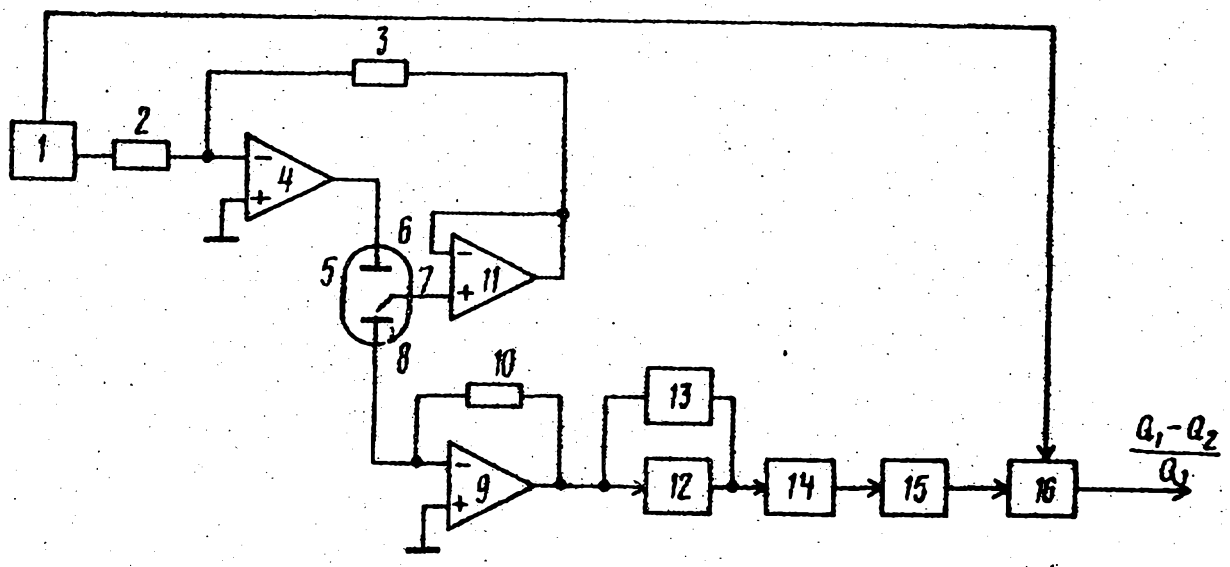
ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3461162/18-25
(22) 05.07.82
(46) 23.05.85. Бюл. № 19
(72) Ю.Б. Васильев, О.А. Хазова, А.М. Скундин, В.Н. Алексеев, Б.И. Ленцнер, В.А. Громыко, Г.Д. Левина, В.Б. Гайдадымов и И.В. Серебряков
(71) Институт электрохимии АН СССР и Институт медико-биологических проблем
(53) 543.253(088.8)
(56) 1. Лейте В. Определение органических загрязнений питьевых, природных и сточных вод". М., "Химия", 1957, с. 68-76.

2. Авторское свидетельство СССР по заявке № 3222780/18-25, кл. G 01 N 27/48, 1981 (прототип).

(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКИСЛЯЮЩИХСЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ В ВОДЕ, заключающийся в выдержке в исследуемой среде платинового рабочего электрода при потенциале максимальной адсорбции в течение 10-600 с, пропускании через исследуемую среду измерительного импульса тока и измерении количества электричества, прошедшего через электрод во время импульса, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью повышения точности измерения, используют треугольный измерительный импульс длительностью 0,01-0,5% от длительности выдержки электрода при потенциале максимальной адсорбции с максимальной величиной амплитуды, равной потенциалу выделения кислорода, раздельно определяют количество электричества, прошедшего через электрод при восходящей и спадающей составляющих импульса и по их относительной разности судят о содержании окисляющихся органических примесей.



SU (11) 1157441 A

Изобретение относится к физико-химическим методам анализа водных растворов и может быть использовано в аналитической химии в процессе контроля производственных процессов и состава окружающей среды.

Известен способ определения содержания окисляющихся органических примесей, при котором расход окислителя-титранта служит мерой содержания окисляющих примесей. Например, методика бихроматной окисляемости используется для оценки показателей качества природных и сточных вод [1].

Недостаток данного способа - большая трудоемкость и наличие методической погрешности из-за присутствия неорганических веществ, которые могут подвергаться окислению.

Наиболее близким техническим решением к изобретению является способ определения содержания окисляющихся органических примесей в воде, заключающийся в выдержке в исследуемой среде платинового рабочего электрода при потенциале максимальной адсорбции в течение 10-600 с, пропускании через исследуемую среду измерительного импульса тока и измерении количества электричества, прошедшего через электрод во время импульса [2].

Основным недостатком способа является то, что реализуемая измерительная процедура является косвенной. При этом на результат измерения влияет как адсорбция органических частиц, так и адсорбция водорода, из-за чего практически невозможно провести измерение окисляющихся примесей с относительной погрешностью, меньшей 15%.

Цель изобретения - повышение точности измерения количества окисляющихся примесей в воде.

Эта цель достигается тем, что согласно способу определения содержания окисляющихся органических примесей в воде, заключающемуся в выдержке в исследуемой среде платинового рабочего электрода при потенциале максимальной адсорбции в течение 10-600 с, пропускании через исследуемую среду измерительного импульса тока и измерении количества электричества, прошедшего через электрод во время импульса, используют треугольный измерительный импульс длительностью 0,01-0,5% от длительности выдержки электрода при потенциале максимальной адсорбции с максимальной величиной амплитуды, равной потенциалу выделения кислорода, раздельно определяют количество электричества, прошедшего через электрод при восходящей и спадающей составляющих импульса и по их относительной разности судят о содержании окисляющихся органических примесей.

На чертеже изображено устройство для реализации способа определения содержания окисляющихся органических примесей в воде.

Устройство содержит программное задающее устройство (ПЗУ) 1, которое определяет программу воздействия на исследуемый объект в виде заданной последовательности скачков напряжения для катодно-анодной обработки поверхности рабочего электрода ячейки с последующим изменением напряжения по закону треугольника. Кроме того, в ПЗУ входит логическое устройство, осуществляющее, согласно заданной программе, необходимую коммутацию, и управление коммутирующими элементами и компенсационно-уравновешивающим устройством.

Устройство автоматического регулирования потенциала рабочего электрода содержит резисторы 2 и 3, регулирующий усилитель 4, электрохимическую ячейку 5 с вспомогательным электродом 6, электродом 7 сравнения и рабочим электродом 8, усилитель 9 с резистором 10 в цепи отрицательной обратной связи и согласующий усилитель 11. Регулирующий усилитель 4 выполняет функцию электронного регулятора, обеспечивающего регулирование потенциала рабочего электрода и сумматора внешних воздействий. Согласующий усилитель 11 с коэффициентом передачи, равным единице, осуществляет функцию согласования цепи электрода сравнения электрохимической ячейки с выходной цепью регулирующего усилителя 4 и позволяет регистрировать потенциал рабочего электрода стандартными приборами. Токовый усилитель 9 представляет собой преобразователь ток - напряжение и

обеспечивает измерение тока электрохимической ячейки и согласование с регистратором тока. Интегрирующее устройство (интегратор) 12, предназначенное для получения выходного сигнала, пропорционального интегралу входного тока и коммутирующие элементы ключи 13 и 14. Запоминающее устройство 15 предназначено для запоминания информативных сигналов в заданный момент времени. Компенсационно-уравновешивающее устройство 16, предназначено для регулирования масштаба преобразования сигнала под данную поверхность рабочего электрода ячейки, вычисления и индикации результатов измерения.

В устройстве используется трехэлектродная ячейка, содержащая измерительный платиновый микроэлектрод, вспомогательный электрод (коррозионноустойчивый в данном растворе: платина или металлы платиновой группы, стеклоуглерод, графит, окисные электроды на основе титана) и электрод сравнения. Измерения можно проводить и в двухэлектродной ячейке, если использовать в качестве вспомогательного электрода электрод, потенциал, которого не меняется при изменении поляризации (например, наводороженный большой палладированный электрод). Выбор платинового рабочего электрода связан не только с его способностью адсорбировать все органические вещества, как это обосновано в известном устройстве, но и с тем, что платина является лучшим электродом-катализатором для окисления всех органических примесей.

Измерения проводятся в растворе 1н H_2SO_4, в который без какой-либо предварительной подготовки добавляется проба исследуемой воды и на электрод подается сложный потенциодинамический импульс, включающий предобработку: катодно-анодную активацию, выдержку при потенциале адсорбции $E_г^{адс}$ =0,4 В в течение времени выдержки 10-600 с и наложение треугольного импульса в области потенциалов (+0,4)-(+1,6)В.

Сформированная программа воздействия на рабочий электрод в виде заданной последовательности скачков напряжения для катодно-анодной обработки поверхности электрода с последующим измерением напряжения по закону треугольника с заданной амплитудой и скоростью поступает на вход регулирующего усилителя 4.

Токовый сигнал с выхода токового усилителя 9 поступает на вход интегрирующего усилителя. В процессе прохождения последовательности скачков напряжения для катодно-анодной обработки поверхности электрода ключ 13 замкнут, а ключ 14 - разомкнут. После окончания выдержки $t_п$ в момент начала линейной развертки ключ 13 размыкается, а 14 замыкается и токовый сигнал, полученный в результате воздействия спадающей ветви линейно-изменяющегося напряжения, поступает на вход интегрирующего устройства 12 и на запоминающее устройство 15. В результате на выходе 12 получаем величину количества электричества

$$Q_1 = \frac{U_1 \hat{\tau}}{R_{изм}},$$

где U_1 - напряжение на выходе 12, соответствующее спадающей ветви треугольного импульса;

$\hat{\tau}$ - постоянная времени интегратора 12;,

$R_{изм}$ - сопротивление резистора 10 в цепи отрицательной обратной связи токового усилителя 9.

После окончания длительности спадающей ветви t_c треугольного импульса ключ 13 замыкается, а ключ 14 - размыкается и величина Q_1 запоминается запоминающим устройством 15. Через заданный промежуток времени $t_{зад}$, обусловленный временем срабатывания ключей ($t_{зад} \ll t_c$), ключ 13 вновь размыкается и токовый сигнал с выхода усилителя 9 в результате воздействия восходящей ветви треугольного импульса поступает на вход интегратора 12. В результате на выходе 12 получаем величину количества электричества

$$Q_2 = \frac{U_2 \hat{\tau}}{R_{изм}},$$

где U_2 - напряжение на выходе интегратора 12, соответствующее восходящей ветви треугольника импульса.

Сигналы Q_1 и Q_2 поступают на вход устройства 16, на выходе которого получаем информативный сигнал

$\frac{Q_1-Q_2}{Q_2}$, пропорциональный содержанию окисляющихся органических примесей в воде.

Технический эффект реализации предлагаемого способа по сравнению с известным заключается в том, что измеряют количество электричества, идущее непосредственно на окисление адсорбированных органических частиц, т.е. этот метод является прямым, что позволяет измерять искомую величину с большой точностью 5%. При этом использование измерительного импульса треугольной формы позволяет при однократном измерении определять количество электричества, идущее на окисление органических частиц и на другие процессы на поверхности электрода (например, окисление поверхности), которые рассматриваются и вычитаются как фоновые, и одновременно, используя восходящую ветвь импульса, провести нормирование измеряемой величины, при этом длительность измерительной процедуры не превышает 3 мин.

Составитель Ю. Коршунов
Редактор Н. Тупица Техред С.Йовжий Корректор Л. Пилипенко

Заказ 3360/42 Тираж 897 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4