



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

248 655

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 09 02 84
(21) PV 925-84

(51) Int. Cl.
G 01 N 27/30

(40) Zveřejněno 17 07 86
(45) Vydáno 01 08 88

(75)
Autor vynálezu

VÁŇA JAROSLAV ing. CSc.,
LAKOMÝ JAROSLAV ing. CSc.,
KUBIŠ JIŘÍ ing. CSc., PARDUBICE

(54) Způsob úpravy elektrody pro elektrochemická měření

Řešení se týká úpravy elektrody pro elektrochemická měření, jejíž část je mechanicky aktivovaná a neaktivovaná část elektrody, která přichází do styku s měřenou kapalinou se podrobí trvalé pasivaci ponořením do analyzového roztoku, případně do roztoku určované složky o koncentrací stejné, nebo o řád vyšší než koncentrace složky, která bude určovaná po dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 0° C až 50 °C.

Vynález se týká způsobu úpravy elektrody pro elektrochemická měření.

Při elektrochemických měřeních zahrnujících metody potenciometrické, bipotenciometrické, ampérometrické a bioampérometrické se používá různých elektrod například z drahých kovů, obecných kovů, grafitu, které mají rozmanité tvary. Často se používají drátové nebo roubíkové elektrody. Tyto elektrody slouží zejména pro krátkodobá laboratorní měření a po ukončení měření se vkládají do roztoků, ve kterých probíhá aktivace jejich povrchu. V mnohých případech aktivace povrchu se provádí mechanicky, například odíráním jemným smirkovým papírem.

Pro provozní dlouhodobá měření zpravidla tyto elektrody nevyhovují z důvodů rychle probíhající pasivace jejich povrchu, která způsobuje nežádoucí změny signálu nebo dokonce měření znemožňuje. Z těchto důvodů je výhodné používat například elektrody prstencového tvaru nebo ve tvaru disku, jejichž povrch je mechanicky aktivován, takže probíhající pasivace jejich povrchu se odstraňuje. K mechanické aktivaci se nejčastěji používá kartáčků z různých materiálů nebo brusného materiálu anorganického charakteru.

U prstencových elektrod, případně diskových elektrod, je aktivace celého povrchu elektrody technicky obtížně proveditelná, a proto někteří výrobci u svých prstencových elektrod provádějí ochranu neaktivované části elektrody silnou vrstvou umělé hmoty. Část neaktivovaného povrchu elektrody se opatří lakem o vysokém specifickém odporu, odolném proti kyselinám, zásadám, eventuálně organickým rozpouštědlům. V případě prstencových elektrod musí být ochrannými vrstvami opatřeny jak vnější, tak i vnitřní části elektrod. Obnažená část zůstává ve tvaru mezikruží na spodní straně prstence

a pohybuje se po ní brusný materiál, nejčastěji rotačním pohybem, čímž dochází k aktivaci povrchu elektrody. Prstencová elektroda je uchycena v držáku, a tím je její horní mezikruží od měřeného roztoku zcela odděleno.

, Na ochrannou vrstvu elektrody jsou vedle již dříve uvedených požadavků kladeny značné nároky. Ochranná vrstva s povrchem elektrody musí být ve pevném spojení, její koeficient tepelné roztaživosti musí být prakticky stejný, jaký má materiál elektrody. Protože tato vrstva přichází v části styku s brusným materiálem na hraně aktivovaného mezikruží, musí se vhodným způsobem obrousovat. Nesmí být křehká, což by způsobovalo její odlupování z povrchu elektrody, a naopak nesmí být příliš měkká, aby se neroztírala po aktivované ploše mezikruží prstencové elektrody.

Nevýhodou popsaného stavu techniky je, že vytvoření ochranné vrstvy na povrchu elektrody je pracné a po určité době dochází k jejímu porušování a odlupování od povrchu elektrody. Za tohoto stavu měřený roztok proniká mezi elektrodu a ochrannou vrstvu a nedochází k jeho výměně. To má za následek, že elektroda poskytuje signály, které neodpovídají koncentraci určované složky v analyzovaném roztoku. Z uvedených důvodů se musí elektroda opatřit novou vrstvou, což je pracné a nákladné.

Nyní byl nalezen způsob úpravy elektrody pro elektrochemická měření s mechanicky aktivovanou částí povrchu, který je předmětem tohoto vynálezu a jehož podstata spočívá v tom, že se neaktivovaná část povrchu elektrody, přicházející do styku s měřenou kapalinou, podrobí trvalé pasivaci, a to tak, že se neaktivovaná část povrchu elektrody ponoří do analyzované kapaliny na dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 0°C až 50°C . Jiný způsob úpravy elektrody podle vynálezu spočívá v tom, že se neaktivovaná část povrchu elektrody ponoří do roztoku určované složky o koncentraci stejné nebo o řád vyšší než koncentrace složky, která bude určovaná po dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 0°C až 50°C . Obecně lze část povrchu elektrody, která přichází do styku s měřenou kapalinou, ponořit do libovolného roztoku o koncentraci látek, které způsobí dokonalou pasivaci elektrody do 24 hodin v rozmezí teplot 0°C až 50°C .

Příklady provádění pasivace neaktivované části povrchu elektrody přicházející do styku s měřenou kapalinou a způsoby použití elektrod.

Příklad 1

Zlatá prstencová elektroda s mechanicky aktivovanou částí povrchu brusným materiálem byla uchycena v držáku z nerezavějící oceli a podrobena pasivaci v roztoku diazoniové soli anilinu o koncentraci 10^{-2} mol/l při pH = 3 po dobu 5 hodin při laboratorní teplotě. Po takto provedené pasivaci byla dlouhodobě používána k určování koncentrace diazoniové soli anilinu v koncentračním rozmezí 10^{-4} až 10^{-2} mol/l.

Příklad 2

Zlatá prstencová elektroda byla pasivována a používána jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že po 75 hodinách měření byla vyjmuta z měřeného roztoku, opláchnuta destilovanou vodou a po 2 dny uchovávána v suchém stavu. Před dalším měřením k dokonalé pasivaci za stejných podmínek jako v příkladě 1 postačovala doba 10 minut. Po provedené pasivaci byla opět dlouhodobě používána k určování koncentrace diazoniové soli anilinu.

Příklad 3

Zlatá prstencová elektroda s mechanicky aktivovanou částí povrchu brusným materiálem byla uchycena v držáku z polypropylenu a podrobena pasivaci v roztoku chlornanu sodného o koncentraci 10^{-1} mol/l po dobu 1 hodiny při teplotě 25 °C. Po takto provedené pasivaci byla dlouhodobě nepřetržitě používána k určování koncentrace chlornanu sodného v koncentračním rozmezí 10^{-3} až 10^{-1} mol/l.

Pokrok dosažený tímto vynálezem spočívá v tom, že i při dlouhodobých provozních měřeních není nutná prakticky žádná údržba a kontrola. Spolehlivost měření se neobyčejně zvyšuje, což je zejména významné při použití elektrody v regulačním obvodu při

automatickém řízení reakcí, například kopulačních při automatizované výrobě azobarviv. Výrobní náklady se úpravou podle vynálezu podstatně snižují.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob úpravy elektrody pro elektrochemická měření s mechanicky aktivovanou částí povrchu, vyznačený tím, že se neaktivovaná část povrchu elektrody, přicházející do styku s měřenou kapalinou, podrobí trvalé pasivaci.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že neaktivovaná část povrchu elektrody ponoří do analyzované kapaliny na dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 0°C až 50°C .
3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se neaktivovaná část povrchu elektrody ponoří do roztoku určované složky o koncentraci stejné nebo o řád vyšší než koncentrace složky, která bude určovaná, po dobu 10 minut až 5 hodin při teplotě 0°C až 50°C .