

FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU 269 643

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 121-89.J
(22) Přihlášeno 06 01 89

(40) Zveřejněno 12 09 89
(45) Vydáno 05 02 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 21/01

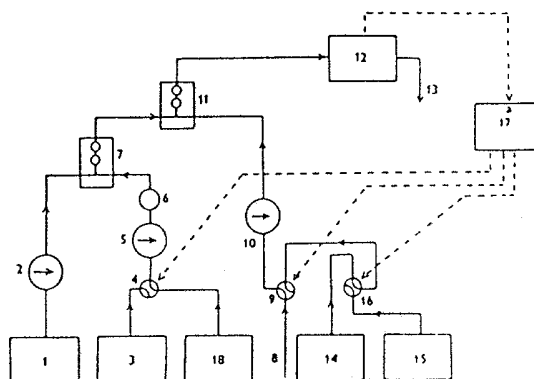
(75) Autor vynálezu

VOLF RADKO ing. CSc.,
HOŘEJŠ JAN ing.,
DOLEŽAL BOHUSLAV doc. ing. CSc.,
KOLÁŘ MILAN ing.,
JEDINÁKOVÁ VĚRA doc. ing. DrSc.,
VESELÝ VLADIMÍR, PRAHA

(54)

Kontinuální kapalinový analyzátor
stopových koncentrací chloridových iontů

(57) Kontinuální kapalinový analyzátor stopových koncentrací chloridových iontů sestává z čerpadel, rotačního pulsního míchadla, jehož výstup je propojen se směšovacím T - kusem. Elektronicky říditelné kapalinové kohouty jsou spojeny se zásobníky. Směšovací T - kus je spojen se směšovacím T - kusem a dále se vstupem průtočné kvyety, osazené svítilkou a fotodetektorem.



Obr. 1.

vynález se týká zařízení pro kontinuální stanovení stopových koncentrací chloridových iontů v roztocích.

Ke kontinuální analýze obsahu chloridových iontů velmi nízkých koncentrací se nejčastěji používají aparáty na elektrolytickém principu, kombinované s fotometrickým stanovením. Chloridové ionty jsou nejprve elektrolyticky převedeny na chlor, který je následně absorbován v roztoku redox-indikátoru, jehož změna zabarvení se kontinuálně měří ve vhodné průtočné kyvetě. Nevýhodou těchto zařízení je potřeba použít při oxidaci chloridových iontů na chlor elektrolytického systému s velkoplošnými elektrodami z drahých kovů, nejčastěji platiny a dále v nestabilitě redox-indikátorů na vzduchu, kdy se uplatňuje vliv vzdušného kyslíku.

Výše uvedené nevýhody jsou podstatně sníženy u kontinuálního kapalinového analyzátoru stopových koncentrací chloridových iontů, skládajícího se z čerpadel, rotačního pulsního míchadla, směšovacího T - kusu, elektronicky říditelných kapalinových kohoutů, průtočné kyvety osazené svítilnou a fotodetektorem, podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že vstup čerpadla difenylkarbazonu je spojen kapalinovým přívodem se zásobníkem roztoku difenylkarbazonu a výstup čerpadla difenylkarbazonu se vstupem prvního směšovacího T-kusu. Zásobník dusičnanu rtuťnatého je kapalinovým spojem spojen s jedním ze vstupů prvního elektronicky říditelného kapalinového kohoutu, přičemž jeho druhý vstup je spojen se zásobníkem čisticí kapaliny a jeho výstup se vstupem čerpadla dusičnanu rtuťnatého. Výstup čerpadla dusičnanu rtuťnatého je kapalinovým spojem připojen na vstup rotačního pulsního míchadla, jehož výstup je propojen s druhým vstupem prvního směšovacího T-kusu, dále je zásobník chloridů prosté kapaliny spojen jedním ze vstupů třetího, elektronicky říditelného kapalinového kohoutu, jehož druhý vstup je spojen se zásobníkem standardního roztoku chloridů. Výstup třetího elektronicky říditelného kapalinového kohoutu je dále kapalinovým spojem připojen na jeden ze vstupů druhého elektronicky říditelného kapalinového kohoutu, jehož druhý vstup je propojen s přívodem analyzovaného vzorku a jeho výstup se vstupem čerpadla. Výstup čerpadla je kapalinovým přívodem spojen s jedním ze vstupů druhého směšovacího T-kusu, přičemž druhý vstup směšovacího T-kusu je spojen s výstupem prvního směšovacího T-kusu a dále je výstup druhého směšovacího T-kusu kapalinovým přívodem spojen se vstupem průtočné kyvety, jejíž kapalinový výstup je spojen s odpadem. Signál z elektrického výstupu průtočné kyvety elektrickými vodiči spojen se vstupem ovládacího a vyhodnocovacího zařízení. Výstupy ovládacího a vyhodnocovacího zařízení jsou alespoň jedním elektrickým vodičem spojeny s řídicím vstupem třetího elektronicky říditelného kapalinového kohoutu, alespoň jedním elektrickým vodičem s řídicím vstupem druhého elektronicky říditelného kapalinového kohoutu a alespoň jedním elektrickým vodičem s řídicím vstupem prvního elektronicky říditelného kapalinového kohoutu.

Vyšší účinek kontinuálního analyzátoru stopových koncentrací chloridových iontů podle vynálezu spočívá v tom, že v zařízení není třeba použít drahé kovy, v menších geometrických rozměrech analyzátoru a v dosažení přesnějších výsledků při vysoké citlivosti celého zařízení.

Kontinuální kapalinový analyzátor podle vynálezu je blíže popsán na výkresu, kde je na obr. schematicky znázorněno zapojení kontinuálního kapalinového analyzátoru podle vynálezu.

Zásobník 1 roztoku difenylkarbazonu je připojen na vstup čerpadla 2 difenylkarbazonu, jehož výstup je připojen na vstup prvního směšovacího T-kusu 7. Zásobník 3 dusičnanu rtuťnatého je spojen s vstupem prvního elektronicky říditelného kapalinového kohoutu 4, jehož další vstup je připojen na zásobník 18 čisticí kapaliny. Výstup prvního elektronicky říditelného kapalinového kohoutu 4 je připojen na vstup čerpadla 5 dusičnanu rtuťnatého, které je připojeno na rotační pulsní míchadlo 6. Výstup rotačního pulsního míchadla 6 je propojen s prvním směšovacím T-kusem 7. Zásobník 14 chloridů prosté kapaliny a zásobník 15 standardního roztoku chloridů jsou připojeny k třetímu

elektronicky řiditelnému kapalinovému kohoutu 16, jehož výstup je spojen se vstupem druhého elektronicky řiditelného kapalinového kohoutu 9. K druhému elektronicky řiditelnému kapalinovému kohoutu 9 je rovněž připojen přívod analyzovaného vzorku 8. Výstup druhého elektronicky řiditelného kapalinového kohoutu 9 je napojen na vstup čerpadla 10, jehož výstup je spojen se vstupem druhého směšovacího T-kusu 11, který je rovněž propojen s prvním směšovacím T-kusem 7. Výstup druhého směšovacího T-kusu 11 je spojen s průtočnou kyvetou 12, jejíž jeden výstup je spojen s odpadem 13 a která je dále napojena na ovládací a vyhodnocovací zařízení 17. Výstupy ovládacího a vyhodnocovacího zařízení 17 jsou elektrickými vodiči propojeny s třetím elektronicky řiditelným kapalinovým kohoutem 16, s druhým elektronicky řiditelným kapalinovým kohoutem 9 a s elektronicky řiditelným kapalinovým kohoutem 4.

Čerpadlo 2 difenylkarbazonu čerpá ethanolickeo-vodný roztok difenylkarbazonu do prvního směšovacího T-kusu 7, kde je směšován s roztokem dusičnanu rtuťnatého, čerpaného čerpadlem 5 dusičnanu rtuťnatého, přičemž míchání napomáhá rozkmitání sloupce směšovaných reagentů pomocí rotačního pulsního míchadla 6. Z prvního směšovacího T-kusu 7 vystupuje fialově zabarvený komplex (asociát) rtuťnatého iontu a difenylkarbazonu. Tento roztok je dále veden do druhého směšovacího T-kusu 11, kde je smíšen s proudem, čerpadlem 10 čerpaného vzorku nebo za použití elektronicky řiditelných kapalinových kohoutů 9 a 16 buď chloridů prosté kapaliny nebo standardním roztokem chloridů. Za přítomnosti chloridů dojde k vytěsnění rtuťnatých iontů z fialově zabarveného komplexu a tím ke snížení intenzity zabarvení, jež je kontinuálně měřeno v průtočné kyvetě 12. Signál z optického detektoru průtočné kyvety 12 je zpracován v ovládacím a vyhodnocovacím zařízení 17, které zpětně řídí elektronicky řiditelné kapalinové kohouty 4, 9 a 16. V případě, že po dlouhodobém provozu jsou kapalinové cesty od prvního směšovacího T-kusu 7 až po odpad 13 zaneseny úsadami (snížení signálu optického detektoru) ovládací a vyhodnocovací zařízení 17 přestaví první elektronicky řiditelný kapalinový kohout 4 do polohy, ve které je ze zásobníku 18 čisticí kapaliny čerpána čisticí kapalina po dobu nutnou k očištění výše uvedených kapalinových cest.

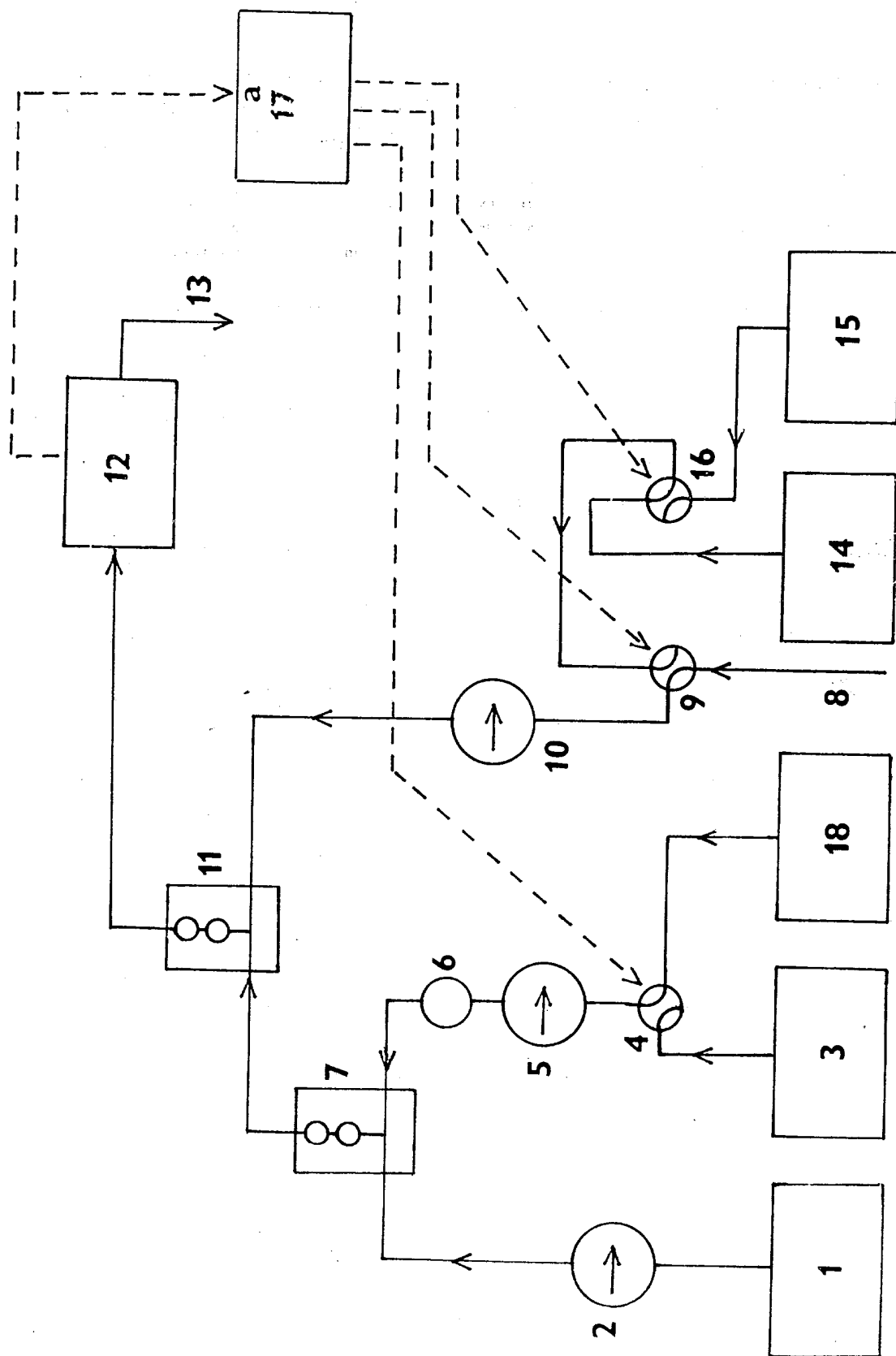
Kontinuální kapalinový analyzátor stopových koncentrací chloridových iontů byl ověřen na modelové aparatuře, v které byla použita běžná peristaltická čerpadla 2, 5, 10, elektronicky řiditelné kapalinové kohouty 4, 9, 16. Jako rotační pulsní míchadlo 6 bylo použito zařízení podle autorského osvědčení č. 160 027. Průtočná kyveta 12 byla použita v jednopaprskovém uspořádání se zeleně svítící svítkou a fotodetekto-rem. Signál z fotodetektoru byl zpracováván pomocí ovládacího a vyhodnocovacího zařízení 17, v němž bylo jako základních prvků použito 10-bitového analogo-digitálního převodníku a osmibitového mikropočítače.

Kontinuální kapalinový analyzátor stopových koncentrací chloridových iontů podle vynálezu byl dlouhodobě testován, přičemž bylo použito ethanolickeo-vodného roztoku difenylkarbazonu o koncentraci 10^{-4} mol.l⁻¹, roztoku dusičnanu rtuťnatého o koncentraci $5 \cdot 10^{-5}$ mol.l⁻¹. Koncentrace chloridových iontů modelových vzorků se pohybovala v rozsahu 0 až 1,2 mg.l⁻¹ roztoku, přičemž v tomto rozsahu bylo dosaženo maximální odchylky signálu od lineární závislosti ± 2 %. Přístroj vykazoval při stanovení chloridových iontů v celém rozsahu 0 až 100 mikrogramů Cl⁻ iontů.l⁻¹ chybu menší než ± 5 mikrogramů chloridových Cl⁻ iontů v 1 l vody.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Kontinuální kapalinový analyzátor stopových koncentrací chloridových iontů, složený z čerpadla, rotačního pulsního míchadla, směšovacích T-kusů, elektronicky řiditelných kapalinových kohoutů, průtočné kyvety osazené svítkou a fotodetekto-rem, vyznaču-

jící se tím, že vstup čerpadla (2) difenylkarbazonu je spojen kapalinovým přívodem se zásobníkem (1) roztoku difenylkarbazonu a výstup čerpadla (2) difenylkarbazonu se vstupem prvního směšovacího T-kusu (7), zásobník (3) dusičnanu rtuťnatého je kapalinovým spojem spojen s jedním ze vstupů prvního elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (4), přičemž jeho druhý vstup je spojen se zásobníkem (18) čisticí kapaliny a jeho výstup se vstupem čerpadla (5) dusičnanu rtuťnatého, přičemž výstup čerpadla (5) dusičnanu rtuťnatého je kapalinovým spojem připojen na vstup rotačního pulsního míchadla (6), jehož výstup je propojen s druhým vstupem prvního směšovacího T-kusu (7), dále je zásobník (14) chloridů prosté kapaliny spojen jedním ze vstupů třetího elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (16), jehož druhý vstup je spojen se zásobníkem (15) standardního roztoku chloridů, výstup třetího elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (16) je dále kapalinovým spojem připojen na jeden ze vstupů druhého elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (9), jehož druhý vstup je propojen s přívodem analyzovaného vzorku (8) a jeho výstup se vstupem čerpadla (10), výstup čerpadla (10) je kapalinovým přívodem spojen s jedním ze vstupů druhého směšovacího T-kusu (11), přičemž druhý vstup směšovacího T-kusu (11) je spojen s výstupem prvního směšovacího T-kusu (7) a dále je výstup druhého směšovacího T-kusu (11) kapalinovým přívodem spojen se vstupem průtočné kyvety (12), jejíž kapalinový výstup je spojen s odpadem (13), dále je signál z elektrického výstupu průtočné kyvety (12) elektrickými vodiči spojen se vstupem ovládacího a vyhodnocovacího zařízení (17), přičemž výstupy ovládacího a vyhodnocovacího zařízení (17) jsou alespoň jedním elektrickým vodičem spojeny s řídicím vstupem třetího elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (16), alespoň jedním elektrickým vodičem s řídicím vstupem druhého elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (9) a alespoň jedním elektrickým vodičem s řídicím vstupem prvního elektronicky říditelného kapalinového kohoutu (4).



Obr.1.