

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

240212
(11) (B1)



GRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 07 02 84
(21) (PV 871-84)

(40) Zveřejněno 19 11 84

(45) Vydáno 15 06 87

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 27/48

(75)

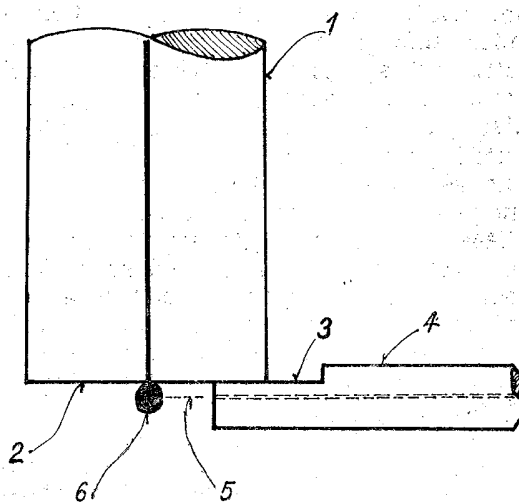
Autor vynálezu

TROJÁNEK ANTONÍN RNDr. CSc., PRAHA

(54) Přívod analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě

Řešení se týká konstrukční úpravy polarografického detektoru a konkrétně řeší problém umístění elektrodového systému v prostoru s minimálním mrtvým objemem a správné nasměrování přiváděného analyzovaného roztoku na povrch pracovní elektrody. Podstatou řešení je konstrukční úprava přívodu analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě pro průtokový polarografický detektor s vysokou rychlostí odezvy, vytvořený z kapiláry přívodu analyzovaného roztoku, upravené v horizontální rovině, a z kapiláry rtuťové kapkové elektrody, upravené svisle. Kapilára přívodu analyzovaného roztoku je zhotovena z kovu odolného korozi, má vnitřní průměr menší nežli 0,5 milimetru a je opatřena u svého ústí vodící dosedací ploškou, vybroušenou v rovině kolmé k ose kapiláry rtuťové kapkové elektrody, jejíž čelní plocha je v trvalém plošném styku s dosedací ploškou na kapiláře přívodu analyzovaného roztoku. Dosedací ploška je vybroušena v délce rovné nejvýše polovině vnějšího průměru kapiláry rtuťové kapkové elektrody.

Řešení může být v největší míře použito při konstrukci průtokových polarografických detektorů s vysokou rychlostí odezvy.



Vynález se týká přívodu analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě pro průtokový polarografický detektor s vysokou rychlostí odezvy, vytvořený z kapiláry přívodu analyzovaného roztoku, upravené v horizontální rovině, a z kapiláry rtuťové kapkové elektrody, upravené svisle.

Průtokové polarografické detektory se vyvíjely od jednoduchých průtokových nádobek k dokonalým typům, které jsou schopny zajistit citlivou a rychlou odezvu také v prostředích s malou elektrolytickou vodivostí. Při konstrukci průtokových polarografických detektorů zůstává stále největším problémem umístění elektrodového systému v prostoru s minimálním mrtvým objemem.

Komerčně dostupný průtokový polarografický detektor typu PAR-310, vyráběný firmou Princeton Applied Research v USA, je vyřešen velmi jednoduše z hlediska problému umístění elektrodového systému. Tříelektrodový systém v provedení obvyklém pro statická měření je umístěn v nádobce o objemu desítek mililitrů. Analyzovaný roztok se přivádí k povrchu kapkové elektrody teflonovou trubičkou s vnitřním průměrem cca 0,5 mm, umístěnou v ose konicky sbroušené skleněné kapiláry, naproti jejímu ústí.

Průtokový polarografický detektor připravený pro výrobu v koncernovém podniku Laboratorní přístroje, je koncepčně odvozen z typu PAR-310, vyráběného v USA, od něhož se liší tím, že analyzovaný roztok je ke kapce přibádán v horizontální rovině, to znamená ve směru kolmém ke směru osy kapiláry rtuťové kapkové elektrody.

Oba uvedené typy průtokového polarografického detektoru používají pro přívod analyzovaného roztoku přívodní trubičku s relativně velkým vnitřním průměrem. Tato skutečnost je v rozporu s tím, že disperze zóny vzorku při toku kapaliny trubicí roste se čtvrtou mocninou jejího průměru a zvýšení disperze má v každém případě za následek snížení rychlosti odezvy a snížení rozlišovací schopnosti detektoru. Výsledky studia obou uvedených typů průtokového polarografického detektoru však ukazují, že použití přívodních trubiček nebo alespoň koncové trysky s velkým vnitřním průměrem je při stávajícím uspořádání nezbytné.

Zásadní význam s ohledem na dobrou jakost detektorů uvedených typů především z hlediska velikosti rychlosti odezvy a dosažení co nejnižší hodnoty zbytkového proudu má správné nasměrování přiváděné kapaliny na povrch pracovní elektrody. Při užití kapiláry přívodu analyzovaného roztoku, jejíž vnitřní průměr je malý, vznikají obtíže s vystředěním její osy do blízkosti středu rtuťové kapky a to především v důsledku nesymetrie dodávaných skleněných kapilár. Výstupní signál takto vybaveného detektoru je i v případě správného nastavení velmi citlivý na mechanické otřesy, při nichž dochází ke změnám v charakteru proudění

analyzovaného roztoku v okolí kapkové elektrody.

Uvedené nevýhody a nedostatky dosud známých konstrukcí průtokových polarografických detektorů jsou velkou měrou zmírněny nebo zcela odstraněny úpravou podle vynálezu, jehož podstatou je přívod analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě pro průtokový polarografický detektor s vysokou rychlostí odezvy, vytvořený z kapiláry přívodu analyzovaného roztoku, upravené v horizontální rovině, a z kapiláry rtuťové kapkové elektrody, upravené svisle. Podle vynálezu má kapilára přívodu analyzovaného roztoku, která je zhotovena z kovu odolného korozi, vnitřní průměr menší nežli 0,5 milimetru a je opatřen u ústí vodičí, dosedací ploškou v rovině kolmé k ose kapilár rtuťové kapkové elektrody, jejíž čelní plocha ústí je v trvalém plošném styku s dosedací ploškou na kapiláře přívodu analyzovaného roztoku, vybroušenou v délce rovné nejvýše polovině vnějšího průměru kapiláry rtuťové kapkové elektrody.

Hlavní výhodou uspořádání podle vynálezu přívodu analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě je stálá a reprodukovatelně nastavitelná geometrie přívodu analyzovaného roztoku k povrchu rtuťové kapkové elektrody kapilárou o malém vnitřním průměru, tj. menším než 0,5 milimetru. Tímto opatřením je při detekci zajištěna vysoká rychlost odezvy a zároveň nízká hodnota zbytkového proudu. Popsané výhody je dosaženo konstrukční úpravou spočívající v přesném vedení nerezové kapiláry přívodu, v konkrétním provedení s vnitřním průměrem 0,2 mm. Přesné vedení kapiláry přívodu analyzovaného roztoku ve svislé rovině je zajištěno ploškou vybroušenou na konci jeho kapiláry, jež je opřena o čelní plochu kapiláry rtuťové kapkové elektrody, jež bývá skleněná nebo z umělé izolační hmoty. Vybroušená ploška na povrchu kapiláry přívodu analyzovaného roztoku leží v rovině kolmé k ose kapiláry rtuťové kapkové elektrody a umožňuje také umístit osu kapiláry přívodu analyzovaného roztoku ve vzdálenosti odpovídající poloměru rtuťové kapky. Vystředění přívodu v rovině horizontální lze v případě potřeby snadno provést jeho jemným přiknutí.

Při ověřování byl detektor vybavený přívodem analyzovaného roztoku podle vynálezu, s pomocnou platinovou a referenční nasycenou kalomelovou elektrodou testován v chromatografickém prostředí acetatového pufru s obsahem 50 objemových procent methyllalkoholu nástřiky vzorků s obsahem o-nitrofenolu. Ve srovnání s detektorem vybaveným kapilárou přívodu o vnitřním průměru 0,5 mm byla zjištěna asi 4krát vyšší rychlost odezvy a hodnota zbytkového proudu o jeden až dva řády nižší, to znamená 10krát až 100krát nižší. Zjištěná hodnota, tzv. objemová odezva 5 mikrolitru, je zcela

srovnatelná s hodnotami naměřenými u detektorů s pevnou pracovní elektrodou.

Podstata vynálezu je v dalším blíže vysvětlena pomocí připojeného výkresu, na němž je znázorněna celková sestava přívodu analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě. Na vyobrazení je znázorněna kapilára 1 rtuťové kapkové elektrody, jejíž část čelní plochy 2 ústí je v trvalém plošném styku s vybroušenou ploškou 3 na kapiláře 4 přívodu analyzovaného roztoku. Ploška 3 je vybroušena v kapiláře 4 tak, aby proud 5 analyzovaného roztoku dopadal právě na střed rtuťové kapky 6. Osa kapiláry 1 rtuťové kapkové elektrody je kolmá k ose kapiláry 4 přívodu analyzovaného roztoku, která má vnější průměr například 1,3 mm a vnitřní průměr 0,2 mm, obecně menší nežli 0,5 mm a je zhotovena z materiálu odolného korozi. Kapilára 1 rtuťové kapkové elektrody je zhotovena ze skla nebo vhodného izolantu. Ploška 3 je vybroušena na kapiláře 4 v délce rovné nejvýše polovině průměru kapiláry 1, například v délce 5 mm.

Obě kapiláry 1 a 4 jsou vhodným držákem zajištěny ve stálé poloze. Zároveň je zaručena reprodukovatelně nastavitelná geometrie přívodu analyzovaného roztoku k povrchu rtuťové kapkové elektrody použitím kapiláry 4 přívodu analyzovaného roztoku

o malém vnitřním průměru. Vlivem toho je při detekci zajištěna vysoká rychlost odezvy a nízká hodnota zbytkového proudu. Jelikož obě kapiláry 1, 4 jsou ve stálé poloze a v trvalém plošném styku, to znamená, že se čelní plocha kapiláry 1 opírá o vybroušenou plošku 3 na kapiláře 4, je zaručeno správné a přesné nasměrování proudu 5 analyzovaného roztoku a nevznikají potíže s vystředěním osy kapiláry 4 do blízkosti středu rtuťové kapky. Zejména však výstupní signál detektoru vybaveného přívodem analyzovaného roztoku podle vynálezu není citlivý na mechanické otřesy, neboť nedochází ke změnám v charakteru proudění v okolí kapkové rtuťové elektrody. Velikost zabroušení plošky 3 v kapiláře 4 je dána velikostí, to je průměrem kapky rtuti. V horizontální rovině lze podle potřeby vystředit přívod, tedy proud analyzovaného roztoku jemným přihnutím kapiláry 4, která je obvykle z kovu odolného korozi.

Uspořádání přívodu analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě nejen nevylučuje různé modifikace, ale naopak je umožňuje podle toho, jaké jsou kladeny požadavky na celkovou konstrukci průtokového polarografického detektoru s vysokou rychlostí odezvy, pro nějž je použít uspořádání podle vynálezu určeno.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Přívod analyzovaného roztoku ke rtuťové kapkové elektrodě pro průtokový polarografický detektor s vysokou rychlostí odezvy, vytvořený z kapiláry přívodu analyzovaného roztoku, upravené v horizontální rovině, a z kapiláry rtuťové kapkové elektrody, upravené svisle, vyznačený tím, že kapilára (4) přívodu analyzovaného roztoku, která je z kovu odolného korozi, má vnitřní průměr

menší nežli 0,5 milimetru a je opatřena u svého ústí vodicí dosedací ploškou (3), vybroušenou v rovině kolmé k ose kapiláry (1) rtuťové kapkové elektrody, jejíž čelní plocha (2) je v trvalém plošném styku s dosedací ploškou (3) na kapiláře (4) přívodu analyzovaného roztoku, vybroušenou v délce nejvýše polovině vnějšího průměru kapiláry (1) rtuťové kapkové elektrody.

