

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217724
(11) (81)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/48

(22) Přihlášeno 29 12 79
(21) [PV 9611-79]

(40) Zveřejněno 28 05 82

(45) Vydáno 15 02 85

(75)

Autor vynálezu

NOVOTNÝ LADISLAV ing., PRAHA

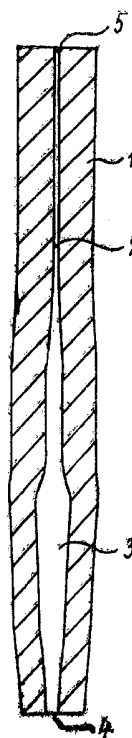
(54) Kapilára, zejména pro polarografickou analýzu

1

Vynález se týká konstrukce kapiláry, zejména pro polarografickou analýzu, kde nejméně část průběžného souosého otvoru v tělese kapiláry je rozšířena v dutinu. Podstatou vynálezu je konstrukční úprava vyznačená tím, že je vnitřní průběžný otvor kapiláry nad rozšířenou dutinou ve zvoleném úseku zúžen, přičemž toto zúžení přechází s výhodou na válcovitý tvar. Při tom je výhodné, obsahuje-li průběžný otvor kapiláry nad rozšířenou dutinou více než jeden a méně než deset zúžených úseků. Taková úprava přináší při použití kapiláry pro polarografii a odvozené metody zejména prodloužení doby kapky, zvýšení relativní reprodukovatelnosti, omezení nahodilých fluktuací průtokové rychlosti rtuti apod.

Kapilára je použitelná zejména pro elektrochemická, bioelektrochemická a adsorpční studia a pro určování mezifázových napětí kapalina/plyn a kapalina/kapalina.

2



Předmětem vynálezu je kapilára, určená zejména pro polarografickou analýzu.

Ve světové technice je dobře známá polarografie na bázi rtuťové kapkové elektrody [J. Heyrovský, J. Kůta: *Základy polarografie*; NČSAV, Praha (1962)]. Řada polarografických metod, zvláště analytických, používá jako čidla rtuťovou kapku, vykapávající z kapiláry do měřeného roztoku. Nejrozšířenějším typem kapiláry je kapilára válcová. Třebaže může být použita zvláště při klasických polarografických metodách, má pro řadu moderních citlivých polarografických metod některé nevýhody, které omezují využitelnost těchto metod v praxi. Především se jedná o rušivě působící vnikání roztoku mezi sloupec rtuť a vnitřní stěny kapiláry [W. D. Cooke a kol.: *Anal. Chem.*; 33 (1961) 1209], nedostatečnou reprodukovatelnost doby kapky [I. Smoler: *Electroanalytical Chemistry and Interfacial Electrochemistry*; 51 (1974) 452], krátkou dobu kapky (např. 3 až 5 s) [J. Heyrovský, J. Kůta: *Základy polarografie*; NČSAV, Praha (1962)] apod.

Proto byla vyvinuta kapilára zmenšující vnikání roztoku do vnitřního prostoru [C. Barker: *Anal. Chim. Acta*; 18 (1958) 118], která měla v blízkosti ústí rozšířenou bublinku, avšak v těsné blízkosti ústí byl průběžný otvor opět válcový, přičemž byl jeho průměr stejný jako průměr průběžné části nad bublinkou. Kapilára nezlepšila v porovnání s válcovou kapilárou ani stabilitu kapky, ani neprodloužila její dobu. Za účelem vytvoření stabilní a dostatečně reprodukovatelné kapky byla navržena kapilára, u níž je průběžný otvor rozšířen ve formě zaoblené dutiny, kónicky se zužující směrem k ústí [L. Novotný a kol; A. O. 185 482; (1976) Praha].

Horní část válcové kapiláry zabezpečovala tvorbu dlouhých dob kapky (běžně okolo 15 až 25 s), dolní zabezpečovala reprodukovatelnost. Kapilára se osvědčila např. při měření závislosti povrchové napětí rtuť — potenciál rtuť, při použití polarografických analytických metod jako jsou pulsní polarografie, apod. V řadě případů, jako jsou např. diferenciální pulsní polarografie na jedné kapce, anodická rozpouštěcí analýza na jedné kapce, cyklická voltametrie na jedné kapce, pulsní polarografie řízená programovatelnými analyzátory, elektrokapilární měření a další, vyžaduje však praxe běžné použití ještě delších dob kapky při zachování jejich dlouhodobé reprodukovatelnosti a stability. Výhodné se jeví rovněž zvýšení odolnosti kapiláry vůči zanášení průběžného otvoru nad rozšířenou dutinou vlhkostí nebo nečistotami, pocházejícími z protékající rtuť, kteréžto nepříznivé jevy se dosud projevují různou měrou u všech zmíněných typů.

Proto se ukázalo jako účelné a výhodné navrhnout kapiláru, umožňující běžně delší doby kapky než 25 s, u níž by byla rela-

tivní reprodukovatelnost doby kapky v porovnání s výše uvedenými typy vyšší a u níž by se uvedené rušivé jevy neprojevovaly, nebo se projevovaly jen v omezené míře.

Řešení problému představuje tento vynález, jehož předmětem je kapilára, zejména pro polarografickou analýzu, kde nejméně část průběžného souosého otvoru v tělese kapiláry je rozšířena v dutinu. Podstatou vynálezu je konstrukční úprava vyznačená tím, že je vnitřní průběžný otvor kapiláry nad rozšířenou dutinou ve zvoleném úseku zúžen, přičemž toto zúžení přechází s výhodou na válcovitý tvar. Při tom může průběžný otvor kapiláry nad rozšířenou dutinou obsahovat více než jeden a méně než deset zúžených úseků.

Vynález vychází z poznatku, že se doba kapky prodlužuje přibližně nepřímo úměrně se čtvrtou mocninou vnitřního průměru průběžné části kapiláry nad rozšířenou dutinou. Současně však při tom vzrůstá vliv zanášení otvoru průběžné části kapiláry protékající rtuť. Experimentálně se ukázalo, že je zanášení podstatně omezeno, obsahuje-li průběžná část úsek, kónicky se zužující směrem od rozšířené dutiny, přičemž je nejmenší, obsahuje-li průběžný úsek nad dutinou kónické úseky, zužující se pouze směrem od dutiny. Podstatného prodloužení doby kapky (např. z původních 25 s na 60 s) je možno docílit též místním zúžením, avšak tato úprava vyhovuje obvykle jen krátkodobě, tj. po dobu nejvýše několika až desítek hodin.

Úprava kapiláry podle vynálezu umožňuje v porovnání se stávajícím stavem další prodloužení doby kapky. V důsledku této úpravy dochází rovněž k relativnímu zvýšení reprodukovatelnosti doby kapky, neboť se docílí prodloužení doby kapky při zachování její absolutní reprodukovatelnosti, která činí za běžných laboratorních podmínek cca 0,01 až 0,02 s. Tím se zvyšuje citlivost některých metod, jako např. kapkové metody určování mezifázového napětí rtuť—roztok.

V porovnání se dříve navrženými kapilárami je rovněž omezen vliv vlhkosti povrchu protékající rtuť, neboť kónicky zúžený úsek v průběžné části nad rozšířenou dutinou působí proti vnikání vlhkosti do rozšířené dutiny a dále k ústí kapiláry, kde vlhkost ruší pravidelnou tvorbu kapky. Úprava podle vynálezu prodlužuje tím i životnost kapiláry, neboť omezuje její zanášení nečistotami, oxidy rtuť apod.

Výhodná je rovněž praktická dostupnost kapiláry podle tohoto vynálezu, protože kapilára je zhotovitelná z poměrně dostupných silnostěnných válcových polarografických kapilár vnitřního průměru, např. v rozmezí 0,06 až 0,12 mm (i více).

Účinek uvedených příznivých faktorů se zvyšuje vícenásobným zúžením průběžného otvoru kapiláry nad rozšířenou dutinou.

Avšak z praktických důvodů, zejména z důvodu přílišného zvětšování hydrodynamického odporu kapiláry vůči průtoku rtuti a nárůstu její délky, neměl by být počet zúžených úseků větší než devět.

Příklad provedení kapiláry podle vynálezu je znázorněn na výkresu:

Skleněná kapilára **1** ze skla SIAL, u níž je vnitřní průběžný otvor **2** ve spodní části rozšířen do tvaru hruškovité dutiny **3**, která se kónicky zužuje směrem k ústí **4** a u níž horní část průběžného otvoru **2** nad rozšířenou dutinou je při postupu ve směru od rozšířené dutiny **3** tvořena válcovitým úse-

kem, na který navazuje kónické zúžení orientované vzhůru, přecházející opět do válcovitého tvaru. Vnější průměr kapiláry v horní části u vstupu **5** je mezi 4 až 5 mm.

Kapilára podle tohoto vynálezu je použitelná jak pro klasické polarografické metody, tak s výhodou pro metody jako jsou anodická rozpouštěcí analýza na jedné kapce, cyklická voltametrie na jedné kapce, různé varianty pulsních metod, elektrokapilární měření a další. Je rovněž použitelná pro jiná fyzikálně-chemická měření, jako je např. viskozimetrie.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Kapilára, zejména pro polarografickou analýzu, kde nejméně část průběžného sousedního otvoru v těle kapiláry je rozšířena v dutinu, vyznačená tím, že vnitřní průběžný otvor (2) kapiláry (1) je nad rozšířenou dutinou na zvoleném úseku zúžen,

přičemž toto zúžení přechází s výhodou na válcovitý tvar.

2. Kapilára podle bodu 1, vyznačená tím, že vnitřní průběžný otvor (2) kapiláry (1) obsahuje nad rozšířenou dutinou dva až devět zúžených úseků.

1 list výkresů

