



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231026

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 27 09 82
(21) (PV 6889-82)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/06
G 01 N 27/07

(40) Zveřejněno 15 02 84

(45) Vydáno 15 06 86

(75)
Autor vynálezu

ŠERÁK LUBOMÍR ing. CSc., ČÁP JAROSLAV ing., PRAHA

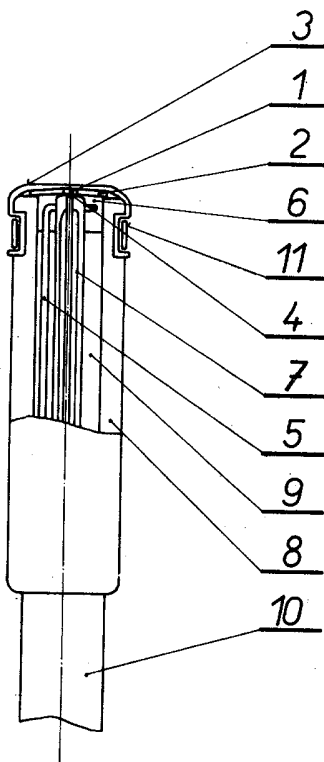
(54) Způsob voltametrického stanovení kyslíku a čidlo
k provádění tohoto způsobu stanovení

Způsob voltametrického stanovení kyslíku podle vynálezu spočívá v tom, že čidlo se polarizuje pravouhlými napěťovými pulsy, přičemž každý puls následuje až po obnovení koncentrace kyslíku v prostoru mezi separační membránou a povrchem pracovní elektrody.

Čidlo k provádění tohoto způsobu má podle vynálezu mezi membránou a pracovní elektrodou vytvořen ohraničený prostor vyplněný elektrolytem, s výhodou válcový, jehož plocha základny je v rozmezí jedné třetiny až desetinásobku plochy pracovní elektrody a výška je v rozmezí 1 až 500 μm .

Tento ohraničený prostor lze s výhodou vytvořit prostřednictvím válcového otvoru ve fólii, která je vložena mezi membránu a pracovní elektrodu.

Vynálezu lze využít v provozních podmínkách ke stanovení kyslíku jednak rozpustěného v kapalinách, ale též obsaženého v plyných směsích.



Vynález se týká jednak způsobu stanovení kyslíku elektrochemickou voltametrickou metodou a jednak čidla, umožňujícího tento způsob stanovení.

Voltametrická, resp. polarografická stanovení kyslíku je známo téměř 50 let. První polarografické stanovení popsal V. Vitek, Collection 7, (1935) 537 až 547, polarografické stanovení se rtuťovou kapkovou elektrodou, která je oddělena od měřeného roztoku permeabilní membránou, popsal jeden z autorů tohoto vynálezu L. Šerák: Z. Phys. Chem., Leipzig, Sonderheft, 1958, s. 84. Stanovení s pevnou pracovní elektrodou, oddělenou od vzorku vrstvou elektrolytu popsali P. W. Daview a F. Brink, Rev. Sci. Instrum. 13, 524, stanovení s pevnou pracovní elektrodou, oddělenou od měřeného vzorku membránou, popsal L. C. Clark, Trans. Amer. Soc. Art. Int. Org. 2, (1956), 41 až 45.

V těchto pracích bylo voltametrické stanovení kyslíku postupně zdokonalováno a v podobě, vycházející z práce Clarkovy, je prováděno dodnes, např. Kimich, H. P. Kreuzer, F., Spaen, J. G.: Biocapt 75, 307 až 312, 1975. V Clarkově uspořádání je čidlo složeno z pracovní polarizované pevné elektrody, referentní elektrody, elektrolytu a membrány, propustné pro kyslík a nepropustné pro vodu, ionty a velké molekuly tak, že mezi membránou a povrchem pracovní elektrody je jen tenká vrstva elektrolytu. Pracovní elektroda je katodicky polarizovaná na konstantní potenciál a proud, procházející čidlem, je při konstantní teplotě přímo úměrný množství kyslíku dopraveného k povrchu pracovní elektrody, a tedy i koncentraci kyslíku ve vyšetřovaném prostředí v bezprostřední blízkosti membrány. Vynikající vlastnosti čidla jsou ale provázeny vlastností nevýhodnou, totiž značnou závislostí proudového signálu na teplotě (zvýšení signálu až o 8 % při zvýšení teploty o 1 °C). Tato závislost je určována převážně velkým teplotním koeficientem propustnosti membrány pro kyslík. Tato propustnost se s rostoucí teplotou exponenciálně zvyšuje. Při praktickém měření musí být teplotní závislost signálu automaticky kompenzována, což při větších teplotních rozdílech omezuje reprodukovatelnost i správnost měření.

Uvedená nevýhoda je odstraňována způsobem pulsního voltametrického stanovení a čidlem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v periodické polarizaci čidla pravouhlými napěťovými pulsy, přičemž každý puls následuje až po obnovení koncentrace kyslíku v ohraničeném, elektrolytem vyplněném prostoru, vytvořeném mezi membránou a povrchem pracovní elektrody.

Volba velikosti intervalu mezi jednotlivými pulsy od 1 až do 10 s či více závisí na vlastnostech membrány a rozměrech ohraničeného prostoru.

Dále je předmětem vynálezu čidlo k provádění způsobu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že je mezi membránou a pracovní elektrodou vytvořen ohraničený prostor vyplněný elektrolytem, s výhodou válcový, jehož plocha základny je v rozmezí jedné třetiny až desetinásobku plochy pracovní elektrody a výška je v rozmezí 1 až 500 μm.

Tento ohraničený prostor lze s výhodou vytvořit prostřednictvím válcového otvoru ve fólii, která je vložena mezi membránu a pracovní elektrodu.

Informace o koncentraci kyslíku se získá měřením okamžitého proudu v přesně nastavené době po začátku pulsu, kdy se již neuplatňuje nabíjecí proud dvojvrstvy a nedochází ještě k podstatnému snížení koncentrace kyslíku v ohraničeném prostoru mezi membránou a povrchem pracovní elektrody.

Na připojeném výkrese je v podélném řezu znázorněno čidlo podle vynálezu.

Čidlo se skládá z pláště čidla 8 odděleného vrstvou tmelu 2 jednak od referentní elektrody 1 a dále pak od izolačního těla pracovní elektrody 7, v němž je v podélné ose čidla vedena pracovní elektroda 4. Obě elektrody jsou jedním koncem napojeny na koaxiální kabel 10 a jejich druhý konec vystupuje do prostoru elektrolytu 6. Elektrolyt 6 je oddělen od vnějšího prostředí membránou 3, jež je připevněna k plášti čidla 8 prostřednictvím fixač-

ního prstence 11. Mezi membránou 3 a plášť čidla 8 je v prostoru elektrolytu 6 vložena fólie 2 s válcovým otvorem, který mezi pracovní elektrodou 4 a membránou 3 dává vznik ohraničenému prostoru 1.

Měřením okamžitého proudu v přesně nastavené době po začátku pulsu, kdy se již neuplatňuje nabíjecí proud dvojvrstvy a nedochází ještě k podstatnému snížení koncentrace kyslíku v ohraničeném prostoru 1 mezi membránou 3 a povrchem pracovní elektrody 4, se získají údaje sloužící k určení stanovované koncentrace kyslíku.

Vynález lze využít v provozních podmínkách ke stanovení kyslíku jednak rozpustěného v kapalinách, ale též obsaženého v plynných směsích.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

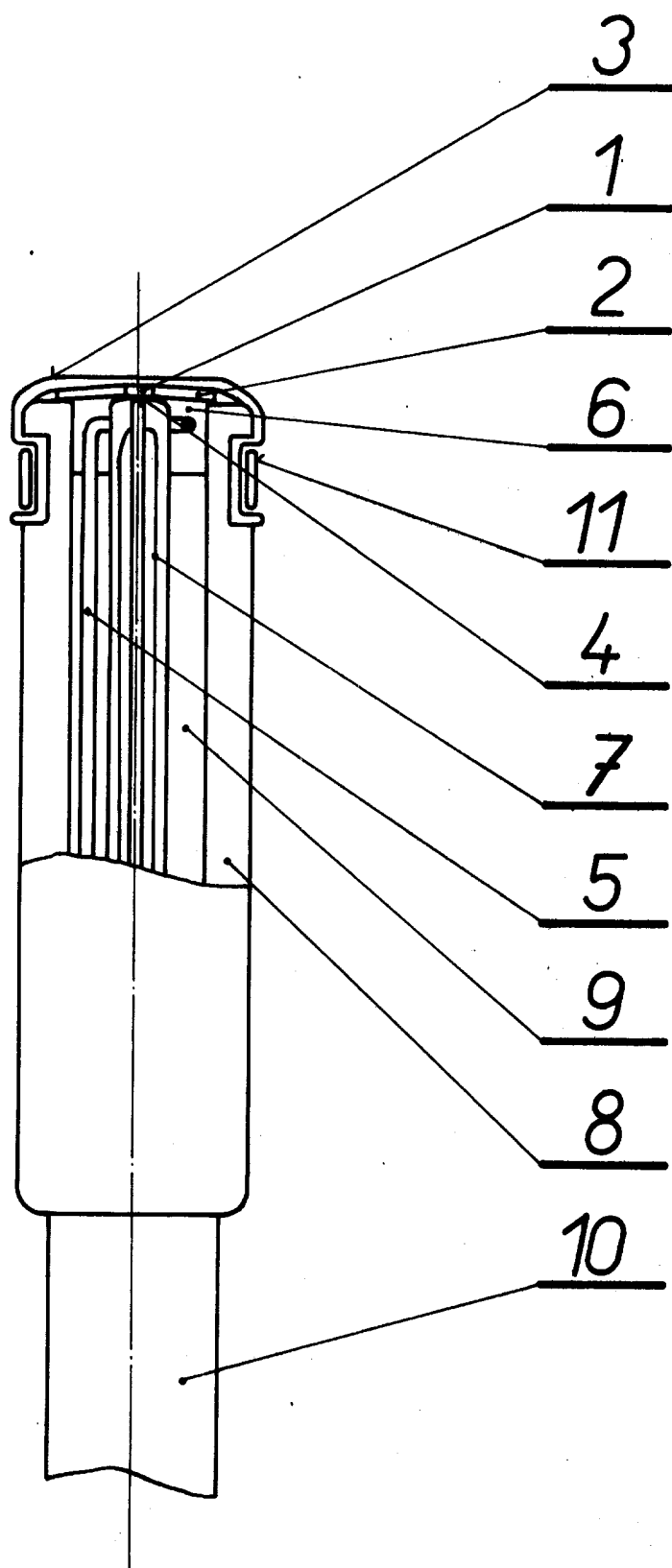
1. Způsob voltametrického stanovení kyslíku pomocí čidla, které obsahuje separační membránu a pracovní elektrodu, a dále pomocí vyhodnocovače signálu, vyznačený tím, že čidlo se polarizuje pravouhlými napěťovými pulsy, přičemž každý puls následuje až po obnovení koncentrace kyslíku v prostoru mezi separační membránou a povrchem pracovní elektrody.

2. Čidlo k provádění způsobem podle bodu 1, složené z pracovní elektrody, nepolarizované referenční elektrody, elektrolytu a separační membrány, vyznačené tím, že mezi membránou (3) a pracovní elektrodou (4) je vytvořen ohraničený prostor (1) vyplněný elektrolytem, například válcový, jehož plocha základny je v rozmezí jedné třetiny až desetinásobku plochy pracovní elektrody a výška je v rozmezí 1 až 500 μm .

3. Čidlo podle bodu 2, vyznačené tím, že ohraničený prostor (1) je vytvořen válcovým otvorem ve fólii (2), která je vložena mezi membránu (3) a pracovní elektrodu (4).

1 výkres

231026



Severografia, n. p., MOST

Cena 2,40 Kčs