



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

215 919

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 06 11 79
(21) PV 7545-79

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/48

(40) Zveřejněno 31 10 80
(45) Vydáno 01 10 84

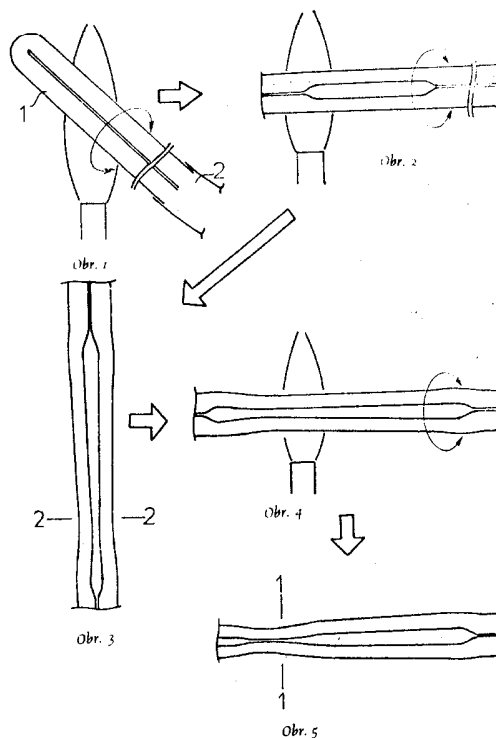
(75)
Autor vynálezu

NOVOTNÝ LADISLAV ing., PRAHA

(54) Způsob zhotovení podstatné části kapiláry, zejména pro polarografii

Předložený vynález se týká oblasti elektrochemie, zejména polarografické instrumentace. Popisuje způsob zhotovení podstatné části polarografické kapiláry, u níž je vnitřní průběžný otvor v dolní části rozšířen do tvaru dutiny kónicky se zužující směrem k ústí. Podstatou vynálezu je pracovní postup, při němž se výchází kapilára, připojená k zásobníku stlačeného inertního plynu o přetlaku mezi 1 kPa až 0,6 MPa na každých 100 mm délky kapiláry, rozfoukne do tvaru bubliny tak, že maximální vnitřní průměr rozfouknutí nepřesáhne 6 mm a bublina se pak kónicky vytáhne a ve zvoleném místě přelomí.

Vynález lze využít při zhotovení kapiláry pro elektrochemická, zejména však pro polarografická měření. Lze ho využít zejména v oblasti elektrochemie, elektroanalytických metod, bioelektrochemie, mezifázových měření, apod.



Vynález se týká způsobu zhotovování podstatné části kapiláry, vhodné zejména pro polarografické účely. Přesněji řečeno, vynález se týká způsobu rozšiřování části souosého průběžného otvoru v tělese kapiláry do tvaru hruškovité dutiny.

V posledních letech lze pozorovat neustále rostoucí zájem o přesná elektrochemická měření, mimo jiné o měření polarografická, jako jsou měření závislosti elektrický proud - elektrický potenciál, elektrický proud - čas, elektrický potenciál - čas a jiné. Klasickým polarografickým čidlem je rtuťová kapková elektroda, jejíž podstatou je kapilára, se které vytéká po kapkách rtuť. Vývoji reprodukovatelně a dlouhodobě fungujících kapilár byla zvláště v posledních letech věnována pozornost - viz např. práci I. Smolera (J. Electroanal. Chem. 51/1974/452) pojednávající o válcové skleněné, na spodním konci kónicky zúžené kapiláře. Způsob, jakým byly tyto kapiláry zhotovovány, spočíval v zahřátí skleněné kapiláry ve zvoleném místě s použitím plamene na teplotu měknutí skla, načež se vytážením docílilo zúžení a jeho přeříznutí vedlo ke konečnému tvaru kapiláry, zúžené v oblasti ústí. Jak však ukazují některé publikace (např. W.D.Cooke a spol.: Anal.Chem. 33/1961/1209), nevede tento postup vždy k vytvoření kónického tvaru průběžného otvoru kapiláry v těsné blízkosti ústí, popř. vzniká jeho použitím kóničnost nedostatečná. To má za následek zvýšení možnosti poruch, jako jsou nepravidelnosti v době tvorby kapky, vnikání roztoku do vnitřního prostoru kapiláry apod.

Jiný pokus o vytvoření dokonalejší kapiláry než je kapilára válcová popsal C.Barker (Anal.Chim.Acta 18/1958/118), který vyfukoval s použitím vzduchu ústí kapiláry do tvaru kuličky. Kapilára však nenalezla širší uplatnění především proto, že byl otvor v oblasti ústí otavený a průběžný otvor v těsné blízkosti ústí byl válcovitý. Kapilára vykazuje rovněž výše zmíněné poruchy, i když v porovnání s kapilárou válcovou může krátkodobě vykazovat menší rušivé elektrické šumové proudy.

Jeden z nejnovějších typů představuje kapilára podle L.Novotného a spol. (čs. autorské osvědčení č. 185 982). Aby se s jejím použitím vytvářely dostatečně stabilní a reprodukovatelné kapky, je třeba při zhotovení dodržet takový postup, který vede k požadovanému hruškovitému tvaru, splňujícímu potřebné geometrické poměry. Doposud byl v souvislosti s tímto typem kapiláry popsán způsob zhotovení, spočívající v umístění zahřáté výchozí cylindrické kapiláry do předem připravené formy, v níž je provedeno vyfouknutí do konečného tvaru. Tento způsob je možno s úspěchem použít především pro kapiláry, u nichž je spodní hruškovité rozšíření široké (např. 5mm) a tenkostěnné. Při zhotovování silnostěnných a málo rozšířených kapilár, u kterých činí nejširší hodnota vnitřního průměru např. 0,3 až 0,5 mm dochází často k tvorbě rozšířených dutin, které z hlediska funkce obvykle nesplňují potřebné geometrické poměry. Tak např. je pro použití kapiláry pro polarografické účely zpravidla třeba, aby byla směrem k ústí se svažující část rozšíření větší než 0,7-násobek celkové délky rozšířené bubliny.

Existují rovněž případy, kdy dochází k pozvolnému chemickému rozpouštění nečistot na vnějším povrchu kapiláry, které zde ulpěly v důsledku styku zahřáté kapiláry s formou. Dochází tak k nežádoucímu znečišťování měřeného roztoku.

Ukázalo se proto jako účelné a výhodné, aby byl vytvořen způsob zhotovování uvedeného

typu kapiláry, který by neměl výše zmíněné nedostatky. Byl hledán postup, který by byl použitelný při zhotovování kapilár o nejrůznějších parametrech.

Jde o to, aby postup zaručoval maximální účinnost co do kvality funkce vyrobených kapilár, tzn. aby zaručoval minimální zmetkovitost. Současně je z výrobního hlediska žádoucí, aby šlo o řadu jednoduchých operací, které lze popř. strojově urychlit.

Uvedený cíl je splněn způsobem zhotovení podle tohoto vynálezu týkajícího se zhotovení podstatné části kapiláry zejména pro polarografii, která má tvar alespoň zčásti zablesné dutiny, jejíž směrem k ústí se zužující část je s výhodou tvořena několika, např. dvěma kónusy o různých kóničnostech, přičemž je dutina vytvořena rozfukováním výchozí kapiláry a následujícím tažením vzniklé bubliny. Podstatou vynálezu je pracovní postup, u něhož se při rozfukování nachází výchozí kapilára mimo formu a je jedním koncem připojena k zásobníku stlačeného plynu, chemicky netečného vůči materiálu kapiláry, přičemž je přetlak plynu vůči okolí - v závislosti na délce připojené kapiláry - v rozmezí 1 kPa až 0,6 MPa na každých 100 mm délky kapiláry a kde dále vnitřní průměr rozfouknuté části kapiláry nepřesahuje 6 mm, následující kónické vytážení bubliny je provedeno na úseku 1 mm až 100 mm a konečného tvaru se docílí přelomením kapiláry ve zvoleném místě kónického úseku.

Postupem podle vynálezu je možno zhotovovat poměrně rychle a jednoduše jak kapiláry tenkostěnné s široce rozšířeným průběžným otvorem, např. o vnitřním průměru 5 mm v nejširším místě, tak kapiláry silnostěnné s malými vnitřními průměry. Je tedy možno zhotovovat kapiláry s různými parametry a tak mít možnost podle potřeby disponovat např. s kapkovými rtuťovými elektrodami, které mají velmi rozdílné doby kapání (např. 1 až 100 s) a různé průtokové rychlosti.

Pracovní postup podle tohoto vynálezu dále umožňuje zhotovení kapiláry bez nebezpečí jejího povrchového znečištění jakožto důsledku prováděných operací, čímž se tento postup podstatně odlišuje od zhotovení kapiláry s použitím formy.

Podstatná je rovněž skutečnost, že lze při dodržení popsaného postupu minimalizovat zmetkovitost kapilár, neboť je možno vytváření požadovaného tvaru a geometrických parametrů průběžně ovlivňovat, např. změnou intenzity zahřívání, změnou místa ohřevu a podobně, což je v případě použití vyfukování do forem obtížné. U forem je nutno počítat s jejich značnou tepelnou kapacitou, která je příčinou jednak nebezpečí vzniku polotovárů o nestojnoměrné síle stěny, jednak prodlužuje dobu trvání celé operace. Kromě toho se v praxi ukazuje, že pracovní postup podle tohoto vynálezu lze do značné míry mechanizovat např. použitím vhodně upraveného soustruhu, vybaveného sklářským kahanem.

Omezení ve velikosti používaného přetlaku chemicky netečného plynu, které je v předmětu vynálezu uvedeno, je způsobeno vysokým nebezpečím tvorby povrchových trhlin při vysokých přetlácích, obecně vyšších než asi 0,6 MPa/100 mm délky a naopak nebezpečím zatavení (uzavření průchodnosti) kapiláry při přetlaku pod asi 0,001 MPa/100 mm. Přetlak 0,6 MPa/100 mm je však vhodný pouze ojediněle, obvykle se pracuje při přetlácích řádově setin MPa. Omezení v délce rozfouknutí válcové kapiláry v rozmezí 1 až 100 mm je při běžně používaných délkách kapilár důsledek kompromisu mezi malým hydrodynamickým a elektrickým odporem výsledné kapiláry na jedné straně - v případě dlouhých rozšíření - a vyšší reprodukovatel-

nosti kapky na straně druhé - při krátkých rozšířeních. Délky rozšíření kratší než asi 1 mm vedou však ke zhoršení reprodukovatelnosti funkce kapiláry.

Na obrázcích 1 až 5 je ilustrován postup podle vynálezu, který bude detailně popsán v následujícím příkladu.

P ř í k l a d

Válcovitá skleněná kapilára 1 (obr. 1) ze skla SIMAX vnitřního průměru 0,05 mm, vnějšího průměru 5 mm a délky 200 mm se jedním koncem připojí k zásobníku 2 stlačeného dusíku, jehož přetlak je vůči okolí 0,03 MPa, načež se na úseku délky asi 35 mm vyfoukne za podélné rotace (která se děje např. střídavě doprava a doleva) a při zahřívání v plameni laboratorního plynového kahanu podélná bublina tak, že je její spodní konec vzdálen asi 20 mm od ústí válcové kapiláry. Bublina je pak po zrušení přetlaku přiváděného plynu za pokračujícího postupného zahřívání a rotace počínaje dolním koncem, na úseku asi 2/3 své celkové délky kónicky zúžena (obr. 2 a 3), takže alespoň její část získá žádoucí hruškovitý tvar. Poté je kapilára na krátkém úseku (např. 15 mm) kónické části zahřáta do plastického stavu (obr. 4) za použití nepatrné síly vytažena (obr. 5) a ve zvoleném místě 1 - 1 uříznuta. Poněkud horší funkční vlastnosti má kapilára vytvořená postupem podle obr. 1 až 3 a následujícím uříznutím ve zvoleném místě 2 - 2.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob zhotovení podstatné části kapiláry zejména pro polarografii, která má tvar alespoň zčásti zaoblené dutiny, jejíž směrem k ústí se zužující část je s výhodou tvořena několika, např. dvěma, kónusy o různých kóničnostech, přičemž je dutina vytvořena rozfukováním výchozí kapiláry a následujícím tažením vzniklé bubliny, vyznačující se tím, že se při rozfukování nachází výchozí kapilára mimo formu a je jedním koncem připojena k zásobníku stlačeného plynu, chemicky netečného vůči materiálu kapiláry, přičemž je přetlak plynu vůči okolí, v závislosti na délce připojené kapiláry, v rozmezí 1 kPa až 0,6 MPa na každých 100 mm délky kapiláry, a kde dále vnitřní průměr rozfouknuté části kapiláry nepřesahuje 6 mm, následující kónické vytažení bubliny je provedeno na úseku 1 až 1000 mm a konečného tvaru se docílí přelomením kapiláry ve zvoleném místě kónického úseku.

