



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

254677

(11)

(B1)

[51] Int. Cl.⁴
G 01 N 27/42

(22) Prihlásené 17 07 85

(21) {PV 5299-85}

(40) Zverejnené 11 06 87

(45) Vydané 15 11 88

(75)

Autor vynálezu

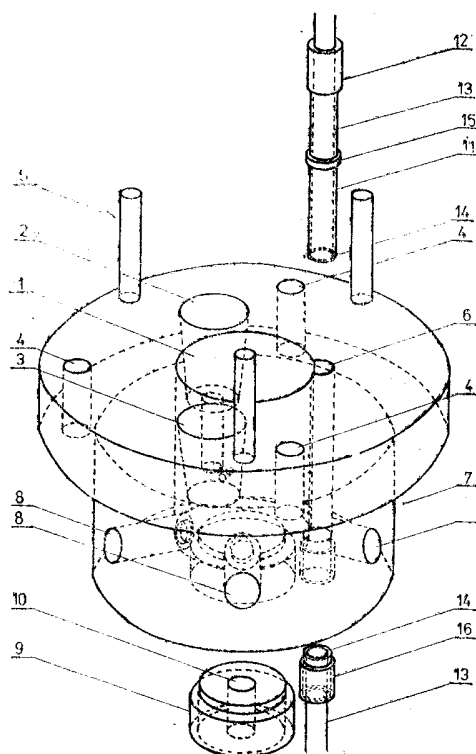
MOCÁK JÁN doc. ing. CSc., BRATISLAVA, NÉMETH MICHAL ing.,
DUNAJSKÁ STREDA

(54) Spektrocoulometrická makrocela

1

Riešenie sa týka spektrocoulometrickej makrocely. Podstatou riešenia je, že jadro je opatrené otvorom valcového tvaru, ktorý prebieha pozdĺž priestoru pracovnej elektródy, s ktorým je vo vrchnej časti spojený a v spodnej časti ústi vedľa dna, ktoré je závitom spojené s jadrom a opatrené otvorom pre trojcestný kohút pre prívod inertného plynu do analyzovaného roztoku a jeho vypúšťanie, pričom v otvore je umiestnená optická sonda, pozostávajúca z prívodnej časti, ktorá je opatrená dištančnými krúžkami, a spodnej časti, pričom obidve časti sú tvorené teflónovým valcom ukončeným šošovkou, v ktorom je uložený svetlovodivý kábel.

2



Vynález sa týka spektrocoulometrickej makrocely, ktorá umožňuje sledovať elektrodové absorpčné spektrum elektrolyzovaného roztoku počas elektrolýzy i po jej prerušení alebo skončení.

Potenciostatická coulometrie je zaužívaná analytická metóda, ktorá sa aplikuje pri stanovení látok i pri riešení mechanizmu, kinetiky a rovnováh chemických reakcií. Umožňuje však experimentálne sledovať len elektroaktívne látky, t. j. pôvodnú elektrolyzovanú látku a jej prípadné elektroaktívne medziprodukty. Má výhradne charakter kvantitatívnej metódy, na kvalitatívne dôkazy sa nehodí. Sledovanie optických charakteristík elektrolyzovaného roztoku, transmitancie alebo absorpcie, odstraňuje spomenuté nevýhody a poskytuje ďalšiu možnosť štúdia analyzovaného roztoku vrátane identifikácie absorbujúcich medziproduktov, prípadne produktov. Preto sa vyvinuli techniky využívajúce nútený obeh elektrolyzovaného roztoku cez spektrofotometrickú kyvetu pomocou čerpadla. Ich nevýhodou je máľvy objem roztoku cirkulujúceho mimo elektrolýzer. Navyše obmedzená rýchlosť transportu roztoku z elektrolýzeru do kyvety limituje ich použitie len na štúdium pomalých chemických reakcií. Tieto nedostatky sa neprejavujú v prípade, ak sa elektrolýza vykonáva priamo v kyvetovom priestore spektrofotometra. Požiadavky na coulometrickú nádobku z hľadiska optického sledovania však zapríčiňujú zlú geometriu nádobky z hľadiska efektívnosti elektrolýzy. Elektrolýza môže prebiehať len pomaly a štúdium chemických reakcií v tomto prípade je obmedzené jej pomalosťou. Inú možnosť poskytuje umiestnenie spektroeлектроchemickej cely do kyvetového priestoru spektrofotometra. V tomto prípade elektrolýza prebieha len vo veľmi tenkej difúznej vrstve pri elektróde a efektívnu optickú dráhu tvorí hrúbka difúznej vrstvy, resp. zrovnateľne tenkej reakčnej vrstvy. To spôsobuje, že využitie spektroeлектроchemickej cely je obmedzené len na prípad látok s vysokým mólovým absorpčným koeficientom.

Uvedené nedostatky sú odstránené spektrocoulometrickou makrocelou pozostávajúcou z hlavice, jadra, plašťa a dna, ktorej podstatou je, že jadro je opatrené otvorom valcového tvaru, ktorý prebieha pozdĺž priestoru pracovnej elektródy, s ktorým je vo vrchnej časti spojený a v spodnej časti ústí vedľa dna, ktoré je závitom spojené s jadrom a opatrené otvorom pre trojcestný kohút pre prívod inertného plynu do analyzovaného roztoku a jeho vypúšťanie, pričom v otvore je umiestnená optická sonda, pozostávajúca z prívodnej časti, ktorá je opatrená dištančnými krúžkami na spodnej časti, pričom obidve časti sú tvorené teflonovým valcom ukončeným šošovkou, v ktorom je uložený svetlovodivý kábel.

Výhodou spektrocoulometrickej makrocely podľa vynálezu je, že umožňuje súčasné

snímanie niekoľkých charakteristík skúmaného roztoku, a to elektrolýtického prúdu a transmitancie, respektíve absorpcie pri viacerých vlnových dĺžkach. Využitelný rozsah vlnových dĺžok závisí od použitých svetlovodivých vlákien, pri použití kremenných svetlovodov je 300 až 800 nm. Aplikácia cely umožňuje viacrozmerný pohľad na reakčný systém a získaná informácia o systéme má vysokú obsažnosť. V prípade, ak sa so skúmanou látkou elektrolyzuje aj interferujúca látka, sledovanie transmitancie alebo absorpcie skúmanej látky alebo jej elektrolýtického produktu pri vhodne vybranej vlnovej dĺžke umožňuje jej selektívne stanovenie. Na rozdiel od coulometrie, spektrocoulometrickú techniku možno použiť aj na priamu identifikáciu medziproduktov, resp. produktov chemických reakcií spriahnutých s elektrodovým procesom, najlepšie snímaním celého absorpčného spektra v spojení spektrocoulometrickej cely s rýchloskenujúcim spektrometrom. V porovnaní so známymi spektroeлектроchemickými technikami je spektrocoulometrický spôsob univerzálnejší, keďže experiment nie je obmedzený len na látky s vysokým kólovým absorpčným koeficientom. Ak sa elektrolyza preruší, možno pomocou optickej sondy ďalej sledovať prebiehajúce chemické reakcie, a čo je zvlášť výhodné, na matematické riešenie reagujúcich systémov možno použiť publikovaný aparát chemickej kinetiky.

Na priloženom výkrese je axonometricky znázornené jadro s dnom a s optickou sondou.

Jadro spektrocoulometrickej makrocely je opatrené otvorom 6 valcového tvaru, ktorý je spojený s priestorom 1 pracovnej elektródy a ústí vedľa dna 9, ktoré je závitom spojené s jadrom a je opatrené otvorom 10 pre prívod inertného plynu do analyzovaného roztoku a vypúšťanie. V otvore 6 je uložená optická sonda pozostávajúca z prívodnej časti 11, tvorenej svetlovodivým káblom 13, opatreným dištančnými krúžkami 15 a rozšírenou časťou 12. Druhá časť 16 optickej sondy pozostáva z teflonového valca ukončeného šošovkou 14, v ktorom je uložený svetlovodivý kábel 13. Jadro spektrocoulometrickej makrocely je opatrené otvorom 2 pre soľný mostík referenčnej elektródy, ktorý je od priestoru 1 pracovnej elektródy oddelený poréznym uhlíkom, otvorom 3 pre prívod inertného plynu nad elektrolyzovaný roztok a otvormi 4 pre prívod inertného plynu do priestoru 7 pomocnej elektródy, pričom tieto otvory sú vytvorené rovnobežne s priestorom 1 pracovnej elektródy. Kolmo na priestor 1 pracovnej elektródy sú vytvorené otvory 8 pre spojenie priestoru 1 pracovnej elektródy a priestoru 7 pomocnej elektródy. Hlavica je na jadro upevnená pomocou príchytých skrutiek 5.

Pozdĺž priestoru 1 pracovnej elektródy je vytvorený otvor valcového tvaru 6 spojený

s pracovným priestorom a ústiaci vedľa dna **9** cely, ktorý slúži na vsunutie prívodnej časti **11** optickej sondy. Hĺbka zasunutia sa reguluje pomocou teflónových distančných krúžkov **15**. Bez nich sa sonda zasunie až po rozšírenú časť **12**, čím sa definuje optická dráha v roztoku na 5 mm. Kombináciou vhodných distančných krúžkov **15**, ktoré sú vyrobené s výškou 1, 2, 5, 10 a 20 mm možno regulovať dĺžku optickej dráhy v rozsahu 5 až 30 mm. Krúžky vždy dosadnú až po rozšírenú časť **12** sondy. Prívodnou čas-

tou **11** sondy sa privedie spektrálny signál do skúmaného roztoku. Prívodná časť **11** sondy je tvorená teflónovým valcom ukončeným šošovkou **14**, v ktorom je uzavretý svetlovodivý kábel **13** pripojený na spektrofotometer. Optický signál sa po prechode roztokom privádza späť do spektrofotometra pomocou spodnej časti **16** optickej sondy tvorenej svetlovodivým káblom **13** uzavretým do teflónového skrutkovateľného valčeka, taktiež ukončeného šošovkou **14**.

PREDMET VYNÁLEZU

Spektrocoulometrická makrocela pozostávajúca z hlavice, jadra, plášťa a dna, vyznačujúca sa tým, že jadro je opatrené otvorom (6) valcového tvaru, ktorý prebieha pozdĺž priestoru (1) pracovnej elektródy, s ktorým je vo vrchnej časti spojený a v spodnej časti ústi vedľa dna (9), ktoré je závitom spojené s jadrom a opatrené otvorom (10) pre trojcestný kohút pre prívod inertného ply-

nu do analyzovaného roztoku a jeho vypúšťanie, pričom v otvore (6) je umiestnená optická sonda, pozostávajúca z prívodnej časti (11), ktorá je opatrená dištančnými krúžkami (15) a spodnej časti (16), pričom obidve časti sú tvorené teflónovým valcom ukončeným šošovkou (14), v ktorom je uložený svetlovodivý kábel (13).

1 list výkresov

254677

