



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203384

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 18 05 79
/21/ /PV 3443-79/

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/34

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)

Autor vynálezu

TENYGL JIŘÍ ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob ochrany rtuťové kapkové elektrody a zařízení k provádění tohoto způsobu

1

Vynález se týká způsobu ochrany rtuťové kapkové elektrody a zařízení k provádění tohoto způsobu. Lze jej použít při laboratorních měřeních a dále při dlouhotrvajících měřeních koncentrace látek v technických roztocích, odpadních vodách a podobně.

Rtuťová kapková elektroda používaná při polarografických měřeních je tvořena skleněnou kapilárou o vnitřním průměru 0,05 až 0,2 mm, kterou vykapává rtuť do měřeného roztoku. Polarografická měření se provádějí na čerstvém povrchu kapky rtuti, dokonale regenerovaném při každém odtržení kapky. Podmínkou pro získání reprodukovatelných výsledků je, aby průtoková rychlost rtuťové kapilárou byla konstantní a kapky se vytvářely pravidelně a reprodukovatelně. K poruchám správné činnosti kapiláry dochází hlavně v případech, kdy do ústí kapiláry vzlíná měřený roztok, který způsobuje nepravidelné odkapávání a ucpávání kapiláry. Dalším zdrojem poruch jsou i nečistoty a bublinky plynu, které se zachycují na vnějších stranách povrchu kapiláry v blízkosti jejího ústí.

K eliminaci těchto jevů byly navrženy kapiláry s rozšířeným ústím, pokryté vrstvou silikonu nebo jiné hydrofobní látky nebo zhotovené z polyethylenu nebo polytetrafluorethylenu. Vztlínání roztoku se takto sice sníží, ale zcela neodstraní. K řízení doby kapky se používají zařízení, která úderem kladívka na kapiláru, tlakem plynu nebo pohybem raménka pod ústím kapiláry způsobují odtržení kapky v pravidelných intervalech. Tato zařízení však nezabraňují usazování nečistot v ústí kapiláry.

Tyto nedostatky jsou odstraněny způsobem ochrany rtuťové kapkové elektrody podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že do prostoru mezi ústím kapiláry a měřeným roztokem se umístí vrstva ochranné kapaliny nemísitelné s vodou, kterou rtuť prokapává do měřeného roztoku.

Způsob vynálezu lze provádět v zařízení, sestávajícím z vlastního tělesa, opatřeného otvorem pro vložení kapiláry rtuťové kapkové elektrody a otočného ramene s motorem pro jeho pohyb, jehož podstata spočívá v tom, že vlastní těleso je opatřeno kanálkem pro přívod

ochranné kapaliny a kanálkem s komůrkou pro odvod ochranné kapaliny, přičemž mezi ústí kapiláry a měřeným roztokem je vytvořen prostor pro vrstvu ochranné kapaliny, do které ústí kanálek přívodu ochranné kapaliny. Otočné rameno je dále opatřeno vysílačem polohy otočného ramene a je v jedné poloze v těsném styku s prostorem pro vrstvu ochranné kapaliny.

Výhodou způsobu a zařízení podle vynálezu je, že ochranná kapalina nemísitelná s vodou odděluje ústí kapiláry od měřeného roztoku a brání tak jeho vztlínání a ucpávání tenké kapilární trubice. Nemůže rovněž docházet k usazování nečistot na vnějších stěnách kapiláry.

Jako ochrannou kapalinu lze použít látku nemísitelnou s vodou, jejíž hustota je nižší nebo vyšší, než je hustota měřeného roztoku. Ochranné kapaliny s nižší hustotou se používá v klasickém uspořádání, kdy kapilára je umístěna svisle dolů a když rtuťové kapky odkapávají vlivem gravitační síly. Tento případ je nejčastější a je universálně použitelný. Lze však použít i kapiláry, kdy rtuť stoupá kapilárou svisle vzhůru a kapky jsou odstraňovány mechanicky například poklepením na kapiláru nebo pohybem raménka, jak je popsáno dále. Lze tak vytvořit rtuťové kapky s velkým povrchem, které poskytují vyšší a lépe registrovatelný proud elektrolýzy.

Jako ochrannou kapalinu o nižší hustotě než měřený roztok lze použít parafinový a silikonový olej, aromatické nebo alifatické uhlovodíky, jako je benzen a jeho deriváty, toluen, xylén a jeho deriváty, kapalně alifatické uhlovodíky nebo jejich směsi, jako je petrolej, motorová nafta, vyšší alkoholy a další s vodou nemísitelné kapaliny.

Jako ochrannou kapalinu o vyšší hustotě lze použít chlorované a jinak substituované uhlovodíky, například tetrachlormethan, trichlorethylen a další.

Lze použít i směsi uvedených látek. Do ochranné kapaliny lze dále přidat vysokomolekulární a povrchově aktivní látky, potlačující maxima prvního a druhého druhu, jako je například karboxymethylcelulosa, ethylenoxid a další látky, které potlačují maxima i při jejich velmi nízkých koncentracích.

Pokud je ochranná kapalina málo rozpustná ve vodě, jsou její ztráty malé a jedna náplň vydrží po několik desítek hodin. V praxi je však výhodné, když je ochranná kapalina přiváděna do prostoru pro vrstvu ochranné kapaliny kontinuálně nebo periodicky rychlostí 0,01 ml/h nebo vyšší. Tím se doplňují ztráty ochranné kapaliny a její přebytek přetéká přes hrany vlastního tělesa při její nižší hustotě, nebo je odstraňován mechanicky při její vyšší hustotě. Současně s ní jsou odstraňovány i usazené mechanické nečistoty, kaly i plynové bubliny.

Další výhodou způsobu podle vynálezu je, že je možno použít běžně dostupné a velmi spolehlivé skleněné kapiláry i k měření v silně korozivních roztocích kyseliny fluorovodíkové nebo okyselených alkalických fluoridů.

Metodu podle vynálezu lze provádět v zařízení, které je znázorněno na výkresu. Sestává z vlastního tělesa 1 rtuťové kapkové elektrody 9, ponořené do měřeného roztoku 11 a zhotoveného z chemicky odolné plastické hmoty, které je opatřeno otvorem 12 pro vložení kapiláry 4, kanálkem 5 pro přívod ochranné kapaliny, prostorem 8 pro vrstvu ochranné kapaliny a kanálkem 6 s komůrkou 7 pro odvod ochranné kapaliny. Součástí zařízení je dále otočné rameno 10, které je spojeno s motorkem 2 nebo elektromagnetem a vysílačem 3 polohy ramene 10. Rameno 10 dosedá na prostor 8 pro vrstvu ochranné kapaliny a otáčí se nebo kývá. Pohybem ramena 10 se řídí doba kapky, odstraňují se bubliny a nečistoty z vrstvy ochranné kapaliny a současně se i stírá přebytek ochranné kapaliny a udržuje se tím její konstantní tloušťka. Pohybem ramene 10 dochází dále k míchání roztoku a proud elektrolýzy na kapkové elektrodě 9 není ovlivněn nepravidelným pohybem roztoku, způsobeným změnami teploty a průtokem elektrolytu kolem rtuťové kapkové elektrody 9. Jako vysílače 3 polohy ramene 10 lze použít například soustavy mikrospínačů, ovládaných vačkami. Vysílač 3 polohy ramene 10 slouží k řízení pomocných obvodů, které mohou být ke rtuťové kapkové elektrodě 9 připojeny a které slouží například ke zkratování měřicího systému v okamžiku odtržení kapky, k polarizaci rtuťové kapkové elektrody 9 jedním nebo několika elektrickými pulsy před vlastním měřením, k zapnutí registrace a k řadě dalších funkcí. Ochranná kapalina se zachycuje v komůrce 7, z níž je odváděna kanálkem 6 pro odvod ochranné kapaliny.

Vynález je dále dokumentován na příkladu provedení, aniž se tím jakkoliv omezuje.

Ve vlastním tělese 1 rtuťové kapkové elektrody 9, ponořené do měřeného roztoku 11 odpadní vody, byl vyvrtán kanálek 5, který ústí do prostoru mezi ústím kapiláry 4 a měřeným roztokem 11. Kanálkem 5 byl kontinuálně přiváděn silikonový olej rychlostí 0,02 ml/h, jeho přebytek

pak přetékal přes hrany vlastního tělesa 1 kapkové elektrody 9 a shromažďoval se v komůrce 7, odkud byl kanálkem 6 odváděn do odpadu. Během vlastního měření koncentrace dusičnanových iontů v roztoku 11 odpadní vody nedocházelo k ucpávání ústí kapiláry 4 nečistotami, přítomnými v měřeném roztoku 11 odpadní vody.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob ochrany rtuťové kapkové elektrody před usazováním nečistot, vztlínáním roztoku do ústí kapiláry a jejím ucpáváním, vyznačený tím, že do prostoru vytvořeného mezi ústím kapiláry a měřeným roztokem se umístí vrstva ochranné kapaliny nemísitelné s vodou, kterou rtuť prokapává do měřeného roztoku.

2. Zařízení pro provádění způsobu podle bodu 1, sestávající z vlastního tělesa, opatřeného otvorem pro vložení kapiláry rtuťové kapkové elektrody a otočného ramene, s motorem pro jeho pohyb, vyznačené tím, že vlastní těleso /1/ je opatřeno kanálkem /5/ pro přívod ochranné kapaliny a kanálkem /6/ s komůrkou /7/ pro odvod ochranné kapaliny, přičemž mezi ústím kapiláry /4/ a měřeným roztokem /11/ je vytvořen prostor /8/ pro vrstvu ochranné kapaliny, do kterého ústí kanálek /5/ přívodu ochranné kapaliny.

3. Zařízení podle bodu 2, vyznačené tím, že otočné rameno /10/ je opatřeno vysílačem /3/ polohy otočného ramene /10/ a je v jedné poloze v těsném styku s prostorem /8/ pro vrstvu ochranné kapaliny.

1 list výkresů

