



УКРАЇНА

(19) UA (11) 54945 (13) U
(51) МПК (2009)
G01N 27/42

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) КУЛОНОМЕТРИЧНИЙ ГАЗОВИЙ ДЕТЕКТОР

1

(21) u201007540

(22) 16.06.2010

(24) 25.11.2010

(46) 25.11.2010, Бюл. № 22, 2010 р.

(72) КРИЧМАР САВА ЙОСИПОВИЧ

(73) ХЕРСОНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧ-
НИЙ УНІВЕРСИТЕТ(57) Кулонометричний газовий детектор, який
складається з циліндричного корпусу, всередині

2

якого розташовані два нитковидних платинових електроди, сопло для вводу газу та бокового штуцера для вводу електроліту, в якому розташовані по ходу електроліту генераторні катод, анод і гідродинамічний дросель, який **відрізняється** тим, що між дроселем і соплом розташовано у вигляді дужки з платинового дроту індикаторний анод, а ниткові електроди ззовні сполучені та виконують функцію індикаторного катода.

Корисна модель може бути використана в газовому аналізі, зокрема у газовій хроматографії.

Відомо аналогічне рішення [А.с. СССР №177152 Электрохимический детектор//Кричмар С.И., Степаненко В.Е. Опубл. 01.12.1965. Бюл. № 24]. На поверхні пластини з органічного скла викарбовано спіральна канавка прямокутного перетину, у куту якого розташовано нитковидний електрод з платини (катод). В якості анода використовується платинова пластина, якою закрита канавка. Канавка з'єднується із змішувачем, в який подається електроліт (водяний розчин йодиду калію з домішкою йоду) та газ з хроматографічної колонки у співвідношенні приблизно 1/100. На електроди подається напруга постійного струму 0,1-0,3 В. Струм вимірюють наноамперметром, який реєструє. Пристрій реагує на присутність у газі домішок окисників та відновників. Присутність перших утворює підвищення сигналу і навпаки.

Недоліками є: 1) складність утворення робочого стану електроліту з заданою концентрацією йоду в електроліті, 2) утворення стабільного регулярного газорідного режиму, 3) складність виготовлення пристрою, 4) велика коштовність завдяки значному застосуванню платини.

Відомий газовий кулонометричний детектор [С.И. Кричмар. Усовершенствование конструкции кулонометрического детектора для газовой хроматографии и электролит для его использования//Журн. аналит. хим. Т.42. Вып.3.-1987.-С.549-553] (прототип). Він складається з циліндричного корпусу у вигляді скляного товстостінного капіляру з круглим або овальним перетином каналу, у яко-

му розташовано два однакових нитковидних платинових електроди (індикаторні катод і анод) та сопло для вводу газу, бокового штуцера для вводу електроліту, в якому розташовані послідовно генераторні катод, анод і гідродинамічний дросель. Присутність генераторних електродів, які підключені до гальваностату, дає можливість регулювати рівень концентрації йоду в електроліті, а таким чином і рівень сигналу фону. Електроліт - розбавлений водний розчин йодиду калію з домішкою нейтральної ПАР. При співвідношенні швидкостей електроліт-газ приблизно 1/100 вдається організувати регулярний режим просування пробок рідини ПАР та газу. Як і у аналогу прикладена до індикаторних електродів ЕРС викликає відновлення трийодиду на індикаторному катоді та одночасно його окиснення на аноді. Струм відновлення, а отже і корисний сигнал, пропорційні концентрації трийодиду і площині електродів.

Недоліком пристрою є відносно низька чутливість за рахунок малої робочої площі електродів (приблизно 0,1 см²). Другим недоліком є те, що стала часу є достатньо великою за рахунок обмеження швидкостей абсорбції та хімічних реакцій, які відбуваються на індикаторних катоді та аноді.

Задача корисної моделі - підвищити чутливість пристрою та зменшити сталу часу.

Зазначена задача досягається тим, що у кулонометричному газовому детекторі, який складається з циліндричного корпусу, всередині якого розташовані два нитковидних платинових електроди, сопло для вводу газу та бокового штуцера для вводу електроліту. В якому розташовані по

(13) U

(11) 54945

(19) UA

ходу електроліту генераторні катод, анод і гідродинамічний дросель, між дроселем і соплом розташовано у вигляді дужки з платинового дроту індикаторний анод, а ниткові електроди ззовні сполучені та виконують функцію індикаторного катода.

1) Розташування індикаторного аноду у вигляді дужки безпосередньо в електроліті біля виходу із сопла зменшує сталу часу, тому що електрохімічне окиснення трийодида локалізовано в маленькій ділянці робочого каналу, а не по всій його довжині, як у прототипа. Таким чином, сорбційні процеси на індикаторному аноді протікають значно швидше, ніж на індикаторному катоді, а стала часу зараз, головним чином, залежить від процесів на індикаторному катоді.

2) Обидва нитковидні електроди ззовні сполучені і виконують функцію індикаторного катода. Це збільшує сигнал вдвічі при збереженні решти розмірів нитковидних електродів та довжини сорбційного каналу.

Таким чином суттєвими ознаками корисної моделі є:

- 1) наявність п'ятого електроду;
- 2) місце його розташування;
- 3) використання його в якості індикаторного аноду;
- 4) використання другого нитковидного електроду в якості додаткового індикаторного катода.

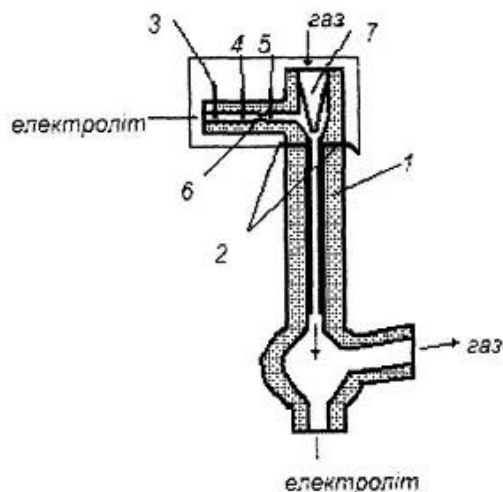
На Фіг.1 показана схема пристрою. 1 - скляний корпус у вигляді капілярної трубки із боковим штуцером. В ньому розташовані платинові нитковидні електроди 2, а в штуцері у вигляді дротиків платинові генераторні катод 3, анод 4 та індикаторний анод 5 у вигляді дужки, а також гідродинамічний дросель 6, 7 - скляне сопло для вводу газу.

Працюють з пристроєм таким чином. Електроди 3 і 4 підключають до гальваностату постійного струму, електроди 2 і 5 до потенціостату з можливістю контролювання та реєстрації постійного струму на рівні 10^{-7} - 10^{-10} А та напруги 0,1-0,3В. Крізь штуцер подають електроліт зі швидкістю 0,05-0,2мл/с. Електроліт - водний розчин йодиду калію з домішкою ПАР. За допомогою генераторних електродів в ньому утворюють певний надлишок йоду. Через сопло 7 просувається газ-проявник. Завдяки присутності в електроліті домішки ПАР в каналі просувається суміш з регулярним чергуванням зон рідини і газу. При цьому домішки відновників чи окисників, якщо вони присутні в газі, реагують з електролітом, зменшуючи чи збільшуючи концентрацію в ньому йоду. Останній електрохімічно відновлюється на електроді 2, змінюючи струм у ланцюзі реєстратора сигналу.

Приклад здійснення

Корпус і штуцер виконані з товстостінної капілярної трубки з внутрішнім діаметром 0,8мм. Генераторні електроди та індикаторний анод з платинового дроту діаметром 0,5мм довжиною 5мм. Індикаторний анод виконано у вигляді дужки із платинового дроту, яка охоплює вихідний кінець сопла. Індикаторні катоди 2 виконано з платинового дроту діаметром 0,05мм довжиною 200мм. Довжина внутрішнього каналу, де вони розташовані, складає 250мм. Електроліт - водний розчин йодиду калію 0,1моль/л з домішкою хімічно нейтральної ПАР 0,001%, газ-носієм-азот. Швидкість газу - 1мл/с, а електроліту - 0,01мл/с. Проба - 5,0мл повітря з домішкою сірководню. Чутливість пристрою за сірководнем - $5 \cdot 10^{-5}\%$ об.

Пристрій може бути використаний в газовому аналізі, зокрема у хроматографії при аналізі мікродомішок шкідливих речовин.



Фіг. 1