



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **101015**

(13) **C2**

(51) МПК

G01N 27/42 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: **а 2010 11091**

(22) Дата подання заявки: **15.09.2010**

(24) Дата, з якої є чинними
права на винахід: **25.02.2013**

(41) Публікація відомостей **26.03.2012, Бюл.№ 6**
про заяву:

(46) Публікація відомостей **25.02.2013, Бюл.№ 4**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

Кричмар Сава Йосипович (UA)

(73) Власник(и):

**ХЕРСОНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ,**

**Бериславське шосе, 24, м. Херсон, 73008
(UA)**

(56) Перелік документів, взятих до уваги
експертизою:

SU 1221575 A; 30.03.1986

SU 1138727 A; 07.02.1985

SU 1182374 A; 30.09.1985

SU 1052987 A; 07.11.1983

DE 3701727 A1; 04.08.1988

DE 4231960 A1; 31.03.1994

JP 56112642 A; 05.09.1981

UA 30396 U; 25.02.2008

Кричмар С.И., Дегтяренко А.В.

Кулонометрическое йод-йодидное

титрование в электродной ячейке //

Вопросы химии и химической технологии -
2003 - №1. - С.22-25.

Кричмар С.И., Безпальченко В.М., Мишекин

А.А. Йод-йодидное кулонометрическое

определение микроколичеств

редокспримесей с инъекционным вводом

пробы // Вісник ОНУ. - Том 10, випуск 1,

2005. - С.35-41.

(54) КУЛОНОМЕТРИЧНИЙ ДЕТЕКТОР

(57) Реферат:

Винахід належить до пристроїв для аналізу газів та рідин. Кулонометричний детектор складається з корпусу з циліндричним каналом, всередині якого міститься платиновий індикаторний катод, сопло для вводу газу, та бокового каналу для вводу електроліту, в якому розташовані по ходу електроліту генераторні катод, анод і гідродинамічний дросель. Між генераторним анодом та дроселем розташовано пристрій для вводу проби шприцом з мембраною, яка самоущільнюється, далі після дроселя - індикаторний анод з платинового дродика, а індикаторний катод з платинової фольги щільно притиснутий до стінки каналу. Винахід забезпечує підвищення чутливості та надійності роботи детектора.

UA 101015 C2

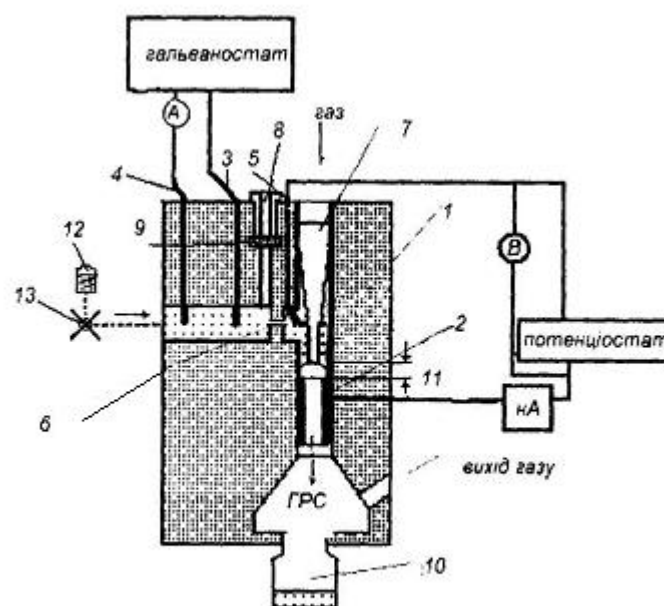


Fig. 1

Винахід належить до аналізу газів та рідин.

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 спіральну канавку прямокутного перерізу, у куті якої розташовано нитковидний електрод з платини (катод). Як анод використовується платинова пластина, якою закрита канавка. Канавка з'єднується із змішувачем, в який подається електроліт (водний розчин йодиду калію з домішкою йоду) та газ з хроматографічної колонки у співвідношенні приблизно 1/100. На електроди подається напруга постійного струму приблизно 0,1-0,3 В. Струм вимірюють наноамперметром, який реєструє. Пристрій реагує на присутність в газі домішок окисників та відновників. Присутність перших утворює підвищення сигналу і навпаки. Недоліками є: 1) складність утворення робочого стану електроліту із заданою концентрацією йоду, 2) утворення стабільного регулярного газорідного режиму, 3) складність виготовлення пристрою, 4) велика вартість пристрою (велика потреба платини).

Відомий кулонометричний детектор [Кричмар С.И. 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 корпусу у вигляді скляного товстостінного капіляра з круглим або овальним перерізом каналу, у якому розташовані 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 гальваностата, дає можливість регулювати рівень концентрації йоду в електроліті, а таким чином і рівень сигналу фону. Електроліт - слабкий водний розчин йодиду калію з домішкою нейтральної ПАВ. При співвідношенні швидкостей електроліт-газ приблизно 1/100 вдається організувати регулярний режим просування пробок рідини ПАВ та газу. Як і у аналозі прикладена до індикаторних електродів ЕРС викликає відновлення трийодиду на індикаторному катоді та одночасно його окиснення на аноді. Регенерація трийодиду дає можливість одержувати високу чутливість (посилення по струму). Однак одночасно з відновленням трийодиду відбувається відновлення йону Гідрогену. Це заважає можливості виділення корисного сигналу. Таким чином, недоліком є слабка чутливість.

Задача винаходу - підвищити чутливість та надійність роботи детектора та розширити можливості. Вона вирішується тим, що у відомому кулонометричному детекторі, який складається з корпусу з циліндричним каналом всередині якого міститься платиновий індикаторний катод, сопло для вводу газу, та бокового каналу для вводу електроліту, в якому розташовані по ходу електроліту генераторні катод, анод і гідродинамічний дросель. Між генераторним анодом та дроселем розташовано пристрій для вводу проби шприцом з мембраною, яка самоущільнюється, далі індикаторний анод з платинового дроселя, а індикаторний катод з платинової фольги щільно притиснутий до стінки каналу, при цьому між виходом сопла і індикаторним катодом є вільна ділянка каналу.

Пристрій для вводу проби шприцом дає можливість аналізувати рідину. Його розташування перед гідродинамічним дроселем зменшує вплив поштовху при введенні проби. В дослідженнях показано, що сигнал (електричний струм) залежить пропорційно поверхні індикаторного катода та зворотно пропорційно товщині плівки електроліту на його робочій поверхні. Розмір корисного сигналу залежить від рівня перешкод, які мінімальні, якщо дотримується регулярний пробковий режим (РПР) течі газорідної суміші. Індикаторний катод у вигляді трубочки з фольги, яка щільно притиснута до стінки каналу, забезпечує ламінарний рух рідинної плівки та має значно більшу поверхню, що дозволяє у порівнянні з прототипом збільшити чутливість. А також дозволяє збільшити співвідношення газ-рідина в режимі РПР, що теж підвищує чутливість. Розташування між виходом сопла і індикаторним катодом індикаторного анода та вільної ділянки забезпечує оптимальну швидкість сорбції з газу.

Таким чином суттєвими ознаками винаходу є: присутність пристрою для введення рідинної проби, його розташування, розташування та форма індикаторного катода, вигляд індикаторного анода, наявність вільної ділянки.

На кресленні показано пристрій та схема його підключення: 1 - корпус, 2-індикаторний катод, 3 та 4 - генераторні анод і катод, 5 - індикаторний анод, 6 - дросель, 7 - сопло, 8-пристрій для введення рідинних проб з мембраною, що самоущільнюється 9, 10 - збірник відпрацьованого електроліту, 11 - вільна ділянка каналу, 12 - ємність з електролітом, 13 - дросель, що регулює швидкість електроліту. Індикаторні електроди підключені послідовно через наноамперметр, що реєструє, до потенціостата, а генераторні - до гальваностата через прецизійний наноамперметр або через підсилювач та інтерфейс до комп'ютера. Електроліт, розчин йодиду калію, подають із швидкістю 0,1-0,005 см³/с, газ - 1-3 см³/с. Пробу газу вводять у газовий потік повітря чи азоту за

допомогою хроматографічного мірника безпосередньо або через хроматографічну колонку. Рідинну пробу вводять за допомогою пристрою 8 мікрошприцом.

Приклад здійснення.

Корпус виконано з органічного скла. Канал діаметром 3 мм ретельно відполірований, індикаторний катод з платинової фольги завтовшки 0,05 мм, площиною 150 мм² щільно притиснутий до стінки каналу. Генераторні електроди та індикаторний анод виконані з платинового дроту завтовшки 0,5 мм. Довжина дроселя 10 мм, діаметр 0,1 мм. Вільна ділянка каналу 1 мм. Для реєстрації сигналу пристрій підключено до полярографа з реєструючим наноамперметром. Для задання певного сигналу використовували джерело постійного струму з напругою 30 В, що регулюється опорним електричним опором в межах 1-30 МОм.

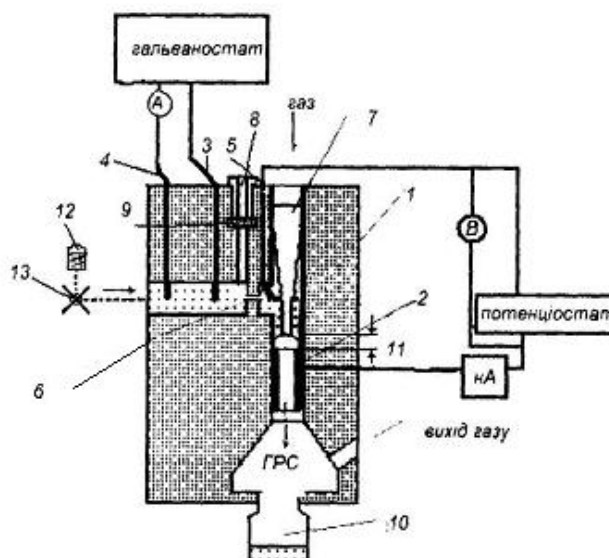
Проведення випробувань. 1) Аналіз діоксиду азоту у повітрі. Газ проявник - повітря, швидкість якого 1 см³/с. Електроліт-розчин з молярною концентрацією калій йодиду 0,05 моль/л, швидкість якого 0,005 см³/с. З проби 10 мл при концентрації 2,0·10⁻⁷% об. сигнал при значенні фону 10 дорівнював 17 поділкам стовідсоткової шкали при чутливості реєстратора 2,0·10⁻⁹ А/под.

2) Рідинну пробу - розчин з молярною концентрацією тіосульфату натрію 4·10⁻² моль/л об'ємом 10 мікролітрів, вводили мікрошприцом крізь пристрій 8. При цьому сигнал при значенні фону 10 дорівнював 8 поділкам стовідсоткової шкали при чутливості реєстратора 2,0·10⁻⁹

Винахід може бути використаний в аналізі рідини, зокрема у газовій хроматографії, а також може бути використаний у контролі стану повітря промислових зон.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Кулонометричний детектор, який складається з корпусу з циліндричним каналом, всередині якого міститься платиновий індикаторний катод, сопло для вводу газу, та бокового каналу для вводу електроліту, в якому розташовані по ходу електроліту генераторні катод, анод і гідродинамічний дросель, який **відрізняється** тим, що між генераторним анодом та дроселем розташовано пристрій для вводу проби шприцом з мембраною, яка самоущільнюється, далі після дроселя - індикаторний анод з платинового дротика, циліндричний індикаторний катод з платинової фольги щільно притиснутий до стінки каналу, при цьому між виходом сопла і індикаторним катодом є вільна вхідна ділянка каналу.



Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601