

Instytut Chemii UMCS
Zakład Chemii Analitycznej i Analizy Instrumentalnej
Kierownik: doc. dr hab. Kazimierz Sykut

Kazimierz SYKUT, Jadwiga SZCZERBIEC

Aparatura do zmiennoprądowych pomiarów polarograficznych

Аппаратура для полярографических измерений переменного тока

Apparatur für Wechselstrompolarographische Messungen

Polarografia zmiennoprądowa jest jedną z nowoczesnych technik polarograficznych, a jej wszechstronny rozwój, jaki dokonał się w ciągu minionych trzydziestu lat, sprawił, że stała się ona nie tylko cenioną metodą analityczną, cechującą się doskonałą rozdzielczością i wykrywalnością, ale również cennym narzędziem, umożliwiającym badanie przebiegu złożonych procesów elektrodowych.

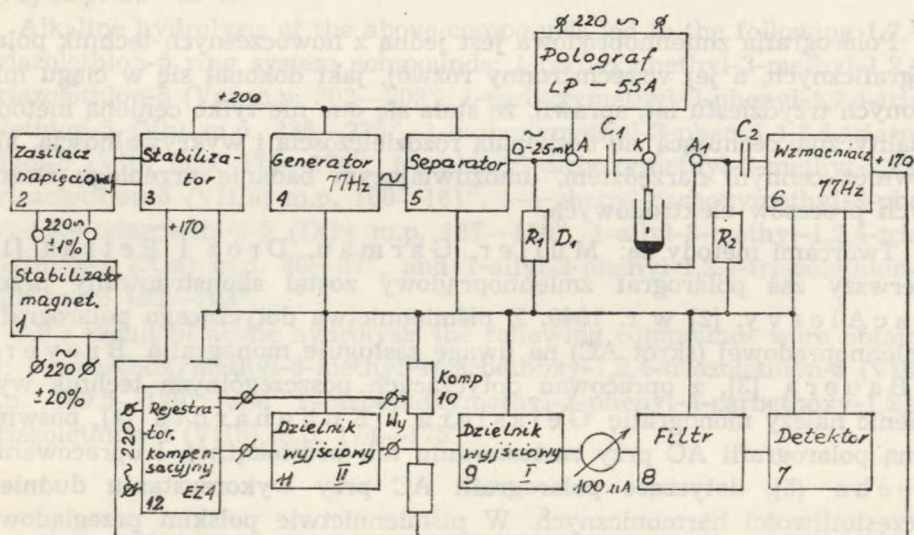
Twórcami metody są: Müller, Garman, Droz i Petras [1], pierwszy zaś polarograf zmiennoprądowy został skonstruowany przez MacAlevy [2] w r. 1940. Z piśmiennictwa dotyczącego polarografii zmiennoprądowej (skrót AC) na uwagę zasługuje monografia Breyera i Bauera [3], z opracowań dotyczących poszczególnych technik wymienić należy monografię Geisslera i Kuhnhardta [4], poświęconą polarografii AC przy zastosowaniu fali prostokątnej, i opracowanie Neeba [5], dotyczące polarografii AC przy wykorzystaniu dudnień i częstotliwości harmonicznych. W piśmiennictwie polskim przeglądowa praca Ziemy [6] przedstawia w zarysie problemy polarografii AC.

Mimo swoich ogromnych zalet polarografia AC nie weszła do powszechnego użytku laboratoryjnego ze względu na brak na rynku łatwo dostępnej aparatury. W wielu ośrodkach prowadzone były pomiary przy użyciu aparatury zestawianej z odpowiednich elementów bądź też były budowane prototypy aparatów [7]. W NRD, o ile mi wiadomo, opracowano dwa typy polarografów AC, a mianowicie GWP 563 oraz RPO 2, niestety nie weszły one do seryjnej produkcji. Ostatnio w WRLD został zbu-

dowany (licencyjny) polarograf AC OH 104, produkowana jest także przystawka zmiennoprądowa do polarografu OH 102. W Polsce został opracowany doskonały polarograf zmiennoprądowy fali prostokątnej PZP 69 [8], który ukaże się na rynku w niedalekiej przyszłości.

Sposobem zaspokajającym doraźne potrzeby badawcze w zakresie pomiarów zmiennoprądowych jest, moim zdaniem, budowa przystawki zmiennoprądowej, współpracującej ze starszymi typami polarografów, np. V-301, M-102, LP-55 ..., oraz rejestratorem kompensacyjnym.

Praca niniejsza zawiera pełny opis konstrukcji takiej przystawki w oparciu o elementy łatwo dostępne w handlu. Budowa jej może być zrealizowana w każdym ośrodku badawczym, gdyż nie wymaga użycia żadnej specjalnej aparatury poza generatorem częstotliwości akustycznych i oscylografem pomiarowym (korzystano z generatora PW-6 firmy Zopan oraz oscylografu OK-16 firmy Radiotechnika Wrocław). Wyniki pomiarów przedstawione w dalszej części pracy, a uzyskane przy użyciu opisanej aparatury, wskazują na jej poprawne działanie i przydatność do wykonywania zmiennoprądowych pomiarów polarograficznych i tensametrycznych.



Ryc. 1. Schemat blokowy przystawki i układ aparatury pomiarowej

Układ aparatury pomiarowej przedstawia ryc. 1. Napięcie sieciowe stabilizowane jest za pomocą stabilizatora magnetycznego (1) — ryc. 1. Zasilacz napięciowy (2) i stabilizator elektroniczny (3) dostarczają napięć żarzenia i stabilizowanego napięcia anodowego. Napięcie modulujące o przebiegu sinusoidalnym i częstotliwości 77 Hz otrzymywane jest za pomocą generatora RC (4) i doprowadzone jest do separatora (5). Z dziel-

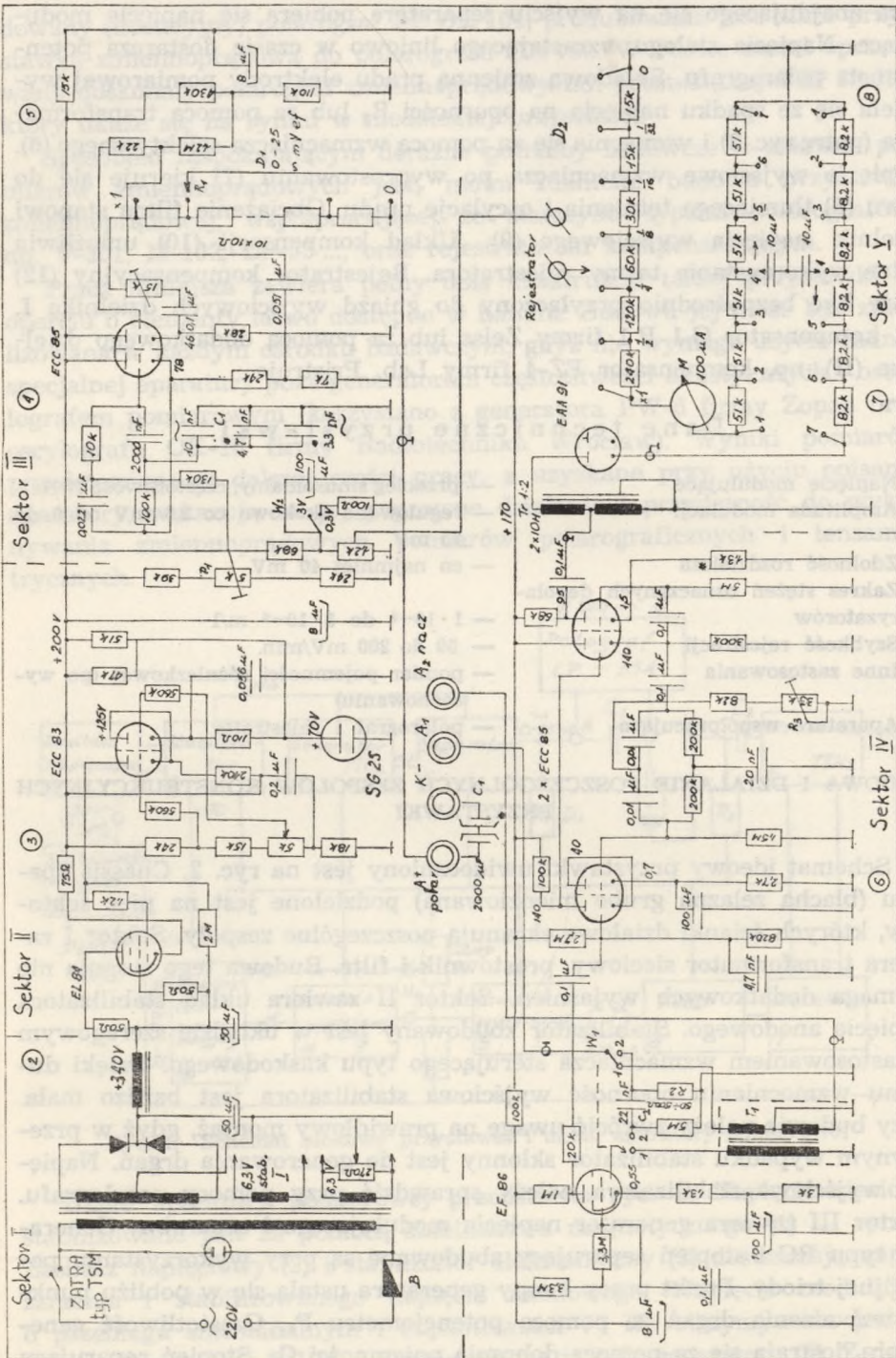
nika znajdującego się na wyjściu separatora pobiera się napięcie modulujące. Napięcia stałego wzrastającego liniowo w czasie dostarcza potencjometr polarografu. Składową zmienną prądu elektrody pomiarowej wydziela się ze spadku napięcia na oporności R_2 lub za pomocą transformatora (patrz ryc. 2) i wzmacnia się za pomocą wzmacniacza selektywnego (6). Napięcie wyjściowe wzmacniacza po wyprostowaniu (7) kieruje się do filtru (8) tłumiącego tętnienia i oscylacje prądu. Obciążenie filtru stanowi dzielnik napięcia wyjściowego (9). Układ kompensacji (10) umożliwia pełne wykorzystanie taśmy rejestratora. Rejestrator kompensacyjny (12) może być bezpośrednio przyłączony do gniazd wyjściowych dzielnika I, np. kompensator G 1 B 1 firmy Zeiss lub za pomocą dodatkowego dzielnika (II), np. kompensator EZ-4 firmy Lab. Pristroje.

Dane techniczne przystawki

1. Napięcie modulujące	— przebieg sinusoidalny, częstotliwość 77 Hz
2. Amplituda modulacji	— regulowana skokowo co 2,5 mV od 0 do 25 mV
3. Zdolność rozdzielcza	— co najmniej 40 mV
4. Zakres stężeń oznaczanych depolaryzatorów	— $1 \cdot 10^{-3}$ do $5 \cdot 10^{-6}$ m/l
5. Szybkość rejestracji	— 50 do 200 mV/min.
6. Inne zastosowania	— pomiar pojemności różniczkowej (po wycechowaniu)
7. Aparatura współpracująca	— polarograf i rejestrator

BUDOWA I DZIAŁANIE POSZCZEGÓLNYCH ZESPOŁÓW KONSTRUKCYJNYCH PRYZYSTAWKI

Schemat ideowy przystawki uwidoczniony jest na ryc. 2. Chassis aparatu (blacha żelazna grubo miedziowana) podzielone jest na pięć sektorów, których ścianki działowe ekranują poszczególne zespoły. Sektor I zawiera transformator sieciowy, prostownik i filtr. Budowa tego stopnia nie wymaga dodatkowych wyjaśnień. Sektor II zawiera układ stabilizatora napięcia anodowego. Stabilizator zbudowany jest w układzie szeregowym z zastosowaniem wzmacniacza sterującego typu kaskodowego. Dzięki dużemu wzmocnieniu oporność wyjściowa stabilizatora jest bardzo mała. Przy budowie należy zwrócić uwagę na prawidłowy montaż, gdyż w przeciwnym wypadku stabilizator skłonny jest do generowania drgań. Napięcie wyjściowe stabilizatora należy sprawdzić przy pomocy oscylografu. Sektor III zawiera generator napięcia modulującego i separator. Generator typu RC i stopień separujący zbudowane są przy wykorzystaniu podwójnej triody. Punkt pracy lampy generatora ustala się w pobliżu punktu wzbudzenia drgań za pomocą potencjometru P_1 . Częstotliwość generatora dostraja się za pomocą dobrania pojemności C_1 . Stopień separujący



Ryc. 2. Schemat ideowy przystawki zmiennoprądowej

jest wtórnikiem katodowym. Obciążenie stopnia zawiera opornik nastawny oraz dzielnik 10-pozycyjny dostarczający napięcia modulującego o amplitudzie regulowanej skokowo w granicach od 0 do 25 mV napięcia skutecznego. Przy konstrukcji tych stopni kierowano się zasadą uzyskania dobrej stabilności pracy przy użyciu minimalnej mocy, pozwala to na obniżenie poziomu zakłóceń dalszych stopni. Sektor IV zawiera wzmacniacz selektywny. Wzmacniacz ten jest najważniejszym zespołem konstrukcyjnym przystawki i od jego parametrów zależy jakość działania całej aparatury. Wzmocnienie odbywa się w trzech stopniach, przy wykorzystaniu: a) wzmacniacza wstępnego, b) kaskodowego wzmacniacza selektywnego, c) stopnia wyjściowego.

a) Wzmacniacz wstępny — składowa zmienna prądu elektrody pomiarowej może być wydzielona dwoma sposobami: ze spadku napięcia na oporniku R_2 (ryc. 2) lub za pomocą transformatora T_1 . Rodzaj pracy wybiera się przełącznikiem W_1 . Sposób pierwszy korzystny jest przy oznaczaniu dużych stężeń depolaryzatora. Natomiast sposób drugi umożliwia w dużym stopniu kompensację prądu pojemnościowego przy zastosowaniu dwóch zsynchronizowanych kapilar. Uzyskuje się na tej drodze możliwość oznaczania stężeń rzędu $1 \cdot 10^{-6}$ m/l. W obszarze stężeń $1 \cdot 10^{-3}$ do $5 \cdot 10^{-5}$ m/l oba sposoby wydzielania składowej zmiennej dają prawie równoważne wyniki. Wielkość oporności R_1 powinna zawierać się w granicach 50—500 ohmów. Transformator T_1 jest miniaturowym transformatorem stosowanym w odbiornikach tranzystorowych. Oporność rzeczywista uzwojeń pierwotnych 53 Ω , indukcyjność $6 \cdot 10^{-2}$ H, przekładnia transformatora 1 : 2. Pentodowy stopień wstępny połączony jest ze wzmacniaczem kaskodowym filtrem RC.

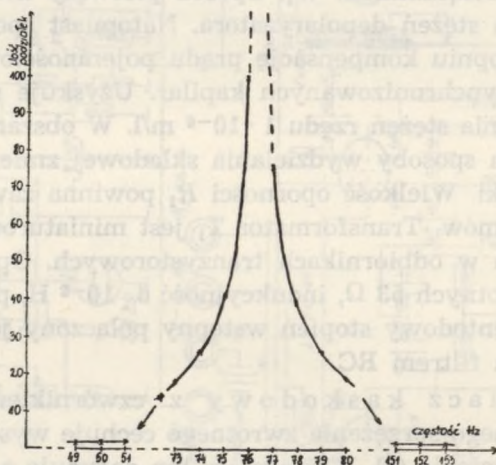
b) Wzmacniacz kaskodowy z czwórnikiem „podwójne T” w obwodzie ujemnego sprzężenia zwrotnego cechuje wysoka selektywność i stabilność wzmocnienia (9). Wzmacniacz ten decyduje o jakości działania całej aparatury, toteż musi być wykonany bardzo starannie przy użyciu elementów (kondensatory, oporniki, podstawki) dobrej jakości. Szczególną uwagę zwrócić należy na prawidłowy montaż wzmacniacza, zapobiegający wzbudzaniu się wzmacniacza. Ostatecznego dostrojenia wzmacniacza do częstotliwości generatora (w granicach ± 1 Hz) dokonuje się za pomocą opornika R-3.

c) Wzmacniacz wyjściowy — w stopniu tym wykorzystano drugą triodę lampy końcowej wzmacniacza kaskodowego. Wzmocnienie stopnia reguluje się za pomocą opornika katodowego. Obciążenie stopnia stanowi autotransformator o przekładni 1 : 2 i indukcyjności $2 \cdot 10$ H, włączony przez kondensator 0,1 μ F.

Sektor V zawiera układ detekcyjny, filtr i dzielnik wyjściowy. Do detekcji zastosowano diodę EAA 91. Ze względu na filtr całkujący i dużą

oporność obciążenia detektor pracuje w układzie detektora szczytowego. Dzielnik napięcia wyjściowego w układzie dwójkowym dostosowany jest do rejestratora kompensacyjnego typu G 1 B 1. Prąd płynący przez dzielnik wskazuje miernik M. Wskazania miernika ułatwiają kontrolę aparatury i dobór zakresu pomiarowego i rejestratora (na wykresach zamieszczonych w drugiej części pracy podano w celach porównawczych wartości prądu płynącego przez miernik, a nie wskazania rejestratora).

Całkowite wzmocnienie napięciowe wzmacniacza, mierzone dla częstotliwości rezonansowej, wynosi 85000. Wzmocnienie efektywne wyrażone stosunkiem napięcia stałego na dzielniku wyjściowym w pozycji x 1 do wartości skutecznej napięcia zmiennego na wejściu wzmacniacza wynosi 50000. Liniowość wzmacniacza jest zadowalająca w zakresie od 0,1 do 30 V napięcia wyjściowego. Charakterystykę częstotliwościową wzmacniacza przedstawia ryc. 3. Częstotliwość rezonansowa wzmacniacza, do-



Ryc. 3. Charakterystyka częstotliwościowa wzmacniacza selektywnego

strojonego do generatora modulującego, wynosi 76,5 Hz (przy posługiwaniu się generatorem dekadowym nie można w tym wypadku wyznaczyć maksimum krzywej rezonansowej). Tłumienie częstotliwości 50 Hz i 154 Hz jest większe niż 25 dB. Przy wykonywaniu polarogramów zmiennoprądowych spadek napięcia zmiennego na impedancji wejściowej wzmacniacza zawiera się w granicach 20—200 μV , co stanowi 0,1—1% napięcia modulującego.

Uruchomienie przystawki przy prawidłowym jej wykonaniu nie powinno spowodować żadnych trudności, gdyż, jak sprawdzono, generator i wzmacniacz pracują nawet przy zastosowaniu mocno zużytych lamp (75% emisji). Wartości napięć stałych, uwidocznione na ryc. 2, mierzone

są względem masy miernikiem o oporności $20000 \Omega/V$ na zakresach 300 V i 15 V.

Pewne trudności mogą wystąpić przy uruchamianiu stabilizatora (różnice w napięciu odniesienia), gdyż zastosowany tu układ kaskody wymaga starannego doboru napięć. Prawdłowo działający stabilizator utrzymuje stałe napięcie wyjściowe przy zmianie napięcia wejściowego od 190 V do 240 V i zmianie obciążenia od 0 do 30 mA. Prawdłowość pracy generatora, tj. przebieg i amplitudę napięcia zmiennego, należy sprawdzić i regulować przy użyciu oscylografu pomiarowego. Ostatecznego dostrojenia generatora do wzmacniacza dokonuje się przez włączenie do gniazd wejściowych $+A-A_1$ kondensatora o pojemności $2 \mu F$ i dostrojenie filtru wzmacniacza za pomocą opornika R_3 aż do uzyskania maksimum prądu miernika M przy amplitudzie modulacji 10 mV. Jeżeli przy zestrzajaniu nie uzyska się wyraźnego maksimum, należy przestroić nieco generator przez zmianę pojemności C_1 i dokonać ostatecznego dostrojenia. Dokładne dostrojenie generatora i wzmacniacza jest bardzo istotne, gdyż określa ono poprawność działania i czułość aparatury. W przypadku, gdyby przy zerowej amplitudzie napięcia modulującego pojawiało się napięcie na wyjściu wzmacniacza, należy sprawdzić ekranowanie lampy EF-86 i prawidłowość montażu stopnia wejściowego, jeżeli po wyjęciu tej lampy napięcie nie zanika, to przyczyną są sprzężenia w obrębie wzmacniacza lub sprzężenia pojemnościowe z generatorem. Usunięcie sprzężeń wymaga poprawienia ekranowania i jakości montażu (z uwagi na możliwość sprzężeń nie należy zbytnio zmniejszać wymiarów chassis przy projektowaniu przystawki).

Dzielnik wyjściowy został dostosowany do rejestratora G_1B_1 firmy Zeiss i umożliwia zmianę zakresu pomiaru w stosunku 1 : 640. Przy korzystaniu z rejestratora EZ-4 firmy Laboratorni Pristroje N.P. używano dodatkowego dzielnika dziesiętnego.

Stabilność i niezawodność pracy przystawki stwierdzono w czasie jej rocznej eksploatacji.

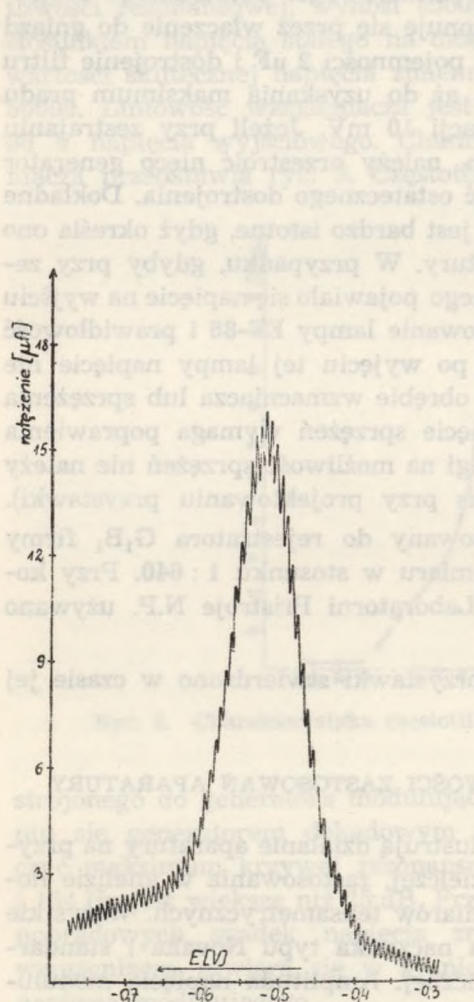
ILUSTRACJA DZIAŁANIA I MOŻLIWOŚCI ZASTOSOWAŃ APARATURY

Przytoczone poniżej polarogramy ilustrują działanie aparatury na przykładzie: kształtu piku, zdolności rozdzielczej, zastosowania w analizie ilościowej, oznaczeń śladowych oraz pomiarów tensometrycznych. Wszystkie pomiary przeprowadzono przy użyciu naczynka typu Novaka i standardowej obtopionej kapilary polarograficznej. Amplituda napięcia modulującego wynosiła 10 mV. Pomiary przeprowadzono w temperaturze pokojowej.

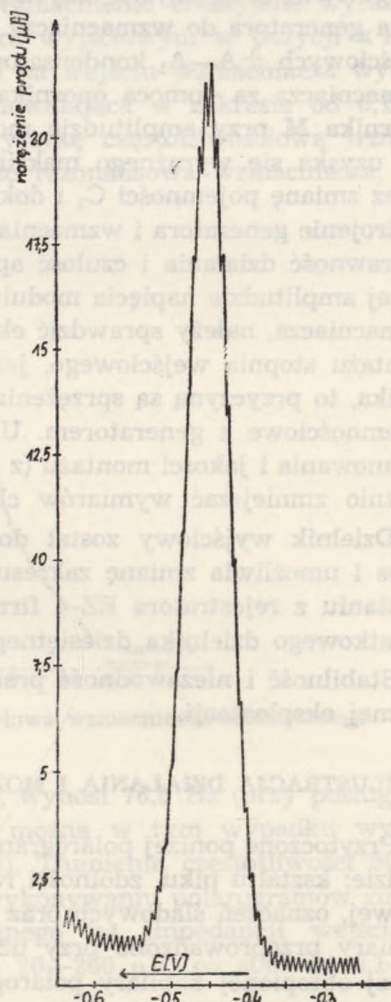
Ryciny 4 i 5 przedstawiają polarogramy zmiennoprądowe talu i ołowiu. Obydwa pomiary zostały przeprowadzone przy zachowaniu identycz-

nych parametrów określających działanie aparatury. Szerokość $h/2$ pików talu wynosi 105 mV, a ołowiu 57 mV. Wartości te są nieco większe od teoretycznych, ale całkowicie przydatne do określania wartości n .

Zdolność rozdzielczą aparatury ilustrują polarogramy uwidocznione na ryc. 6a, 6b oraz 7a i 7b. W przypadku pary depolaryzatorów Pb-Tl różnica potencjałów pików wynosi ca 100 mV, natomiast w przypadku pary In-Cd różnica ta wynosi tylko 40 mV, przy czym piki są wyraźnie rozdzielone.



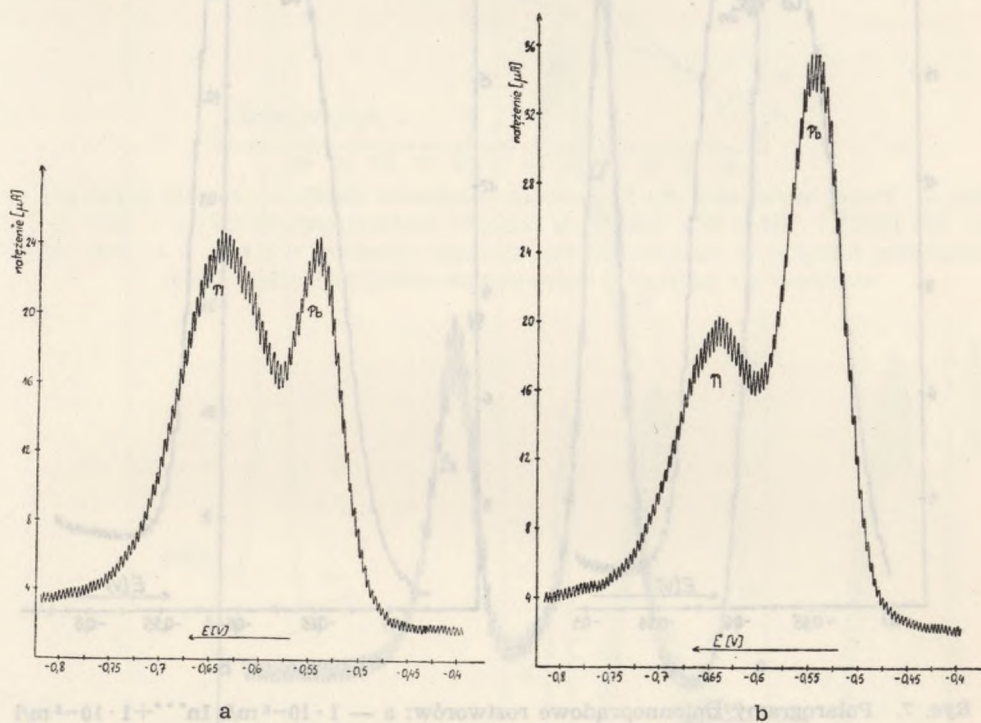
Ryc. 4. Polarogram zmiennoprądowy talu $4 \cdot 10^{-4}$ m/l Tl^+ w roztworze podstawowym 12% $HClO_4 + 0,05$ n HCl ; amplituda napięcia modulującego 10 mV



Ryc. 5. Polarogram zmiennoprądowy ołowiu $4 \cdot 10^{-4}$ m/l Pb^{2+} w roztworze podstawowym 12% $HClO_4 + 0,05$ n HCl ; amplituda napięcia modulującego 10 mV

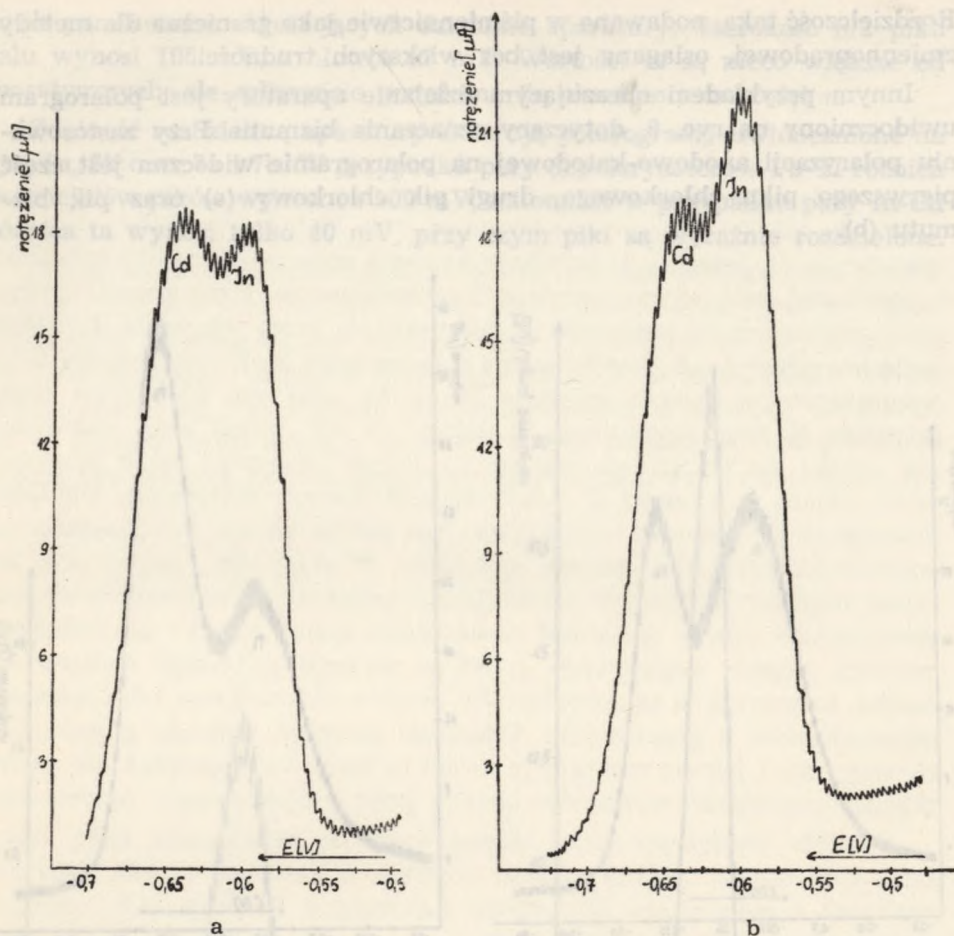
Rozdzielczość taka, podawana w piśmiennictwie jako graniczna dla metody zmiennoprądowej, osiągana jest bez większych trudności.

Innym przykładem obrazującym działanie aparatury jest polarogram uwidoczniiony na ryc. 8, dotyczący oznaczania bizmutu. Przy zastosowaniu polaryzacji anodowo-katodowej na polarogramie widoczna jest część pierwszego pik chlorkowego, drugi pik chlorkowy (a) oraz pik bizmutu (b).



Ryc. 6. Polarogramy zmiennoprądowe roztworów: a — $5 \cdot 10^{-4}$ m/l Pb^{2+} + $5 \cdot 10^{-4}$ m/l Tl^{+} , b — $2,5 \cdot 10^{-4}$ m/l Pb^{2+} + $7,5 \cdot 10^{-4}$ m/l Tl^{+} w roztworze podstawowym 12% $HClO_4$ + $+0,05$ n HCl ; amplituda napięcia modulującego 10 mV

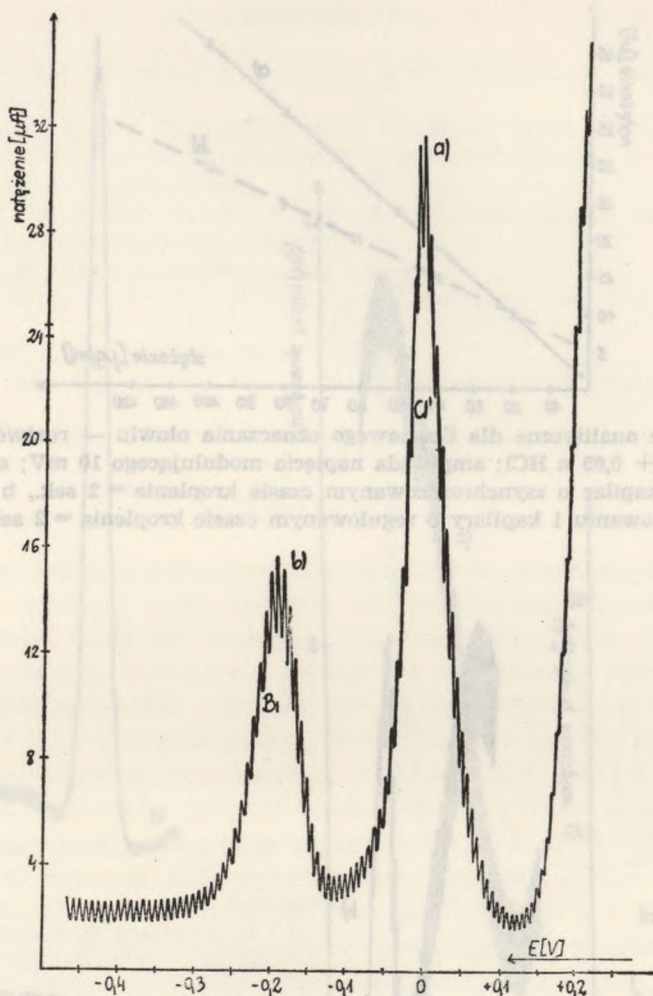
Na ryc. 9 przedstawiono na przykładzie prostych analitycznych dla ilościowych oznaczeń ołowiu korzyści wypływające z zastosowania do pomiarów dwóch zsynchronizowanych kapilar (prosta a) w miejsce jednej kapilary (prosta b). Zastosowanie tej techniki pozwala w dużym stopniu skompensować prądy pojemnościowe oraz wpływ zmiany pojemności różniczkowej powodowany zmianą potencjału. Daje to w efekcie większą czytelność polarogramów oraz zwiększa w bardzo istotnym stopniu dokładność i czułość pomiaru.



Ryc. 7. Polarogramy zmiennoprądowe roztworów: a — $1 \cdot 10^{-3}$ m/l $\text{In}^{+++} + 1 \cdot 10^{-3}$ m/l Cd^{++} , b — $1 \cdot 10^{-3}$ m/l $\text{In}^{+++} + 5 \cdot 10^{-4}$ m/l Cd^{++} w roztworze podstawowym 0,5 n HCl (bez usuwania tlenu); amplituda napięcia modulującego 10 mV

Polarogramy uwidocznione na ryc. 10, 11 i 12 przedstawiają możliwości zastosowania aparatury do oznaczeń śladowych na przykładzie oznaczania ołowiu. Pomiary te były prowadzone przy zastosowaniu jednej i dwóch zsynchronizowanych kapilar. Z porównania tych polarogramów (a szczególnie polarogramów przedstawionych na ryc. 12) wyraźnie widać i w tym wypadku zalety stosowania zsynchronizowanych kapilar.

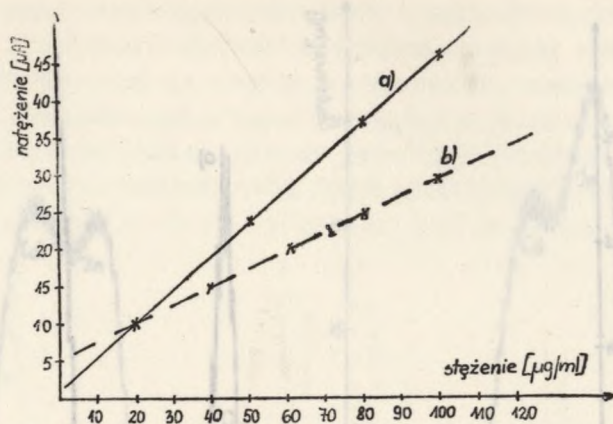
Uzyskany przy użyciu jednej kapilary pik ołowiu (ryc. 12a) jest ledwie zauważalny, a zwiększenie czułości pomiaru nie powoduje lepszej jego czytelności, natomiast przy zastosowaniu dwóch kapilar możliwe jest zwiększenie czułości pomiaru tak, że wysokość rejestrowanego piku wy-



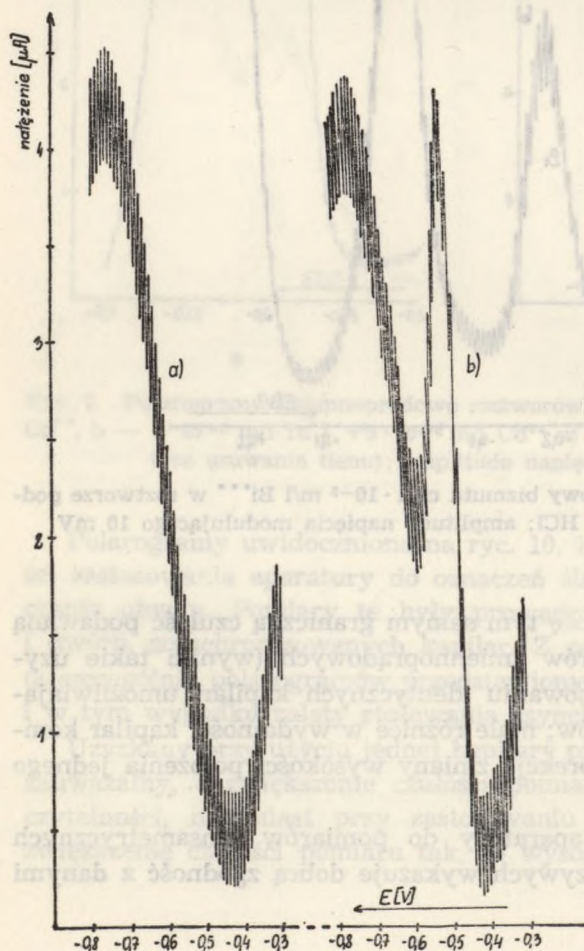
Ryc. 8. Polarogram zmiennoprądowy bizmutu $\text{ca } 1 \cdot 10^{-3} \text{ m/l Bi}^{+++}$ w roztworze podstawowym 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$; amplituda napięcia modulującego 10 mV

nosi 10 cm (ryc. 12b). Osiąga się tym samym graniczną czułość podawaną w piśmiennictwie dla pomiarów zmiennoprądowych (wyniki takie uzyskać można tylko przy zastosowaniu identycznych kapilar, umożliwiających pełną kompensację prądów; małe różnice w wydajności kapilar kompensuje się przez staranną korekcję zmiany wysokości położenia jednego ze zbiorników rtęci).

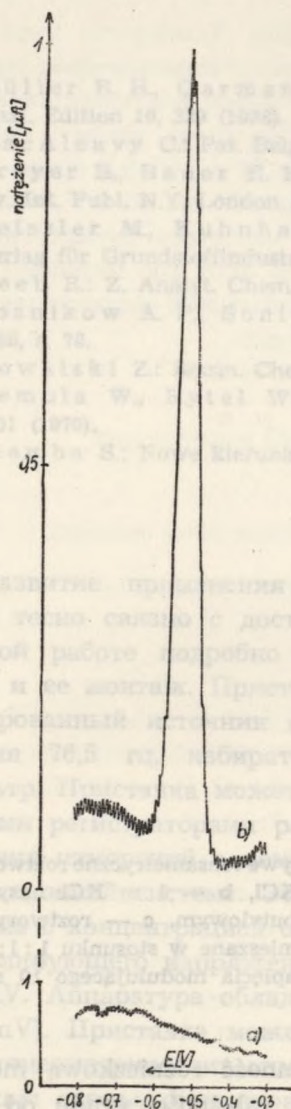
Możliwości zastosowania aparatury do pomiarów tensametrycznych ilustruje ryc. 13. Przebieg krzywych wykazuje dobrą zgodność z danymi



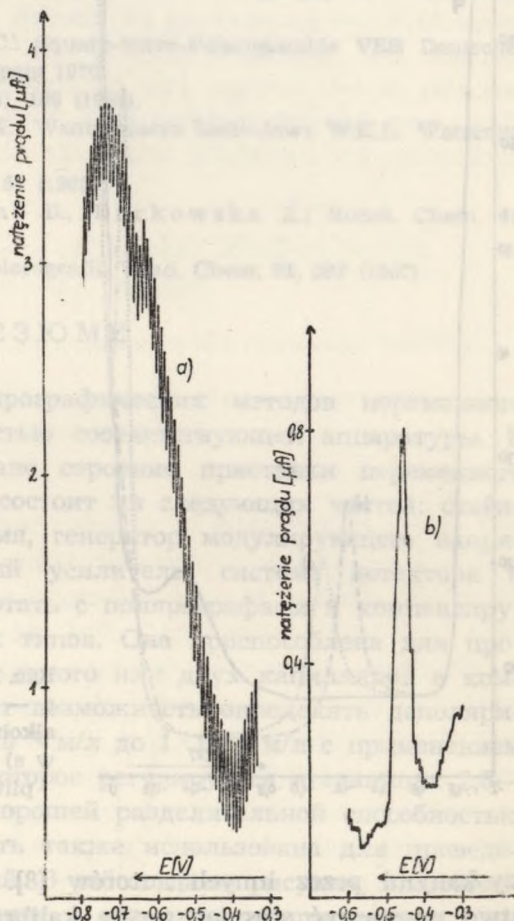
Ryc. 9. Proste analityczne dla ilościowego oznaczenia ołowiu — roztwór podstawowy 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$; amplituda napięcia modulującego 10 mV; a — przy zastosowaniu 2 kapilar o zsynchronizowanym czasie kroplenia = 2 sek., b — przy zastosowaniu 1 kapilary o regulowanym czasie kroplenia = 2 sek.



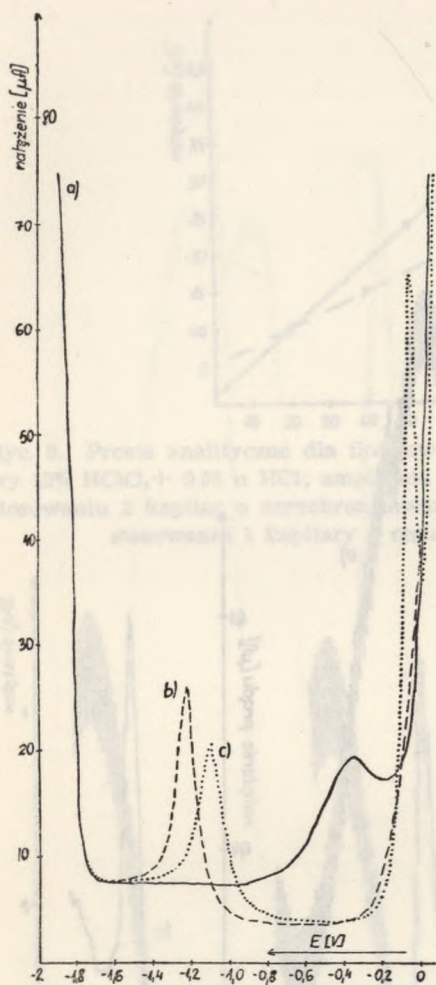
Ryc. 10. Polarogramy zmiennoprądowe: a — roztworu podstawowego 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$, b — $1 \cdot 10^{-5} \text{ m/l Pb}^{2+}$ w roztworze podstawowym 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$; przy regulowanym czasie kroplenia = 2 sek.; amplituda napięcia modulującego 10 mV



Ryc. 11. Polarogramy zmiennoprądowe: a — roztworu podstawowego 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$, b — $1 \cdot 10^{-5} \text{ m/l Pb}^{2+}$ w roztworze podstawowym 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$; przy zastosowaniu dwóch zsynchronizowanych kapilar o czasie kroplenia = 2 sek.; amplituda napięcia modulującego 10 mV



Ryc. 12. Polarogramy zmiennoprądowe $\text{Pb}^{2+} 1 \cdot 10^{-6} \text{ m/l}$ w roztworze podstawowym 12% $\text{HClO}_4 + 0,05 \text{ n HCl}$; a — przy zastosowaniu jednej kapilary o regulowanym czasie kroplenia = 2 sek., b — przy zastosowaniu 2 zsynchronizowanych kapilar o czasie kroplenia = 2 sek.; amplituda napięcia modulującego 10 mV



Ryc. 13. Krzywe tensametryczne roztworów: a — 1 m KCl, b — 1 m KCl nasycony alkoholem butylowym, c — roztwory jak w a) i b) zmieszane w stosunku 1:1; amplituda napięcia modulującego 10 mV

uzyskanymi przez innych autorów [8]. Pojemność różniczkową można łatwo wyznaczyć stosując prostą kalibracyjną zależności prądu od pojemności.

Przytoczone przykłady nie wyczerpują możliwości zastosowań przystawki. Można ją wykorzystać na przykład do pomiarów zmiennoprądowych na częstotliwościach harmonicznych przez przestrojenie generatora lub zastosowanie generatora zewnętrznego. Zgodnie z intencjami autorów — praktycznego zapoznania z problemami metod zmiennoprądowych szerokiego grona osób interesujących się metodami elektrochemicznymi — przystawka została skonstruowana w prosty sposób, pozostawiając możliwości modyfikacji i ulepszeń przyszłym konstruktorom.

PIŚMIENNICTWO

1. Müller R. H., Garman R. L., Droz M. E., Petras J.: *Ind. Eng. Chem. Anal. Edition* **10**, 339 (1938).
2. MacAleavy C.: *Pat. Belg.* 443003 (1941). *Pat. Franc.* 886848 (1942).
3. Breyer B., Bauer H. H.: *Alternating Current Polarography and Tensammetry. Int. Publ. N.Y. London* 1963.
4. Geissler M., Kuhnhardt C.: *Square-wave-Polarographie* VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1970.
5. Neeb R.: *Z. Analyt. Chem.* **208** (3), 168 (1965).
6. Łoźnikow A. P., Sonin E. K.: *Wzmacniacze kaskodowe W.K.L.* Warszawa 1968, s. 78.
7. Kowalski Z.: *Roczn. Chem.* **39**, 51 (1965).
8. Kemula W., Rytel W., Behr B., Borkowska Z.: *Roczn. Chem.* **44**, 1301 (1970).
9. Ziemia S.: *Nowe kierunki w polarografii. Wiad. Chem.* **21**, 697 (1967).

РЕЗЮМЕ

Развитие применения полярографических методов переменного тока тесно связано с доступностью соответствующей аппаратуры. В данной работе подробно описано строение приставки переменного тока и ее монтаж. Приставка состоит из следующих частей: стабилизированный источник питания, генератор модулирующего напряжения 76,5 гц, избирательный усилитель, система детектора и фильтр. Приставка может работать с полярографами и компенсирующими регистраторами разных типов. Она приспособлена для проведения измерений с помощью одного или двух капилляров в компенсационной системе. Это дает возможность определять деполаризаторы с концентрацией от $1 \cdot 10^{-3}$ м/л до $1 \cdot 10^{-6}$ м/л с применением модулирующего напряжения, которое регулируется в границах 2,5—30 мV. Аппаратура обладает хорошей разделительной способностью (40 мV). Приставка может быть также использована для проведения тензометрических измерений. В работе даны рисунки, иллюстрирующие схемы, функционирование и возможность применения данной аппаратуры.

ZUSAMENFASSUNG

Eine Erweiterung des Anwendungsbereiches polarographischer Wechselstrommethoden hängt eng mit dem Besitz einer entsprechenden Apparatur zusammen. Die vorliegende Arbeit bringt eine genaue Beschreibung der Konstruktion eines Wechselstromansatzgerätes und der Messanordnung. Das Ansatzgerät besteht aus folgenden Teilen: Stabilisiertem Speicher, dem Modulationsspannungsgenerator mit einer Frequenz von 76,5 Hz,

selektivem Verstärker, Detektor und Filter. Das Ansatzgerät kann mit einem beliebigen Polarographentyp und Kompensationsschreiber zusammen arbeiten. Die Schaltung ermöglicht Messungen mit einer oder mit zwei Kapillaren im Kompensationssystem. Demzufolge können Depolarisation von einer Konzentration $1 \cdot 10^{-3}$ bis $1 \cdot 10^{-6}$ M/l bei einer wählbaren Modulationsspannung im Bereich von 2,5 mV bis 30 mV bestimmt werden. Die Apparatur zeichnet sich durch ein gutes Trennvermögen aus, das 40 mV beträgt. Das Ansatzgerät kann auch für tensametrische Messungen benutzt werden. Bau, Wirkungsweise und Anwendungsmöglichkeiten der Apparatur zeigen die Abbildungen.