

(19) DANMARK



(12) FREMLÆGGELSESSKRIFT (11) 145147 B

DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET



(21) Ansøgning nr. 5097/72

(51) Int.Cl.³ G 06 G 7/58

(22) Indleveringsdag 16. okt. 1972

G 01 N 31/16

(24) Løbedag 16. okt. 1972

(41) Alm. tilgængelig 20. apr. 1973

(44) Fremlagt 13. sep. 1982

(86) International ansøgning nr. -

(86) International indleveringsdag -

(85) Videreførelsesdag -

(62) Stamansøgning nr. -

(30) Prioritet 19. okt. 1971, 7297/71, CS

(71) Ansøger UNIVERSITA PALACKEHO V OLOMOUCI, Olomouc, CS.

(72) Opfinder Jaromir Jilek, CS.

(74) Fuldmægtig Larsen & Birkeholm A/S Skandinavisk Patentbureau.

(54) Anordning til dannelse af et
første, et andet eller et yder=
ligere derivat af en titrerings=
kurve.

DK 145147 B

- 1 Opfindelsen angår en anordning til dannelsen af et første, et andet eller et yderligere derivat af en titreringskurve og af den i krav 1's indledning angivne art.
- 5 Titration er en fremgangsmåde, der anvendes hyppigt ved kvantitative kemiske analyser. Titrationen beror på en reaktion af en kendt mængde af en opløsning af ukendt koncentration med et reagensmiddel af kendt koncentration og i bestemmelse af det øjeblik, hvor
- 10 denne reaktion er fuldført. Mængden af det tilsatte reagensmiddel af kendt koncentration kan anvendes til beregning af koncentrationen af den ukendte opløsning. Bestemmelsen af det øjeblik, hvor reaktionen er færdig, kan udføres ved hjælp af et par egnede elektro-
- 15 der, der er neddykket i den titrerede opløsning. Den mellem elektroderne frembragte og i en optegning som funktion af mængden af det tilsatte reaktionsmiddel opståede spænding viser i almindelighed en kurve af "S"-formet forløb, der betegnes som den potentiometriske titreringskurve. Det er blevet fastslået, at et
- 20 vendepunkt på den potentiometriske kurve falder sammen med slutningen på titrationen, d.v.s. med det øjeblik, hvor den ved titrationen forløbende reaktion netop er fuldført.
- 25 Da titration med en potentiometrisk eller en anden kontrol af forløbet af titreringskurven finder udstrakt anvendelse, er der konstrueret en række anordninger, der letter eller præciserer titrationen. En betydende
- 30 effekt giver, for såvidt fødslen af reagensmidlet forløber med konstant hastighed, bestemmelsen af ækvivalenspunktet af forløbet af det første derivat af titreringskurven efter tiden, hvor der i ækvivalenspunktet dannes et udtrykkeligt maksimum. Endnu mere nøjagtigt kan ækvivalenspunktet bestemmes efter forløbet af
- 35

1 det andet derivat af titreringskurven efter tiden,
hvilken kurve forløber gennem nul i ækvivalenspunktet.

5 Til dannelse af et derivat af titreringskurven i af-
hængighed af tiden er der hidtil alene anvendt passive
RC-derivationselementer, med et efterfølgende enkelt
elektronisk forstærkertrin. Denne løsning af opgaven
er på grund af den lille nøjagtighed, som kan opnås,
10 utilstrækkelig, så at der kræves en hurtig tilførsel
af reagensmiddel, hvorved nøjagtigheden af bestemmelsen
nedsættes. Tillige er forløbet af den opnåede derivationskurve stærkt forvrænget.

Opfindelsen taget sigte på at angive en anordning af
15 den omhandlede art, ved hvilken der opnås en forøgelse
af følsomheden og nøjagtigheden af titreringen, idet
der benyttes en anordning, som har en høj følsomhed,
så at der i forhold til de kendte anordninger skaffes
en mulighed for at gennemføre ekstremt langsomme ti-
20 treringer.

Dette opnås ved en anordning af den i krav 1's indledning
angivne art ved, at anordningen er udformet som
angivet i krav 1's kendetegnende del.

25 En yderligere forbedring af anordningen opnås ved, at
den er udformet som angivet i krav 2.

En fordel ved anordningen ifølge opfindelsen i forhold
30 til de kendte fremgangsmåder til dannelse af et derivat
af titreringskurven efter tiden er en stor og indstillelig
følsomhed af anordningen, hvilket gør det muligt også
at anvende anordningen til titrering ved langsom dosering,
idet den tilsvarende kemiske reaktion
35 on forløber langsomt. Endvidere opnår man muligheden

1 for en tilslutning af et elektrode- eller andet de-
tektionssystem med høj indre modstand, f.eks. glas-
elektroder, og muligheden for at følge forløbet af
titreringen med potentiometrisk indikation i et vand-
5 frit medium, der i almindelighed er kendetegnet ved
en høj indre modstand. Denne fordel opnås med filteret
med lavpas-karakteristik, idet filteret undertrykker
de forstyrrende signaler, der navnlig opstår ved blan-
ding af opløsningen og tilsætning af titreringsmid-
10 let, så at de efter filteret indskudte derivatorer ik-
ke bliver påvirket af forstyrrende signaler og giver
et mere nøjagtigt derivationsforløb af titreringskur-
ven efter tiden. Anvendelsen af derivatorer med en ope-
rationsforstærker med passende indgangs- og tilbagekob-
15 lingsimpedanser gør det muligt at indstille en høj for-
stærkning af derivatorerne, hvilken er udnyttelig i
praksis, idet de forstyrrende signaler i forvejen er
frafiltreret.

20 Opfindelsen forklares nærmere under henvisning til teg-
ningen, på hvilken

fig. 1 viser et blokkoblingsbillede af anordnin-
gen ifølge opfindelsen, og

25

fig. 2 et koblingsbillede af en konkret udførel-
sesform for anordningen.

En indgang 12 til en impedansomdanner 5 tjener til til-
30 slutning af et elektrodesystem.

En udgang 6 fra impedansomdanneren er over et aktivt
eller passivt filter 14 med lavfrekvenspaskarakteris-
tik tilsluttet til en derivator 15, der er dannet af
35 en operationsforstærker 3 og egnede impedanser 31 og

- 1 32, der dannes i forstærkerens indgangs- og tilbage-
koblingskredse. Til impedansomdannerens udgang 8 er der
koblet en anden derivator 16, der er dannet af en ope-
rationsforstærker 4 og passende impedanser 37 og 38,
5 der er koblet i dens indgangs- og dens tilbagekoblings-
kreds. Til de enkelte klemmer 6 til 9 er der tilsluttet
ekstra vurderingsredskaber, f.eks. et registrerings-
redskab og logiske kredse.
- 10 Ved den i fig. 2 viste konkrete udførelsesform for an-
ordningen tjener en operationsforstærker 1 som impe-
dansomdanner 5, og til forstærkerens klemme 10 er der
tilsluttet en elektrode med høj indre modstand og til
dens klemme 11 en referenceelektrode over et potentio-
15 meter 17. Potentiometeret 17 styrer spændingsforstærk-
ningen i impedansomdanneren 5 således, at egenskaberne
af alle anvendte kredse udnyttes fuldt ud i de efter-
følgende kredse. Efter impedansomdanneren 5 findes et
aktivt filter 14 med en lavfrekvenspaskarakteristik,
20 hvilket filter er dannet af operationsforstærkeren 2
og RC-kredse 18 til 30. Filteret tjener til frafiltre-
ring af forstyrrende signaler, der frem for alt forårs-
ages ved blanding af opløsningen og ved tilsætning af
reagensmidlet, og grænsefrekvensen for filteret bliver
25 svarende til hastigheden af tilsætningen af det dose-
rede reagensmiddel og stejlheden af titreringskurven
valgt således, at forløbet af titreringskurven ikke
bliver forvrænget.
- 30 Efter filteret 14 er der indskudt derivater 15 og 16.
Overføringskonstanten for den første derivator 15, der
er dannet af operationsforstærkeren 3 og de pågældende
RC-kredse, er bestemt af kondensatoren 31 og modstan-
den 32. Ekstra elementer til begrænsning af frekvens-
35 karakteristikken af derivatoren 15 er en modstand 33

- 1 og en kondensator 34. Størrelsen af disse ekstra ele-
menter vælges således, at det målte forløb ikke bliver
forvrænget, og at der opnås en så lille værdi af fase-
fejlen, at man kan se bort fra den. En lignende anord-
5 ning findes ved den anden derivator 16, der er dannet
af operationsforstærkeren 4 og de pågældende RC-kredse.
Deres overføringskonstant bestemmes af kondensatoren
37 og modstanden 38. De ekstra elementer til begræns-
ning af frekvenskarakteristikken af derivatoren 16 er
10 en modstand 35 og en kondensator 36. Til udgangsklem-
merne 6 og 7 tilsluttes der et registreringsredskab
til registrering af forløbet af titreringskurven. Til
udgangsklemmen 8 tilsluttes et registreringsredskab
til registrering af det første derivat af titrerings-
15 kurven efter tiden og til udgangsklemmen 9 et registre-
ringsredskab til registrering af forløbet af det andet
derivat af titreringskurven efter tiden eller logiske
kredse til vurdering af vendepunktet på den potentiome-
triske titreringskurve.

P A T E N T K R A V

- 1 1. Anordning til dannelse af et første, et andet eller et yderligere derivat af en titreringskurve efter tiden, navnlig i automatiske titreringsredskaber til en kvantitativ kemisk analyse, hvilken anordning er
5 forsynet med mindst én derivator til dannelse af et derivat af titreringskurven i afhængighed af tid og en optegningsindretning til registrering af kurveforløbet, k e n d e t e g n e t ved, at der foran mindst en derivator (15) omfattende en operationsforstærker
10 (3) med passende indgangs- og tilbagekoblingsimpedanser (31 til 34) er indskudt et filter (14) med en lavpaskarakteristik , og at der på passende steder i koblingen (7 til 9) er tilsluttet vurderingskredse til bestemmelse af ækvivalenspunktet.
15
2. Anordning ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at der foran filteret med lavpaskarakteristikken er indskudt en impedansomdanner (5) til omsætning af indgangssignalets spændings- og ydelsesniveau.
20

Fremdragne publikationer:

DK ans.nr. 5750/70.

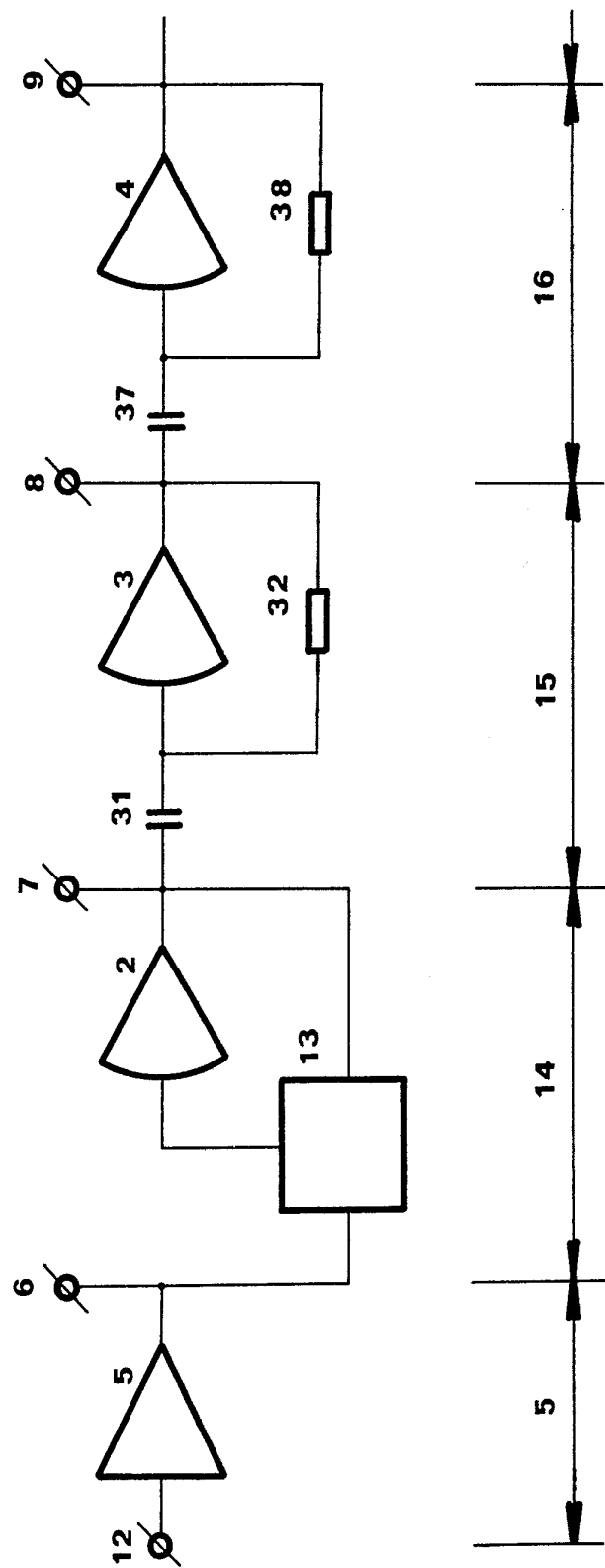


Fig.1

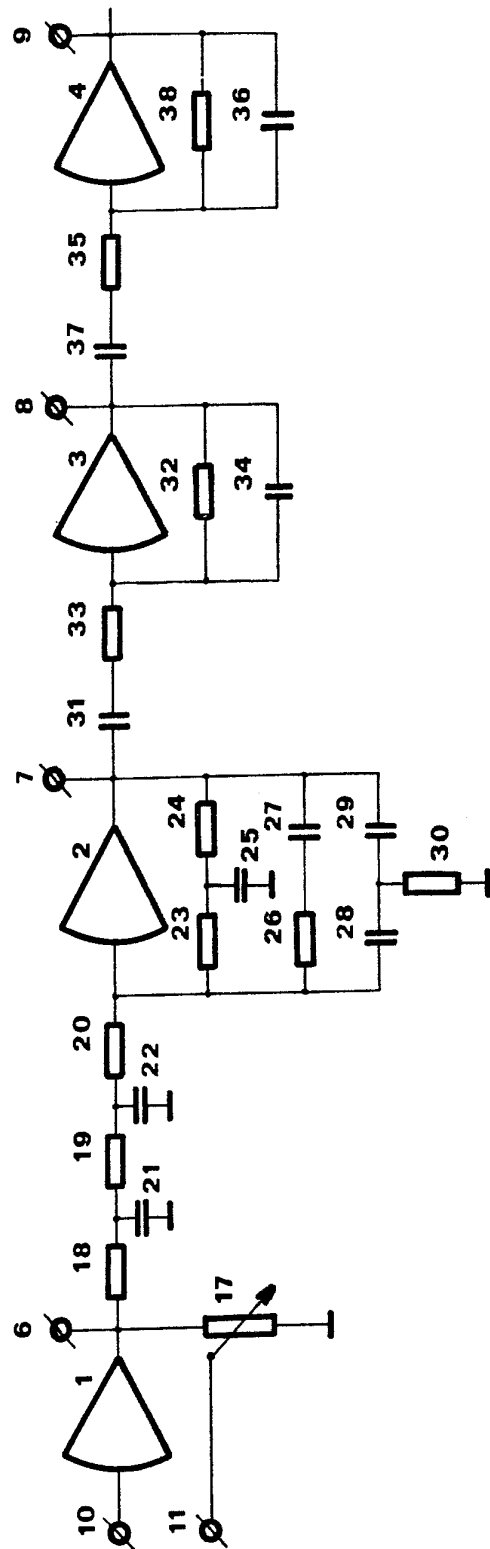


Fig. 2