



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

195 032

(11): (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 25 03 77
(21) PV 1989 - 77

(51) Int. Cl. 3

G 01 N 27/42

(40) Zveřejněno 28 04 79
(45) Vydáno 01 2 82

(75)

Autor vynálezu

ŠKAVRADA JAN ing. SVITAVY
HLADKÝ OLDŘICH ing., BUCHTUV KOPEC
ŠENKYŘ JAROSLAV ing.CSc., BRNO
BŘEZINA JAN, MUDr., SVITAVY

(54)

Zařízení pro coulometrickou titraci

1

Vynález se týká zařízení pro coulometrickou titraci. Dosud známá zařízení používají titrační celou, která je pevně spojena s titračním zařízením, což má za následek ztíženou údržbu, vymývání i ztíženou manipulaci. Jejich konstrukce vyžaduje i větší obsah elektrolytu. Přitom toto zařízení umožňuje menší počet titrací než zařízení podle vynálezu.

Stávající princip zapojení zdroje generačního proudu zavádí nepřesnosti do měřicí metody tím, že velikost generačního proudu kolísá se změnou vodivosti elektrolytu, která se v průběhu titrace mění. Jako zdroj generačního proudu se používá napěťového zdroje s velkým vnitřním odporem, což nezaručuje stálost generačního proudu a vyznačuje se výskytem vysokého napětí.

Uvedené nevýhody odstraňuje zařízení podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že plochá stříbrná generační anoda je uložena na dně titrační nádoby, opatřené spodním vývodem, přičemž k této ploché stříbrné generační anodě je připojen měděný drátek uspořádaný pro vodivé spojení ploché stříbrné generační anody titrační celou, která je vodivě spojena s konektorem. Tento konektor je spojen s proudovým zdrojem generačního proudu, přičemž proudový zdroj sestává z operačního zesilovače s tranzistorem napojeným jako zdroj konstantního proudu. Výhodou zařízení podle vynálezu je, že umožňuje jednoduchou manipulaci s elektrodami, upnutými ve víku titrační nádoby. Po vyjmutí víka s elektrodami lze elektrody snadno ošetřit, případně je povrchově uchovat v náplni destilované vody, jsou-li mimo provoz.

V důsledku stálého protáčení tělíska magnetické míchačky se udržuje kvalita povrchu generační anody, neboť generované stříbrné ionty jsou okamžitě z povrchu elektrody odstraněny a vmíchány do roztoku základního elektrolytu, což umožňuje přesné stanovení bodu ekvivalence pomocí stříbrných indikačních elektrod. Použitím plynule regulovatelného proudového zdroje jako zdroje generačního proudu se dosáhne konstantního proudu v elektrolytu, bez ohledu na stav elektrod a dobu titrace. Podstatně se také zvýší bezpečnost celého zařízení, poněvadž je umožněn provoz s nízkým napětím do 15 V. Dosud se používá zdrojů generačního proudu tak, že se zapojí za zdrojem vysokého napětí až 300 V do série odpor, jehož velikost je několikanásobně větší než odpor prostředí mezi oběma generačními elektrodami. A na jedné z elektrod se potom objeví vysoký úbytek napětí až několik set voltů. To je u zařízení podle vynálezu vyloučeno.

Další výhodou zařízení je automatické časové vyhodnocení bodu ekvivalence s pomocí releového ovládání startu a ukončení titrace. Příklad zařízení podle vynálezu je uveden na výkrese.

Obr. 1 schematicky znázorňuje zapojení zařízení podle vynálezu a obr. 2 znázorňuje sestavu titrační nádoby s funkčními elektrodami.

Sestava titrační nádoby 1 je zapojena do celkového elektrického obvodu tak, že platinová generační katoda 2 a stříbrná generační anoda 3 tvoří v sérii se stejnosměrným proudem 4 generačního proudu a kontaktem spínacího relé 10 generační obvod. Indikační obvod tvoří dvojice stříbrných indikačních elektrod 5 zapojených v sérii přes zdroj 6 regulovatelného stejnosměrného napětí ke vstupu komparátoru 7, který je v podstatě elektronickým mikroampérmetrem, a který má na svém výstupu připojenou cívku vypínacího relé 8, jehož kontakt je zapojen do startovacího obvodu 9. Ve startovacím obvodu 9 je zapojena cívka vypínacího relé 10, které dalším svým kontaktem propojuje generátor 11 pulsů s čítačem 12, na nějž je dále připojen číslicový displej 13.

Titrační nádoba 1 je opatřena víčkem 14, jehož první otvor 15 je určen pro pipetování zkoumaného vzorku roztoku. V druhém otvoru 16 víčka 14 je uchycena sestava platinové generační katody 2, která je ve formě spirály umístěna v polyetylenové trubici 18, uzavřené na koncích zátkou, která je opatřena fritou 19, nad níž je náplň roztoku pomocného elektrolytu. Ve třetím otvoru 17 víčka 14 je uchycena sestava stříbrných indikačních elektrod 5, které jsou upevněny ve spodní zátku další polyetylenové trubice 20 a v ní propojeny s vývody 21. Plochá stříbrná generační anoda 3 je uložena na dně titrační nádoby 1 a opatřena spodním vývodem 23. Na generační anodě 3 se pohybuje míchací tělísko 24 magnetické míchačky.

Při pracovním postupu se titrační nádoba 1 naplní základním elektrolytem. Míchací tělísko 24 se vloží na povrch stříbrné generační anody 3. Systém elektrod se zasune do titrační nádoby 1. Po zapojení elektrod do měřicího systému se nastaví hodnoty generačního proudu v rozmezí 6 až 10 miliampérů a hodnota indikačního napětí v rozmezí 10 až 240 milivoltu. Potom se provede kontrolní ověření generace stříbrných iontů titrací samotného základního elektrolytu, a to tak, že se pomocí tlačítka startovacího obvodu 9 sepne spínací relé 10, které svými kontakty propojí jednak generační obvod s generačními

elektrodami v titrační nádobce 1, a jednak obvod registrace času pozůstávající s generátoru pulsu 11, čítače 12 a číslicového displeje 13. Přitom se ověří pomocí komparátoru 7 generace stříbrných iontů v základním elektrolytu, jejichž koncentrace je závislá na intenzitě generačního proudu a na čase, po kterém se vypínací relé 8 komparátoru 7 vypne celé měrné zařízení.

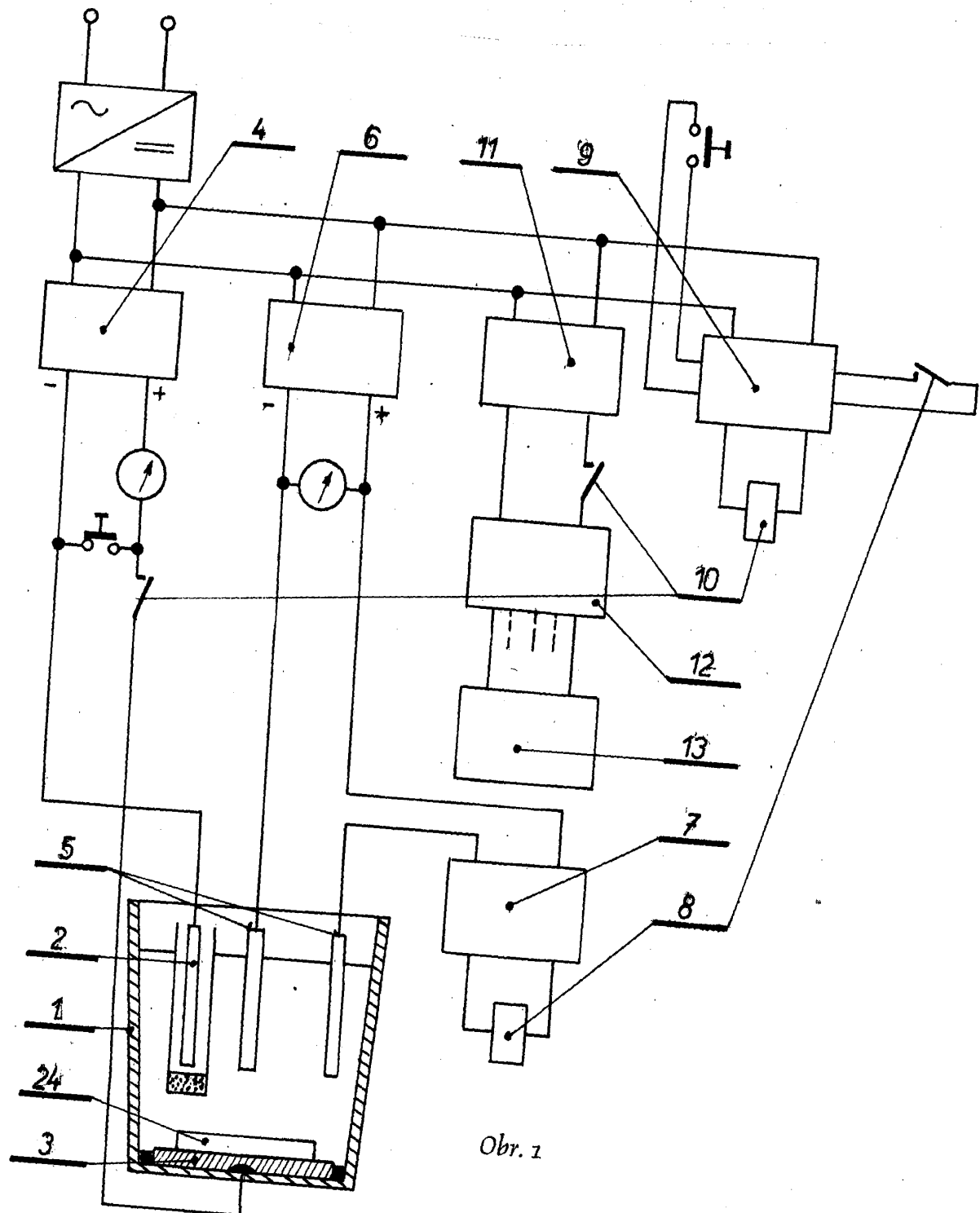
Po provedení této kontroly se do základního elektrolytu napipetuje otvorem 15 ve víčku 14 20 až 50 mikrolitrů roztoku obsahujícího se provede se titrace, při které generované stříbrné ionty vytitrují ionty chloridové. Po vytitrování chloridů způsobí přebytké stříbrné ionty vzrůst indikačního proudu, jehož hodnota v průběhu titrace je až 2 mikroampéry. Jestliže indikační proud dosáhne hodnoty 5 mikroampérů, dojde k vypnutí relé 8, které svým kontaktem ve startovacím obvodu 9 rozpojí spínací relé 10, a tím přeruší generační proud a vypne čítač 12. V tomto okamžiku se na číslicovém displeji 13 odečte titrační čas, který je přímo úměrný koncentraci titrovaných chloridů a podle něho z diagramu odečteme koncentraci chloridů v analyzovaném vzorku. Další titraci je možno provést až po poklesu indikačního proudu pod 5 mikroampérů. To se dosáhne dalším připipetováním zkoumaného roztoku, kdy dojde k vysrážení chloridu stříbrného a k potřebnému poklesu indikačního proudu. Celý proces je možno opakovat až padesátkrát. Po ukončení série titrací se indikační elektrody 2 ošetří tak, že titrační nádobka se naplní destilovanou vodou, do níž se systém elektrod ponoří.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Zařízení pro coulometrickou titraci, sestávající z titrační nádoby s platinovou generační katodou a se stříbrnou generační anodou a ze stříbrných indikačních elektrod, vyznačené tím, že plochá stříbrná generační anoda /3/ je uložena na dně titrační nádoby /1/ opatřené spodním vývodem /23/, přičemž k této ploché stříbrné generační anodě /3/ je připojen vodivý drátek, např. měděný uspořádaný pro vodivé spojení ploché stříbrné generační anody /3/ s titrační celou /14/, která je vodivě spojena s konektorem spojeným s proudovým zdrojem /4/ generačního proudu, přičemž proudový zdroj /4/ sestává z operačního zesilovače s tranzistorem zapojeným jako zdroj konstantního proudu.

2 výkresy

195 032



Obr. 1

Vytiskly Moravské tiskařské závody,
provoz 12, Leninova 15, Olomouc

Cena: 2,40 Kčs