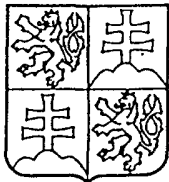


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 2312-87.M
(22) Přihlášeno 01 04 87

(40) Zveřejněno 13 12 89
(45) Vydáno 04 06 91

270 672

(11)

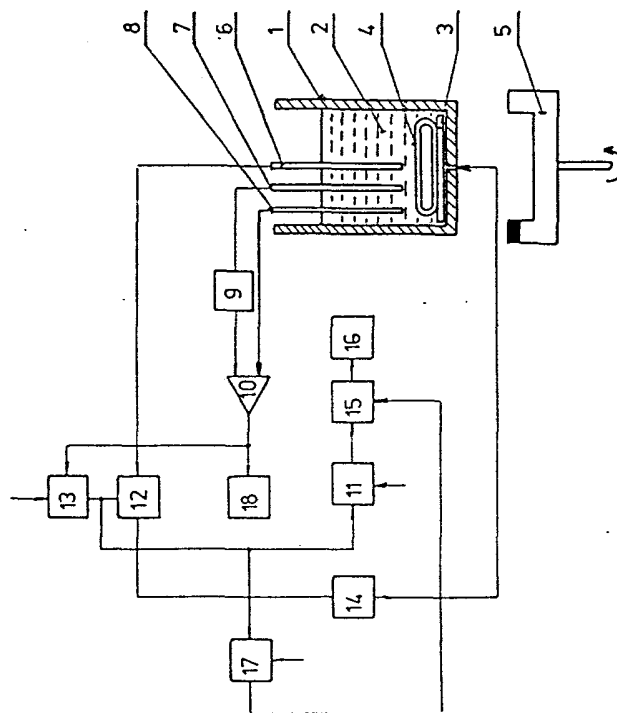
(13) 81

(51) Int. Cl.
G 01 N 27/42

(75) Autor vynálezu HORÁK PAVEL ing., BENEŠOV,
HOSTLOVSKÁ MARIE ing., PRAHA,
ŠKAVRADA JAN ing., SVITAVY

(54) Zařízení pro stanovení obsahu chloridů coulometrickou
titrací

(57) Zařízení pro stanovení obsahu chloridů coulometrickou titrací, kde mezi sběrnou a generační elektrodou umístěnými v elektrolytu v titrační nádobě je zapojen zdroj titračního proudu. Ke vstupu komparátoru je připojena jednak první indikační elektroda přes zdroj pomocného napětí a jednak druhá indikační elektroda. Výstup komparátoru je připojen k měřiči času. Mezi výstupem komparátoru a měřičem času je umístěn startovací obvod, připojený svým výstupem ke zdroji proudu. K výstupu měřiče času je připojena jednotka interface s registračním zařízením.



Vynález se týká zařízení pro stanovení obsahu chloridů coulometrickou titrací.

Dosud známá zařízení využívají při stanovování obsahu chloridů ve vzorcích například biologického materiálu coulometrickou titrací ke generování titračního proudu obvykle ploché stříbrné generační anody umístěné na dně titrační nádoby a sběrné platinové elektrody ponořené do elektrolytu v titrační nádobě. Ke stanovení bodu ekvivalence se používá obvykle dvojice indikačních elektrod H/H_2SO_4 spolu s elektrodou stříbrnou anebo jsou obě elektrody stříbrné. Jako zdroje generačního proudu se používá napěťového zdroje s velkým vnitřním odporem, což vede k nedostatečné stálosti generačního proudu a výskytu vysokého napětí. Zlepšení bezpečnosti zařízení, zvýšení přesnosti stanovení bodu ekvivalence a dosažení konstantního proudu v elektrolytu bez ohledu na stav elektrod a dobu titrace je dosaženo uspořádáním podle československého autorského osvědčení č. 195 032 s elektronickými a reléovými obvody. Jejich omezená spolehlivost a nákladnost a do určité míry i produktivita měřicího procesu jsou limitujícími prvky.

Podstata vynálezu spočívá v uspořádání zařízení pro stanovení obsahu chloridů coulometrickou titrací, kde zdroj proudu je jedním svým pólem připojen ke sběrné elektrodě a druhým pólem ke generační elektrodě. První indikační elektroda je přes zdroj pomocného napětí připojena k prvnímu vstupu komparátoru a druhá indikační elektroda je připojena ke druhému vstupu komparátoru, jehož výstup je připojen k měřiči času. V elektrolytu v titrační nádobě je míchadlo uzpůsobené k otáčení magnetickým polem. Mezi výstupem komparátoru a měřičem času může být umístěn startovací obvod, který je výstupem připojen ke zdroji proudu. K výstupu tohoto startovacího obvodu může být připojen čítač, jehož výstup je spojen s jednotkou interface propojenou s měřičem času a registračním zařízením. Výstup komparátoru může být připojen k zapisovači. Ve zdroji proudu může být umístěn otočný digitální spínač.

Výhody zařízení podle vynálezu jsou zejména v jeho jednoduchém provedení, které je nenáročné na obsluhu. Vzhledem k minimálnímu počtu nutných součástí zařízení jsou jeho výrobní náklady nízké. Výhodná je rovněž možnost nastavení titračního proudu v jemných krocích pomocí otočného digitálního spínače umístěného přímo v bloku zdroje proudu. Vzhledem k tomu, že zařízení je opatřeno digitálním výstupem, jsou údaje výsledků měření uváděny bez nutnosti jejich následného přepočítávání např. na milimoly/litr.

Na výkresu je znázorněn příklad provedení zařízení pro stanovení obsahu chloridů podle vynálezu.

Titrační nádoba 1 je naplněna elektrolytem 2, do kterého zasahují sběrná elektroda 6, první indikační elektroda 7 a druhá indikační elektroda 8. Na dně titrační nádoby 1 je umístěna plochá generační elektroda 3, na jejímž povrchu se otáčí ferromagnetické elektricky izolované míchadlo 4 působením otáčivého magnetického pole, v tomto případě permanentního magnetu 5 umístěného pod titrační nádobou 1.

Sběrná elektroda 6, tvořená stříbrným drátem, je připojena ke zdroji 12 proudu, který je druhým pólem připojen přes indikátor 14 titračního proudu k ploché generační elektrodě 3. První indikační elektroda 7 je přes zdroj 9 pomocného napětí připojena k prvnímu vstupu komparátoru 10 a druhá indikační elektroda 8 je připojena ke druhému vstupu komparátoru 10. Výstup komparátoru 10 je připojen jednak ke startovacímu obvodu 13 a jednak k zapisovači 18. Výstup startovacího obvodu 13 je připojen jednak ke zdroji 12 proudu a jednak ke vstupu digitálního čítače 17 a vstupu měřiče 11 času. Digitální čítač 17 je svým výstupem připojen k prvnímu vstupu jednotky 15 interface, jejíž druhý vstup je spojen s měřičem 11 času a jejíž výstup je spojen s registračním zařízením 16.

Startovací obvod 13, který vytváří funkci logického součinu s pamětí umožňuje volbu mezi automatickým a manuálním startem zařízení. Při trvalém vstupním signálu do startovacího obvodu 13 při automatickém režimu, např. aretovaným tlačítkem, se uplatňuje pouze stav komparátoru 10. Při manuálním startu, kdy startovací impuls do startovacího obvodu 13 je vyvolán např. stisknutím tlačítka, je zařízení startováno v případě určitého stavu na výstupu komparátoru 10. Po spuštění startovacího obvodu 13 se jednak vynuluje měřič 11 času a současně spustí zdroj 12 proudu, kterým protéká titrační proud. Velikost průtoku titračního proudu je

plynule v jemných krocích nastavitelná pomocí otočného digitálního spínače umístěného přímo v bloku zdroje 12 proudu. To vše platí v případě, že je ještě splněna podmínka správného nastavení výstupu komparátoru 10 dodáním chloridových iontů do elektrolytu 2 v titrační nádobě 1, působících snížení vodivosti elektrolytu. Titrační proud protéká ze zdroje 12 proudu přes plochou generační elektrodu 3 (anodu) s vývodem na boční nebo spodní ploše, která se průchodem proudu začne rozpouštět a uvolňovat ionty Ag^+ . Tyto ionty vstupují do elektrolytu 2, kde reagují s přítomnými ionty Cl^- za vzniku AgCl . Elektrolyt 2 je míchán míchadlem 4, aby koncentrace Ag^+ a Cl^- iontů byla v objemu elektrolytu rovnoměrná. Titrační proud dále probíhá sběrnou elektrodou 6 (katodou) a směřuje zpět do zdroje 12 proudu. Průtok tohoto proudu je možno indikovat indikátorem 14.

V okamžiku bodu ekvivalence se projeví přebytek volných iontů Ag^+ v elektrolytu a ty způsobí rychlý nárůst vodivosti indikačními elektrodami 7 a 8, takže v tomto okamžiku dojde v průchodu indikačního proudu ze zdroje 9 pomocného napětí přes nyní vodivý elektrolyt 2 a do něho vložené indikační elektrody 7, 8. Tím se změní napěťové poměry na vstupu komparátoru 10 a následně dojde k překlopení stavu jeho výstupu. Tímto signálem se zablokuje činnost zdroje 12 titračního proudu a zastaví se čítání časových impulsů na digitálním měřiči 11 času, který byl spuštěn současně po předchozím vynulování startovacím obvodem 13.

Kromě tohoto popisovaného případu činnosti lze pracovat s automatickým startem titrace tak, že se nepoužije startovací obvod 13, ale titrace počne automaticky probíhat vždy po přidání chloridových iontů do elektrolytu 2. Jakmile bude elektrolyt 2 obsahovat chloridové ionty, bude výstup komparátoru 10 překlopen, tím dojde k automatickému vynulování a následnému spuštění digitálního měřiče 11 času a spuštění zdroje 12 titračního proudu. Titrace se potom zastaví stejným způsobem, jak bylo již výše popsáno.

Údaj, který po dosažení bodu ekvivalence ukazuje digitální měřič 11 času, je přímo úměrný koncentraci chloridových iontů ve vzorku a nastavením vhodné rychlosti čítacích impulsů lze dosáhnout toho, že údaj zobrazený při zastavení titrace odpovídá přímo měřené koncentraci těchto iontů.

K digitálnímu měřiči 11 času lze na jeho výstup připojit jednotku 15 interface, k jejímuž výstupu je pak možno připojit registrační zařízení 16, např. tiskárnu, počítač apod. K výstupu startovacího obvodu 13 nebo komparátoru 10 může být rovněž připojen digitální čítač 17 sériového čísla vzorku, který může mít možnost volby pro jednotlivá měření vzorků, pro měření v dubletech nebo tripletech a který může být svým výstupem připojen na další vstup jednotky 15 interface. K výstupu komparátoru 10 může být připojen zapisovač 18 ke sledování průběhu postupu titrace.

Zařízení podle vynálezu je určeno ke stanovení obsahu chloridů ze vzorků např. biologického materiálu coulometrickou titrací.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Zařízení pro stanovení obsahu chloridů coulometrickou titrací, obsahující titrační nádobu s elektrolytem a elektrodami, zdroj pomocného napětí, zdroj proudu a komparátor, vyznačující se tím, že zdroj (12) proudu je jedním svým pólem připojen ke sběrné elektrodě (6) a druhým pólem ke generační elektrodě (3), první indikační elektroda (7) je přes zdroj (9) pomocného napětí připojena k prvnímu vstupu komparátoru (10) a druhá indikační elektroda (8) je připojena ke druhému vstupu komparátoru (10), jehož výstup je připojen k měřiči (11) času, přičemž v elektrolytu (2) v titrační nádobě (1) je míchadlo (4) uzpůsobené k otáčení magnetickým polem.

2. Zařízení podle bodu 1, vyznačující se tím, že mezi výstupem komparátoru (10) a měřičem (11) času je umístěn startovací obvod (13), který je svým výstupem připojen ke zdroji (12) proudu.

3. Zařízení podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že k výstupu měřiče (11) času je připojena jednotka (15) interface, k jejímuž výstupu je připojeno registrační zařízení (16).

4. Zařízení podle bodu 1 až 3, vyznačující se tím, že k výstupu komparátoru (10) nebo startovacího obvodu (13) je připojen čítač (17) sériového čísla vzorku.

5. Zařízení podle bodu 4, vyznačující se tím, že výstup čítače (17) sériového čísla vzorku je připojen k jednotce (15) interface.

6. Zařízení podle bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že výstup komparátoru (10) je připojen k zapisovači (18).

7. Zařízení podle bodů 1 až 6, vyznačující se tím, že mezi zdrojem (12) proudu a generační elektrodou (3) je zapojen indikátor (14) titračního proudu.

8. Zařízení podle bodů 1 až 7, vyznačující se tím, že ve zdroji (12) proudu je umístěn otočný digitální spínač.

1 výkres

