



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 40548

Kl. 42 I, 3/05

Politechnika Poznańska *)
(Zakład Badawczy Chemii — Zespół Gospodarstw Pomocniczych)
 Poznań, Polska

Sposób miareczkowania metodą polaryzacyjną oraz urządzenie do przeprowadzenia tego sposobu

Patent trwa od dnia 13 grudnia 1956 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób elektrometrycznego określania końca miareczkowania roztworami utleniającymi lub redukującymi, przy wykorzystaniu zjawiska polaryzacji i depolaryzacji elektrod. Gdy dwie elektrody platynowe, lub węglowe lub inne, niereagujące z oznaczanymi roztworami, są zanurzone w roztworze zawierającym nadmiar roztworu utleniającego lub redukującego, wówczas znajdują się w stanie spolaryzowanym lub zdepolaryzowanym. Przepływ prądu poprzez układ elektroda — roztwór — elektroda jest ułatwiony albo utrudniony w zależności od stanu polaryzacji czy depolaryzacji elektrod. Przy niewielkim przekroczeniu punktu końcowego miareczkowania następuje nagle spolaryzowanie lub zdepolaryzowanie elektrod, co charakteryzuje się nagłym skokiem napięcia prądu i odpowiada punktowi

równowagi w układzie reduktor — utleniacz. Oznaczanie punktu zaniku polaryzacji lub depolaryzacji elektrod można było dokonywać jedynie przy użyciu bardzo czułego galwanometru, kłopotliwego w obsłudze. Metoda ta nie mogła się rozpowszechnić ze względu na trudności aparaturowe i być wykorzystaną do dokonywania pomiarów masowych, gdzie jest wymagana szybkość, duża częstość pomiarów i pożądane zasadniczo automatyczne sterowanie dawkowania roztworów oznaczanego lub oznaczającego. Poza tym nawet najczulszy galwanometr pobiera prąd, przeto powoduje zniekształcenie obrazu zjawisk.

Według wynalazku stwierdzono, że elektrometryczne określanie końca miareczkowania, przy wykorzystaniu zjawiska polaryzacji i depolaryzacji elektrod, można przeprowadzić unikając dotychczasowych wad i niedogodności z dużą większą dokładnością pomiaru aniżeli na to pozwalały dotychczasowe metody, gdy w miejsce galwanometru stosuje się odpowiednio wykonane

* Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są dr Zbigniew Zagórski i mgr Stanisław Olszański.

urządzenie elektronowe, będące również przedmiotem wynalazku.

Urządzenie według wynalazku można równocześnie zastosować do automatycznego sterowania aparaturą miareczkującą, jak na przykład samoczynnego wkrapiania i przerywania wkrapiania roztworów.

Na załączonym rysunku przedstawiono przykładowo schemat połączeń urządzenia elektronicznego według wynalazku.

W celu przeprowadzenia miareczkowania roztworów metodą polaryzacyjną, zwłaszcza oksydacyjno-redukujących, stosuje się według wynalazku urządzenie elektronowe, które może być obsługiwane przez przyuczony personel i jest nieczułe na wstrząsy w przeciwieństwie do galwanometrów.

Urządzenie według wynalazku może być całkowicie zasilane z sieci lub z sieci i baterii suchych, z których pobiera się małe ilości prądu. Pomiar odbywa się praktycznie bezprądowo, pozwalając na zdjęcie krzywej miareczkowania i wykonanie samego miareczkowania bez zniekształceń, co było niemożliwe do osiągnięcia znanymi dotąd sposobami. Końcowy punkt miareczkowania zaznacza się nie jak w galwanometrach, trudnym obserwowaniem wskazówki lub śladu promienia świetlnego, lecz wyraźnym sygnałem, optycznym w postaci zapalającej się neonówki lub zmianą oka magicznego, lub akustycznym najlepiej brzęczyka lub dowolnym innym sygnałem. Urządzenie posiada łącznik, który jest zwierany w momencie punktu końcowego miareczkowania, przez co wywołuje impuls, który może być wykorzystany np. do samoczynnego zamykania biuretu, dzięki czemu może być w pełni zautomatyzowane.

Na załączonym rysunku E_1 , E_2 oznaczają zaciski elektrod pomiarowych, połączonych kondensatorem C_s , które powodują przy osiągnięciu punktu równowagi w roztworze powstanie bodźca, powodującego zadziałanie urządzeń sygnalizacyjnych, jak np. zapłonienia neonówki N , zadziałanie brzęczyka D oraz ewentualnie urządzeń sterujących połączonych z zaciskami S .

Schemat połączeń urządzenia według wynalazku przewiduje zasilanie prądem stałym układu pomiarowego i sterującego, przy czym urządzenia sygnalizacyjne stanowią osobny układ połączeń sterowany najlepiej ze względu na prostotę konstrukcji tyratronem i zasilany prądem zmiennym, odbieranym z transformatora T_2 pod napięciem bezpiecznym 24 V. Układ pomiarowy i sterujący jest zasilany prądem z sieci poprzez transformator T_1 , prostowany lampą prostowniczą L_1 , której prąd katodowy jest wzmacniany za pomocą wzmacnia-

cza prądu stałego L_2 , w postaci podwójnej triody. Siatki tej triody są połączone jedna z układem pomiarowym elektrod, druga zaś z punktem zerowym czyli ziemią, zaś w obwodach anodowych lampy L_2 znajdują się opory R_2 , R_3 połączone równolegle i szeregowo poprzez potencjometr P_1 , do którego doprowadzany jest stały prąd katodowy. Sam układ pomiarowy E_1 , E_2 jest zasilany prądem z ogniwa np. ogniwa suchego OS_1 , przy czym w obwodzie tym znajduje się przełącznik oprców szeregowo połączonych, które można stopniowo włączać w celu odpowiedniego dobrania oporu względem wewnętrznego oporu naczynia pomiarowego, co stwierdza się od razu empirycznie przy zdejmowaniu krzywej miareczkowania. Obwód z elektrodami pomiarowymi i oporami jest zasilany ogniwem suchym OS_1 i napięcie kompensuje się za pomocą suchego ogniwa OS_2 i potencjometru P_2 . Obwód $OS_2 - P_2$ jest połączony poprzez masę z katodą lampy wzmacniającej L_2 . Z przewodów anodowych lampy L_2 odprowadza się jedno odgałęzienie na tyratron L_3 sterujący urządzenia sygnalizacyjne i ewentualnie obwód sterujący autemat miareczkujący. Z równoległego zaś obwodu anodowego lampy L_2 odprowadza się napięcie na potencjometr P_3 połączony poprzez opór R_{12} z katodą tyratronu L_3 . Tyratron L_3 jest włączony celowo w obwód prądu zmiennego zasilany z transformatora T_2 , najlepiej o bezpiecznym napięciu 24 V. Tyratron L_3 powoduje zadziałanie przełącznika P , włączającego równocześnie sygnał optyczny, np. neonówkę N akustyczny, np. brzęczyk D , oraz powodujący pojawienie się impulsu na końcówkach S , które można przyłączyć do urządzeń sterujących biuretami.

Działanie urządzenia według wynalazku objaśnia niżej przytoczony przykład miareczkowania.

Przykład. W celu zmiareczkowania roztworu zawierającego nadmiar jodu do odliczonej objętości roztworu w kolbce pomiarowej, zanurza się elektrody platynowe, które wówczas znajdują się w stanie zdepolaryzowanym. Przepływ prądu przez taki układ elektroda — roztwór — elektroda jest ułatwiony. Elektrody te podłącza się do zacisków E_1 , E_2 urządzenia pomiarowego.

W celu zdjęcia krzywej i dobrania najkorzystniejszego uwydatnienia skoku napięcia operuje się gałką rozrządzającą przełącznikiem Prz , którą pozostawia się następnie nieruchomą przez cały czas trwania serii pomiarów roztworu jodu o przybliżonym lub tym samym stężeniu. Następnie operując gałką P_2 potencjometru, ustala się środek przeskoku napięcia przy równoczesnym wkrapianiu roztworu tiosiarcznanu, gdzie przy niewielkim przekroczeniu punktu końcowego miareczkowania,

na skutek pojawienia się lekkiego nadmiaru tiosiarczuanu, następuje nagłe spolaryzowanie elektrod, a w związku z tym utrudnienie przepływu prądu, odznaczające się charakterystycznym skokiem napięcia.

Z chwilą powstania równowagi w roztworze wskutek wkraplania roztworu mianującego, następuje nagłe zaplonienie neonówki oraz zabrzęczenie brzęczyka, przy czym impuls może spowodować zadziałanie dodatkowych urządzeń sterujących, powodujących natychmiastowe wstrzymanie dalszego wkraplania roztworu mianującego.

Sposób miareczkowania według wynalazku może mieć zastosowanie nie tylko w jodometrze ale również do oznaczania innych roztworów, np. do oznaczania chlorków, oznaczania zawartości wody w rozpuszczalnikach, zawartości fenolu itp. analiz ilościowych.

Według wynalazku całe urządzenie mogłoby być zasilane prądem stałym z transformatora T_1 , przy czym należałoby w tym przypadku w miejsce baterii doprowadzać prąd stały ustabilizowany za pomocą dowolnego stabilizatora.

Układ połączeń według wynalazku jest najkorzystniejszym do tego rodzaju urządzeń, lecz można zamiast tyratronu L_1 i zasilania układu sygnalizacyjnego prądem zmiennym zastosować również dowolny inny układ elektronowy, powodujący zadziałanie sygnału przy sterowaniu układem oznaczającym E_1, E_2, L_1 według wynalazku. Szczególnie korzystne, ze względu na nadzwyczajną prostotę konstrukcji aparatury, jest jednak stosowanie oddzielnego układu sygnalizacyjnego zasilanego prądem zmiennym, który powoduje przy zadziałaniu tyratronu L_1 samoczynne jego wygaśnięcie, a tym samym automatyczne wprowadzenie tyratronu w stan gotowy do ponownego zadziałania.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób miareczkowania metodą polaryzacyjną, znamienne tym, że do dokonania pomiaru skoku napięcia spowodowanego przejściem elektrod ze stanu spolaryzowanego (zdepolaryzowanego) do stanu zdepolaryzowanego (spolaryzowanego) stosuje się w miejsce galwanometru układ połączeń zawierający urządzenia elektro-

nowe, przy czym impuls wykorzystuje się do celów sygnalizacyjnych, zawiadamiających o pojawieniu się stanu równowagi w roztworze miareczkowanym jak i ewentualnie powodujących zadziałanie dodatkowych urządzeń sterujących, na przykład zamknięcia lub otwarcia biuret, odczyt ilości wypuszczonego roztworu miareczkującego itd.

2. Urządzenie do przeprowadzenia sposobu według zastrz. 1, znamienne tym, że składa się z układu połączeń kompensujących napięcia, obejmujących w jednym obwodzie zaciski elektrod (E_1, E_2), szeregowo połączone opory i źródło prądu, np. ogniwo suche (OS_1), w drugim obwodzie potencjometr (P_2) i źródło prądu na przykład ogniwo suche (OS_2), zaś obwód elektrod jest wprowadzony na siatkę najlepiej podwójnej triody (L_2), a obwód kompensacyjny (OS_2) na katodę lampy (L_2), przy czym lampa jest zasilana prądem stałym poprzez obwód (P_1) z oporami (R_2, R_3), z których impulsy są odprowadzane na siatkę tyratronu (L_1) i katodę tego tyratronu, umieszczonego w obwodzie prądu zmiennego tak, że impuls spowodowany skokiem napięcia przy osiągnięciu stanu równowagi powoduje uruchomienie przekaźnika (P) włączającego urządzenie sygnalizacyjne i sterujące (N, D, S).
3. Urządzenie według zastrz. 1 i 2, znamienne tym, że posiada urządzenie elektronowe, zasilane z sieci poprzez transformator (T_1) i lampę prostowniczą (L_1), oraz drugi układ zasilany prądem zmiennym poprzez transformator (T_2) obniżający napięcie najlepiej do 24 Volt.
4. Odmiana urządzenia według zastrz. 1-3, znamienne tym, że zamiast ogniw (OS_1 i OS_2) posiada doprowadzenia prądu stałego ze stabilizowanym napięciem.
5. Urządzenie według zastrz. 1-4, znamienne tym, że posiada zaciski elektrodowe (E_1, E_2) zwarte poprzez kondensator (C_1).

Politechnika Poznańska
(Zakład Badawczy Chemii Zespoł
Gospodarstw Pomocniczych)

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

