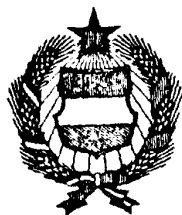


(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

B

(11)

194407

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO,

G 01 N 27/44
G 01 N 27/42

A bejelentés napja: (22) 86.05.27. (21) 2235/86

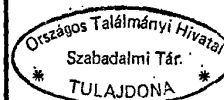
A bejelentés elsőbbsége: (33) CS:

(32) 85.05.31.

(31) (PV 3907-85, PV 3908-85)

A közzététel napja: (42) 1987.04.48.

Megjelent: (45) 1988.05.09.



Feltalálók(k): (72)

Berčík Juraj, Dzurov Ján, Vyskočil Leoš, Pozsony, CS

Szabadalmas: (73)

Slovenska vysoká škola technická, Bratislava, Pozsony, CS

(54)

Berendezés titrálási végpont kimutatására

(57) KIVCGNAT

A találmány tárgya kapcsolási elrendezés titrálási végpont kimutatására, amelynek titráló edénybe mérülő háromelektrodos érzékelőrendszere, feszültségstabilizátorra csatlakozik. Az érzékelőrendszer érzékelőelektrodja (5) kapcsoló (6) jelbemenetére csatlakozik, és a kapcsoló (6) kimenete mintavevő (7) jelbemenetére kapcsolódik. A mintavevő (7) kimenete mérőkészülékre csatlakozik. A kapcsoló (6) és a mintavevő (7) vezérlőbemenetei időzítőegységre (9) kapcsolódnak.

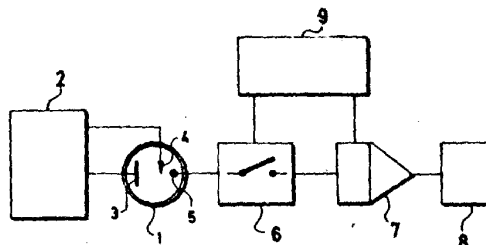


FIG. 1

A találmány tárgya berendezés titrálás végpontjának kimutatására impulzus integrálási eljárás segítségével.

A titkárás végpontjának kimutatása jelenti a nyom-elemek titrálással való elemzésének legfőbb problémáját. Az alkalmazott kijelzési eljárástól függ a titrálhatóság pontossága, helyessége és koncentrációhatára. Az elektronkémiai kijelzési eljárások közül a legérzékenyebb a potenciometrikus kijelzés polarizált elektródák segítségével, valamint az amperometriás kijelzés egy vagy két mérőelektród segítségével. Így tehát a titráló berendezésekhez többnyire potenciometrikus és amperometrikus kijelző elemeket alkalmaznak. Ezek a titrálást 10^{-3} – 10^{-6} mol/liter titrálási szintig teszik lehetővé, és csak kivételes esetben sikerül a titrálást 10^{-7} mol/liter titrálási határig elvégezni (például Cool, Reily, Furman: Anal. Chem. 23 1951, Ostergong, Anal. Chem. 46 1974 és 50 1978 illetve például 5×10^{-8} mol/liter titrálási szint elérését ismerteti Champion, Marinenko és Taylor: Anal. Chem. 42 1970), és azeket az eredményeket elektrometriai kijelzők alkalmazásával érték el. A jelenleg ismert és elektrometriai érzékelőkkel ellátott valamennyi elrendezés esetében korlátozó tényezőt jelent az a jelenség, hogy a vizsgálandó anyag alacsony koncentrációja miatt az áramjel igen kicsi értékű, kedvezőtlen a jel/zaj és jel/saját zaj közötti viszony, amelyek közül különösen a kapacitív áram csökkenti a kijelzés érzékenységét és korlátozza a titrálhatóság koncentrációhatását.

A találmány szerinti elrendezés lehetővé teszi a titrálási végpont kimutatási érzékenységének növelését és csökkenti a titrálhatósági koncentrációtartományt. A találmány szerinti elrendezés lényege abban van, hogy kapcsoló jelbemenetéhez mérőelektród csatlakozik és a kapcsoló kimenete mintavevő jelbemenetére csatlakozik, míg a mintavevő kimenete mérőkészülékre kapcsolódik. A mintavevő vezérlőbemenetei időzítőegységre csatlakoznak. A kapcsoló kimenete és a mintavevő jelbemenete közé integrátor iktatható be, amelynek vezérlőbemenete az időegységre kapcsolódik.

A találmány szerinti elrendezés előnyös tulajdonságai abban vannak, hogy a titrálás végpontjának kijelzésére áramreakciót használ, minden esetben a mérőelektród áramreakciójának időbeli integrálját, amely mérőelektródot olyan feszültségimpulzusok polarizálják, amelyek amplitúdóját kiválasztott és rákényszerített feszültség határozza meg. Az érzékelési jelszint lényegesen nagyobb, mint a jelenleg ismert amperometriás eljárások esetében, ami nagymértékben elnyomja a zajokat és ennek következtében a kijelzés érzékenysége és pontossága megnövekszik. A titrálási végpont az érzékelt jel polaritásának változásával jelezhető ki. A felsorolt előnyök lehetővé teszik a kijelzési érzékenység rendkívüli mértékben való megnövelését, és a titrálhatóság csökkentését. Kulometriás titrálhatóság koncentrációhatárának 10^{-10} mol/liter szintre való csökkentését. Kulometriás titrálás esetében a találmány szerinti titrálási végpont kijelzésére szolgáló elrendezésnek további előnyös tulajdonságát jelenti az, hogy a titrálás folytatása közben megszünteti a kijelző rendszer által kifejtett befolyást.

Különösen előnyös az a körülmény, hogy a kimenőjel közvetlenül a mérőelektród közelében levő koncentrációviszonyoktól függ, aminek révén lehetővé

válik, hogy a kijelzési elrendezést nagy érzékenységgű elektrokémiai detektorként lehessen használni, például folyadékkromatográfia és hasonló eljárások esetében.

A mellékelt rajzon a találmány szerinti kijelző elrendezés két kapcsolási elrendezését mutatjuk be. A rajzon az -

1. ábra a mérőelektród áramreakciójának közvetlen mérésére alkalmas kapcsolási elrendezés, a

2. ábra az 1. ábra szerinti kapcsolási elrendezés integrátorral kiegészítve.

Az 1. ábra szerint 1 titrálóedényben három elektródos rendszerben van elrendezve, amelynek 3 segéd-elektrodja, 4 viszonyítási elektródja és 5 mérőelektródja 2 feszültségforrásra csatlakozik. Az 5 mérőelektródhoz sorosan 6 kapcsoló csatlakozik, amelyet 9 időzítőegység periódikusan bekapcsol és megszakít. Az 5 mérőelektródot eközben feszültségimpulzusok polarizálják, amely impulzusok amplitúdóját a 6 kapcsoló bekapcsolásakor a mérőelektród pillanatnyi egyensúlyi potenciálja és a 6 kapcsoló megszakításakor potenciósztatikusan a mérőelektródra kényszerített feszültség határozza meg. Az 5 mérőelektród áramreakciójának pillanatnyi nagyságát megfelelő időpillanatban 7 mintavevő és a 8 mérőkészülék méri. A kijelző jel nagysága és polaritása a rákényszerített jel nagyságától és attól az időtől függ, amely idő alatt a mintavevő hatásos, továbbá az 5 mérőelektród egyensúlyi potenciáljának pillanatnyi értékétől a titrálás adott foka mellett, vagyis az elektromosan aktív komponens adott koncentrációjától. Megfelelően megválasztott értékű rákényszerített feszültség esetében a titráció végpontját a kijelző jel polaritásának változása jelzi.

A 2. ábra szerinti kapcsolási elrendezésnél a 6 kapcsoló és a 7 mintavevő közé 9 időzítőegység által vezérelt 10 integrátor van beiktatva. Az 5 mérőelektród polarizációs impulzusra gyakorolt áramhatását a 10 integrátor integrálja, például a 6 kapcsoló egy vagy több bekapcsolt periódusában. A 10 integrátor kimenőjelét a 7 mintavevő és a 8 mérőkészülék méri. A továbbiak során a 10 integrátor törlődik és újabb mérési ciklusra kész állapotba kerül.

A 2. ábra szerinti kapcsolási elrendezés előnyös tulajdonsága, hogy jobban elnyomja a zajt és az 1. ábrán bemutatott kapcsolási elrendezéssel szemben a mutatott jel nagysága nagyobb.

A találmány szerinti kapcsolási elrendezés alkalmazását példa kapcsán világítjuk meg. Példaként kulometrikus módszerrel kálium-dikromat oldatot titrálunk kulometrikusan előállított vasoxiddal. A titráláshoz platinaelektródot alkalmaztunk, és a rákényszerített feszültség egy mólus AgCl elektródhoz viszonyítva 0,75 V érték volt. A titrálás mérvado relatív pontossága $1,7 \times 10^{-6}$ – 3×10^{-9} mol/liter tartományban 1,2–7% volt. A titrálhatóság határa 8×10^{-10} mol/liter értékre adódott, ami 80 ml térfogatú titráló oldat esetében 6×10^{-11} anyagmennyiséget jelentett.

A találmány szerinti kapcsolási elrendezés mindenféle kvantitatív analízisnél és kulometrikus titrációs analízisnél alkalmazható, különösen alacsony és nagyon alacsony koncentrációk esetében, aminek általános jelentősége van a minőségnek laboratóriumi ellenőrzése során az élelmiszeriparban, a vegyi és gyógyszeriparban, valamint a környezetvédelemmel kapcsolatos nyomelemzések esetében. A találmány szerinti elrendezés nagy érzékenységgű elektrokémiai

detektorként is alkalmazható analitikai elválasztási eljárások során.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Kapcsolási elrendezés titrálási végpont kimutatására, amelynek titráló edénybe merülő háromelektrodos érzékelő rendszere feszültségstabilizátorra csatlakozik, a z z a l j e l e m e z v e, hogy az érzékelőrendszer érzékelőelektrodja (5) kapcsoló (6) jelbe-

5

menetére csatlakozik, és a kapcsoló (6) kimenete mintavevő (7) jelbemenetére kapcsolódik, továbbá a mintavevő (7) kimenete mérőkészülékre (8) csatlakozik, valamint a kapcsoló (6) és a mintavevő (7) vezérlőbemenetei időzítőegységre (9) kapcsolódnak.

10

2. Az 1. igénypont szerinti kapcsolási elrendezés, a z z a l j e l e m e z v e, hogy a kapcsoló (6) kimenete és a mintavevő (7) jelbemenete közé integrátor (10) van beiktatva, amelynek vezérlőbemenete az időzítőegységre (9) kapcsolódik.

2 db ábra

Kiadja: Országos Találmányi Hivatal
Felelős kiadó: Himer Zoltán

KÓDEX

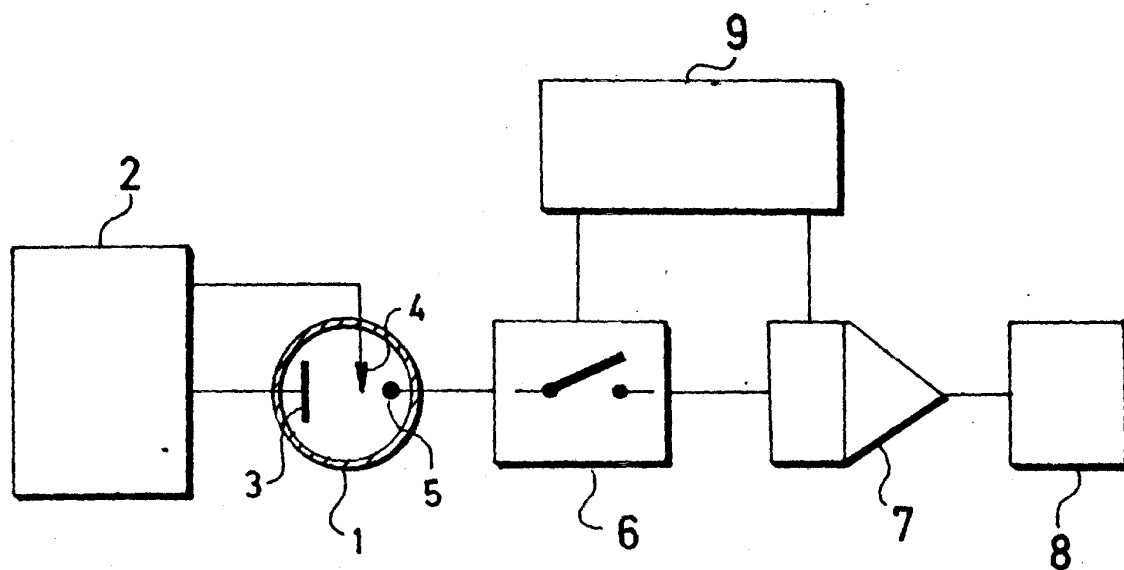


FIG. 1

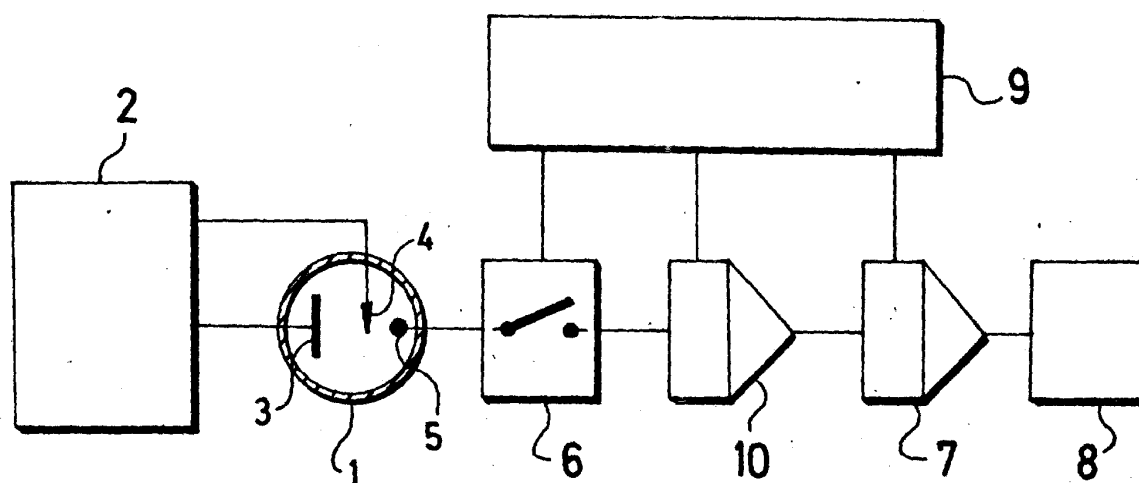


FIG. 2