

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 003

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
G 01 N 25/48

(21) PV 5117-86.W
(22) Přihlášeno 07 07 86

(40) Zveřejněno 15 12 88
(45) Vydáno 15 01 90

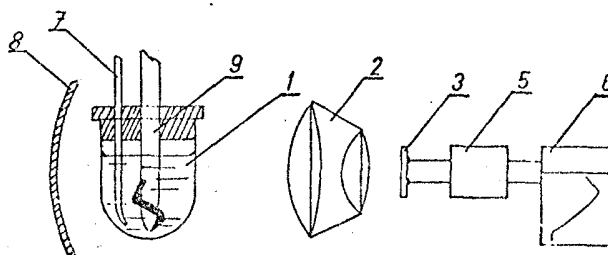
(75)
Autor vynálezu

ZÁNEK MIROSLAV ing. CSc., PRAHA

Aparatura pro termometrické titrace

(54)

(57) Aparatura pro termometrické titrace, sestávající z titrační nádoby s míchadlem, přívodu činiidla a snímače teplotních změn, u níž titrační nádoba je umístěna v předmětovém prostoru optické projekční soustavy tvořené jednou nebo více čočkami, například z germania nebo z křemíku a/nebo jedním nebo více dutými zrcadly, přičemž v obrazovém prostoru optické projekční soustavy je umístěn snímač infračerveného záření, například pyroelektrický detektor infračerveného záření. Při jeho použití je možno získávat derivační titrační křivky, pokud se záření vycházející z titrační nádoby nepřerušuje přerušovačem záření. Při zařazení přerušovače do optické dráhy se získávají normální titrační křivky.



Předmětem vynálezu je aparatura pro termometrické titrace, tj. pro odměrnou analýzu, při níž se bod ekvivalence zjišťuje sledováním změn teploty analyzovaného systému v závislosti na množství titračního činidla, přiváděného do nádoby, jejíž obsah se účinně míchá.

U běžně používaných aparatur pro termometrické titrace je v titrační nádobce, většinou skleněné a opatřené míchadlem a alespoň částečně tepelně izolované, jako čidlo teploty používán termistor ponořený do analyzovaného roztoku. Má-li tento polovodičový prvek mít rychlou odezvu na změny teploty, musí mít i velmi malou tepelnou kapacitu, tedy i malou hmotnost a malé rozměry. To se projevuje snadnou zranitelností, zvláště citlivostí na nárazy, a protože jsou tato čidla většinou skleněná, mohou se snadno poškodit, například nárazem od rychle rotujícího míchadla. Další nevýhodou je zanášení povrchu termistoru sraženinami nebo jinými úsadami z analyzovaných roztoků, takže se termistory musí často čistit a do nádoby znovu pracně montovat a adjustovat. Zvláště u titračních analýz nejsou takové práce příjemné a jejich časová náročnost práci zdržuje. Zmíněné úsady na termistoru jej tepelně izolují od analyzovaného systému, a tím zvyšují dobu odezvy na změny teploty, takže na titrační křivce, která zaznamenává závislost teploty na průběhu reakčního děje při konstantní rychlosti

dávkování titračního činidla, se objeví místo ostrých zlomů ohyby, které se obtížně vyhodnocují a znamenají vždy snížení přesnosti analýz.

Tyto nevýhody jsou díky aparatuře pro termometrické titrace podle vynálezu sníženy na minimum. Podstata vynálezu spočívá v tom, že titrační nádobka je umístěna v předmětovém prostoru optické projekční soustavy, tvořené jednou nebo více čočkami a/nebo jedním nebo více dutými zrcadly, přičemž v obrazovém prostoru je umístěn snímač infračerveného záření. Čočky mohou být zhotoveny výhodně z křemíku nebo z germania, neboť tyto materiály jsou pro infračervené záření transparentní, ale pro viditelnou část spektra opakní. Při použití pyroelektrického detektoru jako snímače infračerveného záření je nutno proto, aby bylo možno zachytit titrační křivky, zařadit do optické osy přerušovač záření. Není-li zařazen, přímě připojený zapisovač přímo derivační křivky.

Vyšší a nový technický účinek tkví jednak v oddělení titrační nádoby od snímače teplotních změn, který je v tomto případě představován snímačem infračerveného záření a tak je chráněn před poškozením, jednak přenos tepla z analyzovaného systému se uskutečňuje z většího objemu roztoku, protože optická projekční soustava snímá větší část plochy titrační nádoby, respektive jejího obsahu, a promítá na snímač infračerveného záření. Úsady, které mohou vznikat na vnitřní stěně titrační nádoby, se dají odstranit bez nebezpečí poškození snímače teplotních změn, který je v tomto případě mimo nádobku, na rozdíl od termistoru, který byl v titrační nádobce.

Další výhodou aparatury pro termometrické titrace podle vynálezu je možnost získat přímo derivaci signálu.

Na připojeném výkresu (obr.1.) je znázorněno uspořádání

aparatury pro termometrické titrace podle vynálezu se snímačem infračerveného záření rezistorového typu. Titrační nádobka 1 s přívodem 7 čínidla a míchadlem 9 je pro lepší fokusaci tepelného záření opatřena zrcadlem 8 a umístěna v předmětovém prostoru optické projekční soustavy 2, v jejímž obrazovém prostoru je umístěn snímač 3 infračerveného záření, připojený k vyhodnocovacímu obvodu 5, k jehož výstupu je připojen zapisovač 6 titračních křivek.

Na obr. 2. je uvedeno uspořádání aparatury pro termometrické titrace, kde oproti uspořádání na obr. 1. je snímačem 3 infračerveného záření pyroelektrický detektor infračerveného záření s předřazenou rotační dvoukřídlovou clonou 4 ve funkci přerušovače záření. Ostatní vztahové značky jsou stejné jako v obr. 1. V případě požadavku na derivaci signálu se vynechá rotační dvoukřídlová clona 4.

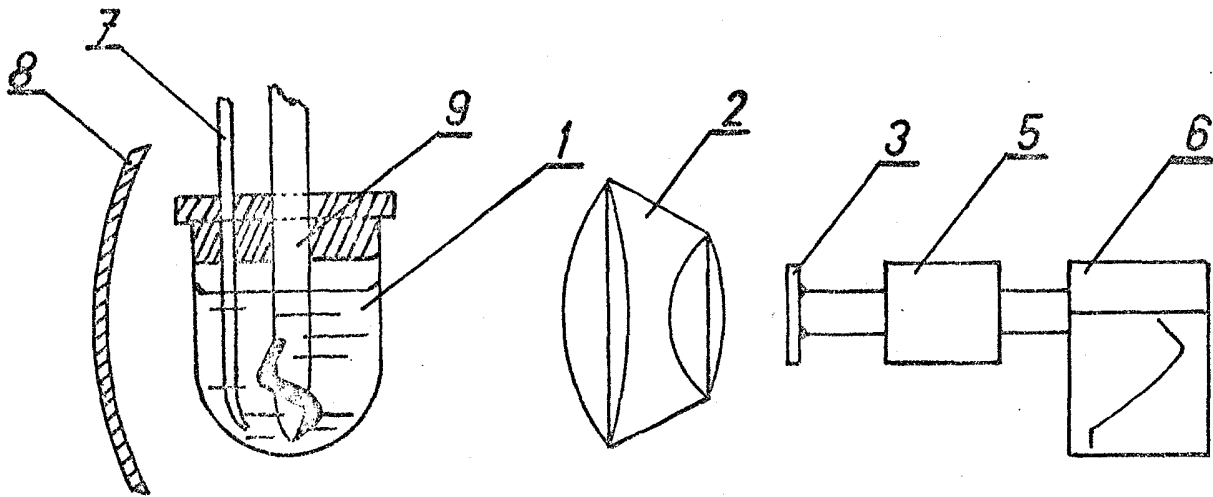
Funkce aparatury vyplývá již z uvedeného popisu a je možno ji stručně vyjádřit takto: Analyzovaný roztok se odpipetuje do titrační nádoby 1 a začne se kontinuálně přidávat titrační činidlo přívodem 7 za stálého míchání míchadlem 9. Je výhodné použít automatickou byretu podle AŽ 193 836, u níž je elektricky přes elektrovednou síť synchronizován posuv papíru zapisovače s dávkováním čínidla. Zároveň s dávkováním titračního čínidla přívodem 7 čínidla se posouvá synchronně papír v zapisovači 6 titračních křivek. V případě, že chemická reakce probíhající v titrační nádobce 1 je exotermická, začne teplota stoupat a tepelné záření se optickou projekční soustavou 2 promítá na snímač 3 infračerveného záření, převádějící dopadající infračervené záření na elektrický signál, zaváděný přes vyhodnocovací obvod 5 do zapisovače 6 titračních křivek. V bodě ekvivalence teplota přestane stoupat a na titrační křivce se objeví zlom,

jehož poloha od počátku přidávání titračního činidla, měřeno ve směru posuvu papíru, leží v bodě ekvivalence, tedy vzdálenost zlomu od počátku je přímo úměrná spotřebě činidla a tedy také obsahu určované složky v odpipetovaném vzorku.

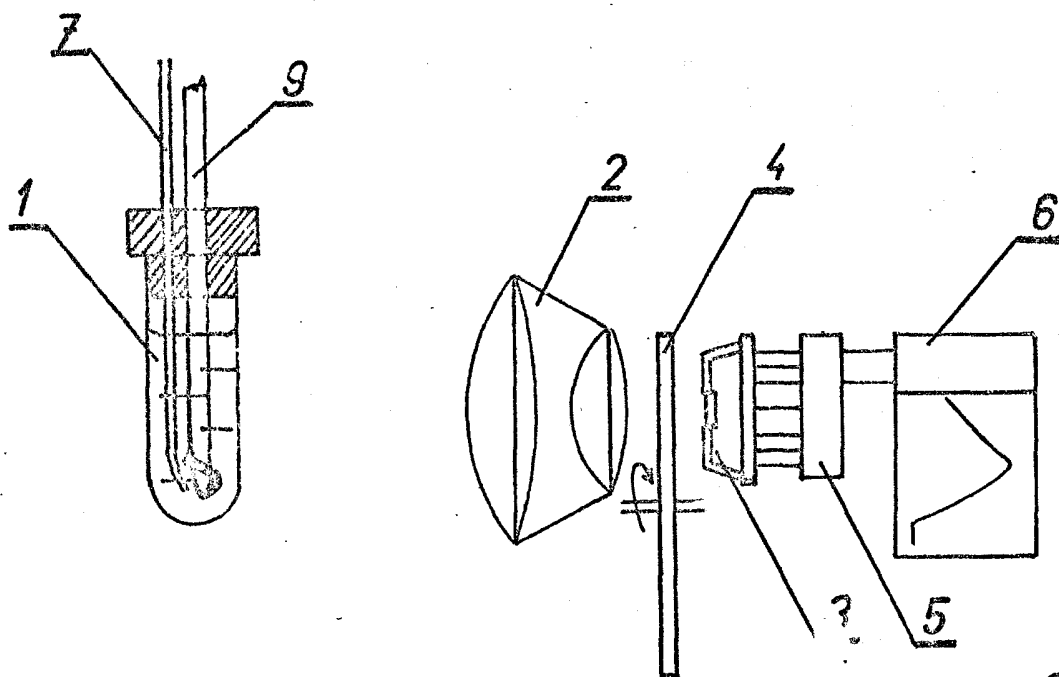
Aparatura pro termometrické titrace podle vynálezu se může uplatnit v analytické chemii, v hydrometalurgii i při fyzikálně chemických experimentech, například při studiu sorpčních vlastností zrnitých materiálů.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Aparatura pro termometrické titrace sestávající z titrační nádoby s míchadlem, přívodu činidla, snímače teplotních změn a vyhodnocovací části, vyznačená tím, že titrační nádoba (1) je umístěna v předmětovém prostoru optické projekční soustavy (2), tvořené jednou nebo více čočkami, zhotovenými například z germania nebo křemíku a/nebo jedním nebo více dutými zrcadly, přičemž v obrazovém prostoru optické projekční soustavy (2) je umístěn snímač (3) infračerveného záření.
2. Aparatura podle bodu 1, vyznačená tím, že snímač (3) infračerveného záření je pyroelektrický detektor infračerveného záření.
3. Aparatura podle bodů 1 a 2, vyznačená tím, že v optické ose buď mezi optickou projekční soustavou (2) a snímačem (3) infračerveného záření, nebo mezi titrační nádobkou (1) a optickou projekční soustavou (2) je umístěn přerušovač (4) záření.



OBR.1.



OBR.2.