

E X P E R I M E N T Á L N A T E C H N I K A

JEDNODUCHÝ SPÔSOB AUTOMATICKEJ TITRÁCIE V AKVAMETRII

JOZEF KOVÁČ

Výskumný ústav agrochemickej technológie v Bratislave-Predmestí

K. Fischerova metóda na stanovenie vody [1] a dôkaz funkčných skupín organických zlúčenín [2—4] sa v poslednom desaťročí veľmi rozšírili. Metóda sa zakladá na Bunsenovej reakcii



Aby reakcia prebiehala smerom doprava, viažu sa produkty reakcie na pyridín vo forme adičných zlúčenín. Okrem pyridínu musí činidlo obsahovať metylalkohol, prípadne iné vhodné rozpúšťadlo, ktoré udržuje adičné zlúčeniny pyridínu v roztoku a spôsobuje, že reakcia je špecifická na vodu [5].

Titračné metódy a stanovenie ekvivalentného bodu

Vizuálna metóda nevyžaduje osobitnú aparatúru. Zakladá sa na zafarbení titrovaného roztoku, spôsobenom nadbytočnou kvapkou Fischerovho činidla. Prechod nie je dosť presný a nedá sa použiť v zakalených a zafarbených roztokoch.

Elektrometrická metóda [6] indikuje ekvivalentný bod prudkou zmenou prúdu nadbytočnou kvapkou činidla. Náhlu zmenu prúdu indikuje citlivý galvanometer zapojený v sérii titračnej nádobky a vloženého napätia, prípadne magické oko po predchádzajúcom elektrónkovom zosilnení [7]. Uvedené spôsoby indikácie ekvivalentného bodu vyžadujú stále sledovanie priebehu titrácie. Najmä pri stanoveniach, kde sa nepozná približný obsah vody, zaberá titrácia dosť času. Všetky tieto nevýhody odstraňuje automatická titrácia [8]. Z uvedených dôvodov nahradili sme ručnú titráciu automatickou. Prístroj je taký jednoduchý, že je menej nákladný ako prístroj na ručnú titráciu s citlivým galvanometrom, pričom pre bežné účely nahradí automatické zahraničné prístroje.

Princíp automatickej titrácie

Je to v podstate ručná elektrometrická titrácia, avšak s tým rozdielom, že namiesto galvanometra, zapojeného v sérii okruhu titračnej nádobky a vkladného napätia, je citlivé relé o spínacom prúde 10μ A. Spínacie kontakty tohto relé uzatvárajú cez pomocné relé prúdový okruh solenoidu, ktorého elektromagnet stlačí kaučukovú hadičku, čím okamžite zastaví prítok činidla.

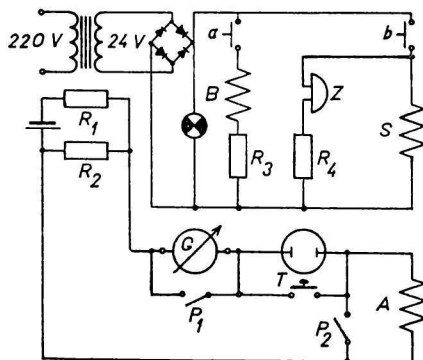
Technické údaje a opis dvojčinného spínacieho relé

Dvojčinné spínacie relé typu *F* je stavané na princípe otočnej cievky v magnetickom poli, teda podobne ako meracie prístroje Depréz d'Arsonval. Namiesto rúčky je na otočnej cievke upevnený kontakt. Tento pri prúdovom impulze, ktorý má za následok okamžitú

výchylku cievky, spojí žiadaný obvod cez niektorý z dvoch dotykov podľa polarítu riadiaceho prúdu. Relé má pomerne malú časovú konštantu, t. j. pracuje s veľmi malým oneskorením.

Technické údaje

Spínací prúd pri strednej polohe rozdeľovacieho kontaktu je $10 \mu\text{A}$; odpor otočnej cievky je $20\,000\ \Omega$. Dovoľené zataženie cievky je maximálne $1\ \text{mA}$ (jednosmerný), dovoľené napätie cievky je maximálne $2\ \text{V}$. Dovoľené prúdové zataženie spínacích kontaktov je $80\ \text{mA}$.



Obr. 1.

Schéma zapojenia prístroja

Na zdroji jednosmerného napätia (suchý článok, akumulátor) sa dvojicou odporov $R_1 = 1000\ \Omega$, $R_2 = 100\ \Omega$ zapojených vo funkcii deliča napätia odvetví nízke napätie ca $400\ \text{mV}$. Odvetvené napätie má v sérii nádobku s dvojicou platinových elektród a vinutie otáčavej cievky relé A . V bezprúdovom stave sú kontakty a rozopnuté. Po dosiahnutí ekvivalentného bodu preteká vinutím relé A prúd a kontakty a spoja prúdový okruh vinutia relé B cez odpor R_3 . Spínacie kontakty relé B b zapojením jednosmerného prúdu do vinutia solenoidu uvedú do činnosti uzatváracie zariadenie na byrete. Relé B umožňuje zapojenie okruhu solenoidu, cez ktorý preteká taký značný prúd, že by poškodil spínacie kontakty relé A , ktoré znesú maximálne prúdové zataženie $80\ \text{mA}$. Kontakty b súčasne zapínajú signalizačné zariadenie (zvonček) zapojené cez odpor R_4 na vinutie solenoidu S .

Na schéme je naznačená aj možnosť použitia ručnej titrácie. V sérii titračnej nádoby je galvanometer, ktorého vinutie sa môže vyradiť prepínačom zapojeným paralelne na jeho svorky. Podobne možno druhým prepínačom vyradiť vinutie cievky relé A . Pri ručnej titrácii je prepínač P_1 vypnutý a P_2 zapnutý. Pri automatickej titrácii sú funkcie prepínačov obrátené. Paralelne k elektródam titračnej nádoby je zapojené kontrolné tlačidlo T . Pri jeho stlačení zaznie zvonček a uzatvorí sa byreta. Tým je prístroj pripravený na titráciu.

Pracovný postup

Automatická byreta sa naplní činidlom a odčítá sa hodnota na byrete pri uzatvorenej tlačke umiestenej na kaučukovej hadičke tesne nad uzatváracím zariadením. Nato podložíme titračnú nádobku so vzorkou a po utesení nastavíme vhodnú rýchlosť kvapkania

čínidla pomocou tlačky a miešania roztoku (magnetická miešačka). Automat titruje samostatne až do ekvivalentného bodu, keď zaznie signalizačné zariadenie a uzatvorí sa byreta. Potom uzatvoríme tlačku na byrete, vypneme hlavný vypínač (indikačná žiarovka zhasne) a odčítame spotrebu.

Pripomienky

Tesne pred ekvivalentným bodom vzniká lokálne pretitrovanie. To sa prejaví okamžitým uzatvorením byrety, ale súčasne pripustením ďalšej kvapky, len čo sa roztok premieša. Prístroj dotitrováva po kvapke. Počas dvojročnej práce na prístroji nevyskytli sa nijaké poruchy, iba kaučukovú hadičku bolo potrebné po troch mesiacoch vymeniť, pretože stratila pružnosť.

Ďakujem inž. J. Roháčovi a L. Winklerovi za pomoc pri zhotovení prístroja.

Súhrn

V práci sa opisuje jednoduchý spôsob automatickej titrácie v akvametrii.

ПРОСТОЙ СПОСОБ АВТОМАТИЧЕСКОЙ ТИТРАЦИИ В АКВАМЕТРИИ

ИОСИФ КОВАЧ

Исследовательский институт агрохимической технологии в Братиславе-Предместье

Выводы

Автор описывает в работе простой способ автоматической титрации в акваметрии.

Поступило в редакцию 11. 12. 1956 г.

EINFACHES VERFAHREN DER AUTOMATISCHEN TITRATION IN DER AQUAMETRIE

JOZEF KOVÁČ

Zusammenfassung

Der Autor behandelt ein einfaches Verfahren der automatischen Titration in der Aquametrie, das von ihm entwickelt wurde.

In die Redaktion eingelangt den 11. 12. 1956

LITERATÚRA

1. Fischer K., *Angew Chem.* 48, 394 (1935). — 2. Mitchell J. jr., Smith D. M., *Aquametry*, New York 1948, 396. — 3. Eberius E., *Chem. Technik* 1952, 291. — 4. Bryant W. M. D., Mitchell J. jr., Smith D. M., *J. am. chem. Soc.* 62, 1 (1940). — 5. Smith D. M., Bryant W. M. D., Mitchell J., *J. am. chem. Soc.* 61, 2407 (1939). — 6. Foulk C. W., Bawden A. T., *J. am. chem. Soc.* 48, 2045 (1926). — 7. McCauley C. A., Gresham W. J., *Anal. Chem.* 27, 1847 (1955). — 8. Frediani H. A., *Anal. Chem.* 24, 1126 (1952).

Došlo do redakcie 11. 12. 1956