

х/г 52/87

п. 2716



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГОСУДАРСТВЕННОМ КОМИТЕТЕ СССР ПО НАУКЕ И ТЕХНИКЕ
(ГОСКОМИЗОБРЕТЕНИЙ)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№

1607084

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР, Госкомизобретений выдал настоящее свидетельство на изобретение:
"Устройство для химического анализа природных вод"

Заявитель: ЛЕНИНГРАДСКИЙ ГОРНЫЙ ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА

Автор (авторы): Шемякин Владимир Николаевич и Абрамов Владимир Юрьевич

Заявка №

4408227

Приоритет изобретения

4 февраля 1988 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Союза ССР

15 июля 1990 г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

Ю. В. Гален
Зинин



п. 27/87
6.2.91.



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1
(21) 4408227/31-26
(22) 04.02.88
(46) 15.11.90. Бюл. № 42
(71) Ленинградский горный институт
им. Г. В. Плеханова
(72) В. Н. Шемякин и В. Ю. Абрамов
(53) 543.7(088.8)
(56) Патент США № 3741727, кл. 23—230,
G 01 N 31/22, опублик. 1973.

(54) УСТРОЙСТВО ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО
АНАЛИЗА ПРИРОДНЫХ ВОД

(57) Изобретение относится к гидрогеологии,
гидрохимии, аналитической химии, мо-
жет быть использовано в бальнеологии,

Изобретение относится к гидрогеологии,
гидрохимии, аналитической химии и может
быть использовано в бальнеологии, в хи-
мическом анализе сточных вод.

Целью изобретения является обеспече-
ние удобства работ в полевых условиях и
повышение точности объемного титриметри-
ческого анализа.

На чертеже представлен общий вид ус-
тройства для химического анализа природ-
ных вод.

Устройство состоит из стакана 1, ампулы
2 для реагента, расположенной на дне ста-
кана 1, и цилиндра 3, установленного в ста-
кане 1 без зазора и выполненного в верх-
ней части с опорными плечиками, а в ниж-
ней части с острыми кромками. Стакан 1 и
цилиндр 3 из гидрофобного прозрачного ма-
териала — полиметилметакрилата. На по-
верхности стакана и цилиндра нанесена
шкала.

Кромка цилиндра 3 выполнена под уг-
лом $\alpha=45^\circ-75^\circ$. Выбор интервала угла α
нижней кромки цилиндра обусловлен тем,
что при заточке под углом меньше 45° воз-

2
в химических анализах сточных вод и поз-
воляет обеспечить удобство работы в поле-
вых условиях и повысить точность объем-
ного титриметрического анализа. Устройство
содержит стакан из гидрофобного прозрач-
ного материала, ампулу для реагента, рас-
положенную на дне стакана, и цилиндр,
установленный в стакане без зазора и вы-
полненный в верхней части с опорными
плечиками, а в нижней части с острыми
кромками, причем на поверхности стакана
и цилиндра нанесена шкала. Стакан и ци-
линдр выполнены из полиметилметакрилата.
Кромки цилиндра выполнены под углом $45-75^\circ$. 2 з.п. ф-лы, 1 ил.

можно повреждение нижней кромки об ам-
пулу, а при угле, большем 75° , для разби-
тия ампул потребуется большее давление
за счет увеличения площади контакта ам-
пула—нижняя кромка.

Стакан 1 выполняет функцию колбы для
титрования и одновременно является изме-
рителем объема исследуемой воды, исполь-
зуемой для титрования.

Цилиндр 3 выполняет роль бойка для раз-
бивания ампул 2 с реагент-титраном, а так-
же позволяет максимально использовать ра-
бочий объем стакана 1 при заполнении
его исследуемым раствором в процессе тит-
рования.

При отсутствии цилиндра 3 невозможно
использовать для титрования даже полови-
нный объем стакана 1, так как при титро-
вании производится непрерывное перемешива-
ние, которое при отсутствии цилиндра 3
может привести к всплескиванию раствора.
Присутствие выдвижного цилиндра 3 позво-
ляет резко увеличить рабочий объем ус-
тройства, повысив высоту верхней кромки
цилиндра до уровня, исключающего перели-
вание раствора при перемешивании.

Объем стакана 1 может быть использован максимально (до верхней отметки шкалы), так как при перемешивании раствора, полностью заполняющего этот объем, не происходит его перелив за счет просачивания между стенками стакана и цилиндра. Это объясняется гидрофобностью оргстекла и хорошей шлифовкой поверхностей цилиндра 3. В крайнем случае для титрования может быть использована часть объема цилиндра 3, так как по указанным причинам выливание (просачивание) раствора не происходит. В этом случае нижняя кромка цилиндра 3 должна быть не выше верхней отметки шкалы стакана 1. Объем измеряется как сумма объемов стакана 1 и цилиндра 3.

Ампулы 2, применяемые для анализа (ампулы стеклянные типа В для лекарственных средств, стекло НС—3), заполняются реагентом-титрантом из микробюретки и запаиваются на пламени газовой горелки или спиртовки.

Используемый при этом способ анализа является способом обратного титрования. Он исключает использование дистиллированной воды и других водных растворов в полевых условиях. В качестве анализируемого объекта и титрующего раствора используется единственный раствор — природная вода.

Работа устройства заключается в следующем.

В стакан 1 устройства помещается ампула 2, содержащая точно дозированное количество реагента-титранта, вставляется цилиндр 3, добавляется произвольная часть (~50 мл) исследуемого раствора, путем резкого удара по цилиндру 3 ампула 2 разбивается и, если в реагент-титрант предварительно не был введен индикатор, то он вводится в этот раствор, при необходимости создают определенные условия для титрования, дополнительные реагенты вводятся в сухом виде мерником, после изменения окраски его, отвечающей перититрованный пробе, производится титрование исследуемым раствором путем добавления его из любого небольшого сосуда, не обязательно мерного. Если окраска индикатора не соответствует окраске его в перетитрованном растворе, то в устройство вводится вторая (или третья) ампула 2, которая разбивается тем же способом. Далее содержимое титриметра титруется путем постепенного прибавления исследуемого раствора из любого сосуда, не обязательно мерного. После изменения окраски раствора на отвечающую точке эквивалентности производят измерение объема исследуемой воды, прошедшей на титрование. Измерение объема осуществляется по шкале, нанесенной на стакане 1, при поднятом цилиндре 3 до положения касания нижней кромки его поверхности раствора в стакане 1.

В том случае, когда при титровании рабочий объем стакана 1, соответствующий верхней риску шкалы, будет превзойден до достижения точки эквивалентности, титрование продолжают при максимально выдвинутом цилиндре 3 (нижняя кромка цилиндра 3 совмещена с верхней риской шкалы объема стакана 1), объем исследуемой воды равен в данном случае сумме отсчетов по стакану 1 и цилиндру 3.

Результат анализа вычисляют по формуле

$$D = \frac{a \cdot n \cdot 1000}{(Y - Y_a \cdot n)} \text{ мг-экв/л,}$$

где D — содержание определяемого компонента, мг-экв/л;

a — содержание реагент-титранта в ампуле, мг-экв;

n — число ампул, использованных на определение;

Y — объем раствора, пошедший на титрование, мл;

Y_a — объем раствора титранта, мл; 1000 — пересчетный коэффициент.

Пример. В стакан 1 устройства помещают ампулу 2, содержащую 0,5 мг-экв соляной кислоты, и индикатор — метилоранж. Вставляют цилиндр 3, добавляют приблизительно 50 мл исследуемой воды и легким ударом рукой по верхней кромке цилиндра 3 разбивают ампулу 2. Раствор в устройстве окрашивается в красный цвет, что отвечает перетитрованной пробе. Далее из полиэтиленовой фляги добавляют тонкой струйкой исследуемую воду в устройство, содержимое которого непрерывно перемешивают вращательными движениями. В процессе титрования нижняя кромка цилиндра 3 располагается выше уровня воды стакана 1. Такое положение поддерживают при помощи соответствующего положения пальцев руки, удерживающей титриметр. Окраска раствора в процессе титрования просматривается только через стенки стакана 1.

После того, как раствор в устройстве окрашивается в оранжевый цвет, отвечающий точке эквивалентности, титрование прекращают. Далее перемещением цилиндра до положения, отвечающего соприкосновению нижней кромки с поверхностью раствора в стакане, по шкале последнего снимают отсчет, отвечающий объему раствора в титриметре, который оказывается равным 90 мл. Результаты анализа подставляют в формулу:

$$D = \frac{0,5 \cdot 1 \cdot 1000}{90 - 2 \cdot 1} = 5,68 \text{ мг-экв/л.}$$

Следует отметить, что перелив исследуемой воды в титриметр выше точки эквивалентности не вызывает существенных оши-

бок в определении концентрации компонентов исследуемой воды, так как предлагаемый способ рекомендуется только для пресных и слабоминерализованных вод, и перелив даже 1 мл вызывает ошибку менее 1%.

Для проведения анализа могут быть использованы различные реагенты-титранты, запаиваемые в ампулы. Количество реагента-титранта точно дозируется в ампулы при помощи высокоточной бюретки. В зависимости от величины определяемых концентраций могут быть использованы ампулы с различным содержанием реагента-титранта. Перед проведением анализа ампулу вводят в стакан устройства, вставляют в него цилиндр и добавляют в него произвольное количество (примерно 50 мл) исследуемого раствора. При необходимости, например при трилонометрических определениях, мерниками вводят сухие твердые реагенты (буфер), создающие оптимальные условия титрования и индикатор (если он не введен предварительно в ампулу с реагент-титрантом). Разбивание ампул производится при помощи кромки цилиндра, перемещаемого в полости стакана.

Количество реагента-титранта в ампуле должно быть больше количества определяемого компонента в предварительно добавленном объеме исследуемого раствора, т.е. раствор приобретает цвет, отвечающий окраске индикатора в перетитрованной пробе. Титрование исследуемым раствором производится до легкого изменения окраски, отвечающей точке эквивалентности. В расчетах результатов анализа участвует только одна переменная величина — объем исследуемого раствора, пошедшего на титрование. Величина этого объема оценивается по шкале, расположенной снаружи цилиндра. Использование для титрования, а следовательно, и для расчетов результатов анализа не объема реагента-титранта, применяемого при традиционном прямом методе титрования, а объема исследуемого раствора, который в данном случае является и растворителем и титрантом, позволяет существенно повысить точность анализа.

Для сравнения традиционного способа титрования и способа обратного титрования в предложенном устройстве даны следующие примеры.

5 При определении общей жесткости воды, равной 0,50 мг-экв/л, путем титрования 100 мл ее объема 0,1 н раствором трилона Б при помощи бюретки, имеющей минимальное значение шкалы 0,1 мл, ошибка определения составит 20%.

10 При определении общей жесткости воды, равной 0,50 мг-экв/л, путем титрования исследуемой водой, при предварительном введении в устройство из ампулы 0,5 мл 0,1 н раствора трилона Б для получения ошибки в 20% необходимо, чтобы минимальное значение шкалы устройства соответствовало 25 мл. Цена же деления искомого устройства 2 мл.

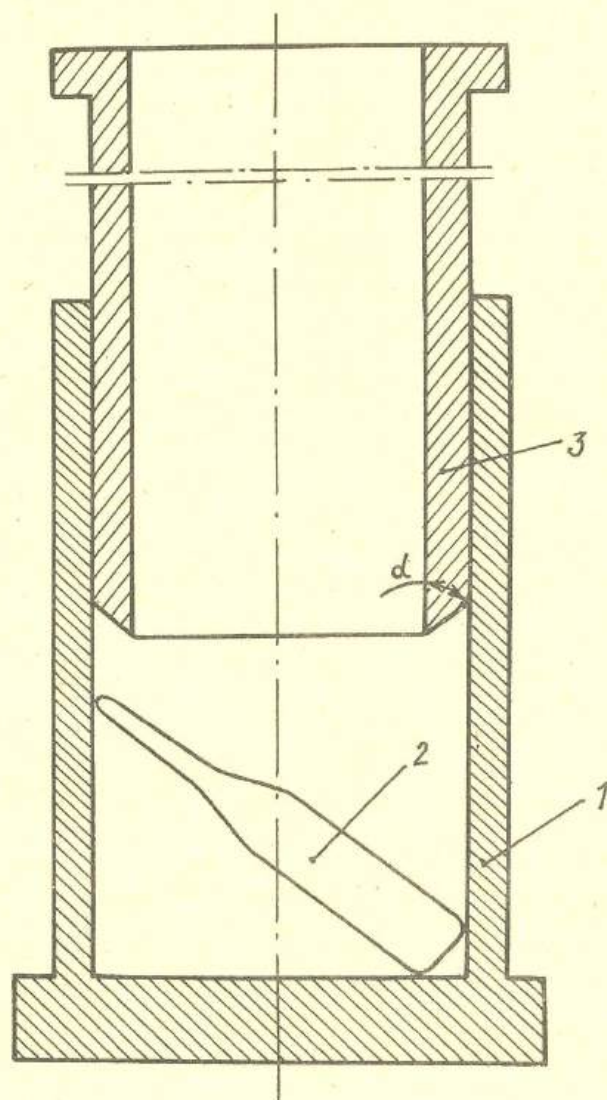
15 Таким образом, осуществление обратного титрования при помощи титрометра с предварительной дозировкой реагента-титранта в ампулы и измерение объема исследуемого раствора, пошедшего на весь процесс титрования, при помощи шкалы, расположенной на стенке внешнего цилиндра, 25 позволяет достичь существенного увеличения точности анализа.

Формула изобретения

1. Устройство для химического анализа 30 природных вод, содержащее стакан из гидрофобного прозрачного материала и ампулу для реагента, расположенную на дне стакана, отличающееся тем, что, с целью обеспечения удобства работ в полевых условиях и повышения точности объемного титриметрического анализа, оно снабжено цилиндром, установленным в стакане без зазора и выполненным в верхней части с 35 опорными плечиками, а в нижней части с острыми кромками, причем на поверхности стакана и цилиндра нанесена шкала.

40 2. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что стакан и цилиндр выполнены из полиметилметакрилата.

3. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что кромки цилиндра выполнены под углом 45—75°.



Редактор О. Спесивых
 Заказ 3555
 Составитель А. Домбровская
 Техред А. Кравчук
 Тираж 487
 Корректор М. Максимишинец
 Подписное
 ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5
 Производственно-издательский комбинат «Патент», г. Ужгород, ул. Гагарина, 101