

DAB—1型数字自动滴定管的研制

方建安

(中国科学院南京土壤研究所)

陈模 陈亚华 蒋为民

(江苏电分析仪器厂)

摘 要

本文介绍了DAB—1型数字自动滴定管的原理、结构、精度和使用范围。

滴定法是一种常量精密测量离子浓度的方法。所有的滴定方法如电位滴定法、光度滴定法、极谱滴定法、电导滴定法和温度滴定法等，都需要一个正确发送滴定剂的滴定管，而数字自动滴定管是当今滴定法中最常用的分析工具。

1979年，中科院南京土壤所在国内首先研制出79—2型数字自动滴定管^[1]，虽然它具有较好的精度、较高的自动化程度和较强的功能的特点，在容量分析与计算机滴定中发挥了很好的作用。但由于当时元件的限制，采用了分立元件，造成电路较复杂、体积较大和成本较高等缺点，同时机械部件加工要求高，对注射器等部件的尺寸选择比较困难，严重地影响了数字自动滴定管的产量提高与推广应用。因此我们联合研制了新型的DAB—1型数字自动滴定管，元件具有体积小、功能强、精度高等特点。是常规容量分析和实现计算机滴定的理想产品。

一、原理与结构

(一)工作原理

DAB—1型数字自动滴定管由控制、显示电路与机械部分组成。采用步进电机通过机械传动系统推动注射器，由计数器与六拍脉冲分配器实行同步计数，完成体积量与数字量的转换。它的功能流程如图1所示。

仪器的初始状态是阀在滴定状态。当按动“滴定启动”钮后，数字自动滴定管开始滴定，在滴定到达终点或定值加液数值时，滴定自动停止，读出结果。如果注射器到达空管时，而滴定还未到达终点或定值加液数值时，则产生一个Busy讯号(供计算机滴定时用)，使阀处在吸液状态，吸液至满管时，使阀处在滴定状态，继续进行滴定，与此同时解除Busy讯号(供计算机滴定用)。

(二)控制与显示电路

它包括信号源、计数与显示电路、定值加液控制电路、六拍脉冲分配器、驱动电路、

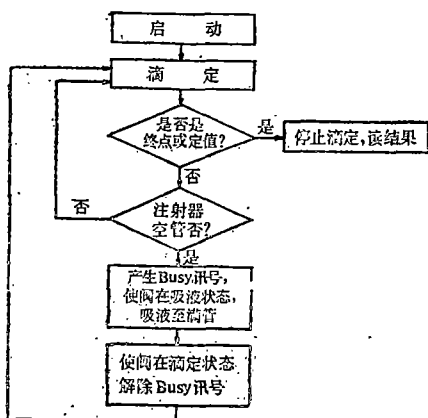


图1 DAB—1型数字自动滴定管功能流程

控制电路和电源等部分，如图2所示。

1. 信号源有滴定信号与吸液(包括清洗)信号两种。滴定信号源产生2C/s~22C/s信号，供给六拍脉冲分配器，使步进电机正转，滴定速度在0.75ml/分~6ml/分范围内连续可调。吸液信号源产生频率为46C/s的反转信号，实现快速吸液与清洗。

2. 计数与显示电路。采用计数与LED显示电路合一的模块(LCL002)以减小体积。体积量数字显示为4位，显示范围为0.01~99.99ml，最小读数为0.01ml。

3. 定值加液控制电路。主要用于实现人工定值加液，它由4位BCD拨盘开关与一个符合门组成。当计数电路的BCD码与定值加液的拨盘开关BCD码相同时，符合门输出一控制信号，使加液停止。预置加液值为0.01~99.99ml。

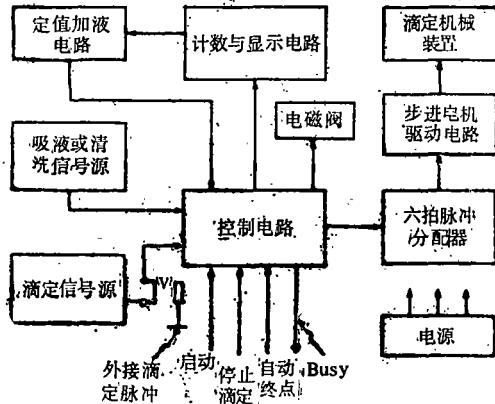


图2 DAB-1型数字自动滴定管结构框图

4. 六拍脉冲分配器与驱动电路。由CH250集成电路组成的六拍脉冲分配器使步进电机45BF3/3A按A—AB—B—BC—C—CA的次序循环通电顺时针旋转或按A—AC—C—CB—B—BA的次序循环通电逆时针旋转，这种工作状态，步进电机的步距角1.5°。

六拍脉冲分配器不能直接推动步进电机

工作，需要有一个驱动电路，45BF3/3A的单相静态电流为200mA。

5. 控制电路。它能实现自动滴定，自动换阀(滴定与吸液状态之间的转换)、自动补液，并产生Busy信号，自动停止滴定等功能。所以DAB—1型数字自动滴定管是一个自动化程度很高的滴定管，它与中科院南京土壤所生产的计算机滴定仪联用实现计算机滴定特别方便。

(三)机械部分

DAB—1型数字自动滴定管的机械传动部分不是采用常规的丝杆螺母传动方式来实现步进电机的圆周运动转换为注射器活塞的直线运动的方法，而是采用钢丝绳牵引的传动方式，如图3所示，它较传统的传动方式有下面两个突出的优点：

(1) 钢丝绳牵引传动方式不存在空位间隙问题，因此不需要用空位自动补偿的方法来保证滴定精度；

(2) 由于这种传动方式没有螺距加工的限止，可以无级的加工钢丝绳绞盘轮。因此对注射器直径没有严格的要求，滴定剂的发送体积大小可以由钢丝绳绞盘轮直径来校正。

45BF3/3A 步进电机在六拍脉冲环形分配器进行供电时，它的步距角为1.5°，因此电机转一周需要240个脉冲，在注射器的半径为R条件下，当注射器的活塞移动距离为L时，则注射器的体积变化为： $V = \pi R^2 L$ (1)

而注射器的体积误差为：

$$dV = \frac{\partial V}{\partial R} \cdot \Delta R + \frac{\partial V}{\partial L} \cdot \Delta L = 2\pi RL\Delta R + \pi R^2 \cdot \Delta L \dots\dots$$

..... (2)

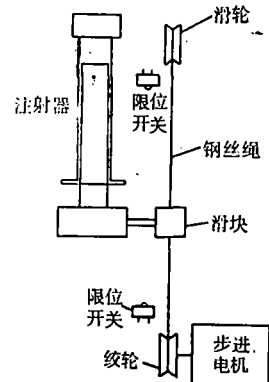


图3 机械部分示意图

从式(2)中可见,注射器的直径愈小,滴定精度愈高。这里采用 1 ml 的注射器垂直安装,使管内气泡容易排出,直径为 5.84mm。

设滴定管满行程的体积为 1.2ml,则注射器活塞的最大位移量为:

$$L = \frac{V}{\pi R^2} = \frac{1.2}{3.14159 \times (0.292)^2} = 4.4799 \text{cm}$$

而活塞的位移量 L 是由步进电机带动的绞盘轮直径和钢丝绳的直径之和的周长决定的:

$$\text{即 } L = 2\pi(\phi_{\text{盘}} + \phi_{\text{绳}}) \dots\dots\dots (3)$$

已知 $\phi_{\text{绳}}$ 为 0.7mm,则绞盘的直径为:

$$\phi_{\text{盘}} = \frac{L}{2\pi} - \phi_{\text{绳}} = 13.56 \text{mm}$$

这样的绞盘可以采用普通的车床车削加工可以达到精度的要求。通常车削的公差范围在 $\pm 0.02 \text{mm}$,则绞盘的最大直径 ϕ_{max} 为 13.58mm,而最小直径为 13.54mm。将这两个直径分别代入前述公式中得到在绞盘为 ϕ_{max} 时滴定全程的体积为 1.201699ml,与设定的体积相差 +0.001699ml;在绞盘为 ϕ_{min} 时,滴定全程体积为 1.19833ml,与设定体积相差 -0.001667ml。由此可见这种无间隙机械传动装置具有较低的机械加工要求,但精度远远超过设计精度 ($\pm 0.01 \text{ml}$),给生产带来了很大的方便。

滴定与吸液状态的转换是由微型电磁阀来实现,具有快速、可靠的特点。

(四) 体积量 V 与数字量 D 的转换

数字自动滴定管的体积 V 与数字量 D 之间的转换由机械部分,分频电路和计数电路来完成。

表 1 注射器的体积、位移、步进电机接受脉冲数与计数器显示值的关系

体 积 (ml)	位 移 (mm)	步进电机接 受脉冲数	计数器显示值
0.12	4.4799	24	0.24
0.24	8.9597	48	0.48
0.48	17.9194	96	0.96
0.96	35.8389	192	1.92
1.08	40.3187	216	2.16
1.20	44.7986	240	2.40

在上述工作状态时,步进电机转一周需要 240 个脉冲,而滴出的体积量 1.2ml,则注射器的体积、位移,步进电机接受的脉冲数与计数器显示值之间的关系如表 1 所示。当滴定管的计数器与六拍脉冲分配器实行同步计数时,从表 1 中可以看到,计数器显示值是实际滴定量的 2 倍,因此在计数电路前应该插入一个二分频电路,使数字显示值与实际滴体定积量一致起来。

三、讨 论

1. 数字自动滴定管的体积精度是一个重要技术指标,通常采用称重法检验,体积与重量的关系为: $V = \frac{H}{d} \dots\dots\dots (4)$

式中 V 为体积 (cm^3)。H 为溶液重量 (g), d 为溶液的比重 (g/cm^3)。对 DAB—1 型数字自动滴定管精度检验结果列于表 2。结果表明,在 1 ml 时容量误差小于 0.001ml,精度 $CV < 0.3\%$,完全满足精密滴定的需要。

2. DAB—1 型数字自动滴定管适用于化学指示剂为滴定终点指示的手工容量分析;可以与硬件滴定仪联用实现硬件滴定;也可以与 MIA—1 型微机化多功能离子分析器或 86—4 型 A/

表 2

数字自动滴定管精度检验结果

计数器显示值 (ml)	11次称重 平均值(g)	测定容量值 (ml)	容量误差 (ml)	S	CV%
1	0.9983	0.9997	0.0003	0.0023	0.23
5	5.025	5.032	0.032	0.0089	0.18
10	10.084	10.098	0.015	0.015	0.15

D 转换器与接口(两者均为中科院南京土壤所仪表组的产品)联用实现计算机滴定。它具有较高的测定精度和好的重现性,且具有较多的功能^[2],是滴定分析仪器的的发展方向。

参 考 文 献

- [1] 方建安、张宗侯、杨坤玺、李郁,79—2型数字自动滴定管,分析仪器,第4期,第39页,1982。
 [2] 方建安、王放生、杨坤玺,微机控制的水位滴定系统,分析仪器,第2期,第26页,1989。

会议简讯

《土壤腐蚀与防护及测试方法》 培训班在宁举办

受中国腐蚀与防护学会土壤委员会及国家土壤腐蚀网站石油系统技术组的委托,中国科学院南京土壤研究所于今年3月21—31日在南京举办了《土壤腐蚀与防护及测试方法》培训班。来自全国各地的20多个企事业单位的30多位学员参加了培训班。培训班特邀石油、天然气总公司,中国建筑科学研究院,中国科学院微生物研究所,中国科学院南京土壤研究所等单位的土壤腐蚀与防护方面的专家讲课,内容包括土壤腐蚀基础理论;土壤微生物腐蚀及防护;地下管道的腐蚀及防护;混凝土及钢筋混凝土的腐蚀及防护;土壤腐蚀环境勘测技术等,并着重介绍了有关土壤腐蚀和防护的现场测试技术和室内分析方法及仪器、仪表和各类电极等。培训期间,学员们还了解了中国科学院南京土壤研究所已获专利的能与地下阴极保护配套使用的两种长效参比电极,并参观了该所研制的,适合于野外测定土壤含水率、土壤容重、土壤孔隙度、土壤含气率、土壤电阻率、试件腐蚀电位、土壤电位梯度、土壤氧化还原电位、土壤pH和土壤中硫化物等10个项目的野外组合测试仪。

(吴洵)