

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

62584

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 42 1, 3/04

Zgłoszono: 17.XII.1968 (P 130 646)

Pierwszeństwo:

MKP G 01 n, 27/26

Opublikowano: 15.VIII.1971

UKD

Twórca wynalazku: Wojciech Klimecki

Właściciel patentu: Politechnika Częstochowska (Katedra Fizykochemii
Metali), Częstochowa (Polska)**Sposób określania własności użytkowych proszków zwłaszcza
proszków ołowiu przeznaczonych do wytwarzania akumulatorów
i ogniw**

1

Przedmiotem wynalazku jest elektrochemiczny sposób określania powierzchniowych własności użytkowych proszków, zwłaszcza proszków ołowiu przeznaczonych do wytwarzania akumulatorów i ogniw.

Dotychczas określanie powierzchniowych własności użytkowych proszków dokonuje się pośrednio przez pomiary szeregu wielkości fizykochemicznych takich jak: ciężar nasypowy, skład ziarnowy, powierzchnia właściwa, zwilżalność wodą, zwilżalność kwasem, bez określania aktywności powierzchniowej badanego proszku. Dla poznania własności elektrochemicznych proszków, konieczne jest wykonanie akumulatora czy ogniwa doświadczalnego i poddanie go próbom naładowywania i rozładowywania. Pomiary zmian napięcia oraz natężenia prądu, określają pojemność rzeczywistą i żywotność akumulatora. Porównanie pojemności znamionowej z pojemnością rzeczywistą, świadczy pośrednio o jakości użytego proszku. Duża pojemność rzeczywista akumulatora, wskazuje na dużą aktywność powierzchniową proszku i dużą jego powierzchnię właściwą.

Wadą znanego sposobu określania powierzchniowych własności użytkowych decydujących o zachowaniu się proszku w akumulatorze czy ogniwie jest pośredni sposób poprzez pomiary szeregu wielkości fizykochemicznych i wykonanie doświadczalnego akumulatora. Ponadto, wykonanie akumula-

2

tora doświadczalnego jest pracochłonne i kosztowne, a badania długotrwałe.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu określania powierzchniowych własności użytkowych proszków, który pozwala określić bezpośrednio jego własności elektrochemiczne, na które składają się: aktywność powierzchniowa i powierzchnia właściwa proszku.

Reakcje elektrochemiczne przeprowadza się bezpośrednio pomiędzy konkretnym proszkiem a tak dobranym elektrolitem, że pomiędzy proszkiem a elektrolitem zachodzą reakcje powierzchniowe powodujące duże zmiany przewodności zawiesiny. Szybkość tych reakcji powierzchniowych jest zależna od stężenia i temperatury elektrolitu, ilości proszku oraz powierzchni właściwej proszku i jego aktywności powierzchniowej. Miarą ilościową szybkości reakcji powierzchniowych pomiędzy proszkiem a elektrolitem, jest szybkość zmian przewodności zawiesiny. Utrzymując stałe stężenie początkowe, ilość i temperaturę elektrolitu oraz stałą ilość proszku, uzyskuje się to, że pomiary przewodności zawiesiny są jedynie funkcją powierzchni właściwej i aktywności powierzchniowej proszku.

Cel ten zgodnie z wynalazkiem osiągnięto w ten sposób, że elektrolit poddaje się mieszanii i po ustaleniu stanu równowagi termicznej dokonuje za pomocą znanego miernika pomiarów przewodności elektrolitu. Następnie wprowadza się do elektrolitu proszek i ciągle mieszając dokonuje dalszych

pomiarów przewodności zawiesiny proszku w elektrolicie.

Od chwili wprowadzenia proszku do elektrolitu, rejestruje się zmiany przewodności zawiesiny, aż do czasu zakończenia reakcji powierzchniowych pomiędzy proszkiem a elektrolitem.

Zarejestrowane wyniki nanosi się na wykres w układzie: przewodność — logarytm czasu. Wyniki pomiarów tworzą krzywą o charakterystycznym kształcie, nazwaną falą konduktometryczną. Z wykresu odczytuje się: zmiany przewodności zawiesiny, zwłaszcza szybkość i kierunek tych zmian oraz osiągane w różnych okresach czasu wartości przewodności, świadczące o szybkości przebiegających kolejno reakcji chemicznych.

Proszek szybko reagujący z elektrolitem powoduje szybkie zmiany przewodności zawiesiny, osiągnięcie skrajnej wartości przewodności w krótkim czasie oraz szybkie zakończenie reakcji powierzchniowych pomiędzy proszkiem a elektrolitem.

Taki proszek jest przydatny do wytwarzania akumulatorów i ogniw. Natomiast proszki dające niskie fale konduktometryczne, wolnonarastające i opadające, są proszkami mało aktywnymi powierzchniowo, o małej powierzchni właściwej i do wytwarzania akumulatorów i ogniw nie nadają się.

Sposób według wynalazku pozwala określać powierzchniowe, elektrochemiczne własności użytkowe proszku natychmiast po jego wyprodukowaniu i wykorzystać do wytwarzania akumulatorów i ogniw jedynie te partie proszku, które wykazują dostatecznie wysokie fale konduktometryczne, bez potrzeby budowania doświadczalnego akumulatora.

Ponadto, sposób ten umożliwia śledzenie zmian powierzchniowych własności użytkowych proszków, zachodzących w czasie ich magazynowania a spowodowanych procesami starzenia.

Niżej podany przykład wyjaśnia bliżej sposób według wynalazku.

Własności użytkowe proszków ołowiu przeznaczone na masy czynne akumulatorów ołowiowych, określa się według wynalazku w reaktorze, w którym miesza się odmierzoną ilość 0,5 litra wody, stanowiącej w tym przypadku elektrolit. Po ustaleniu się stanu termicznej równowagi mieszanego elektrolitu, rozpoczyna się pomiary przewodności

elektrolitu w temperaturze zbliżonej do temperatury otoczenia i przy ciśnieniu atmosferycznym. Następnie wprowadza się 1 gram proszku ołowiu. Po wprowadzeniu proszku do elektrolitu, dokonuje się serii pomiarów przewodności zawiesiny, nanosząc wyniki na wykres w układzie: przewodność — logarytm czasu. Otrzymany wykres przedstawiony jest na rysunku.

Początkowa przewodność elektrolitu wynosi kilka mikrosimensów 1. Po wprowadzeniu proszku do elektrolitu, przewodność zawiesiny szybko rośnie i osiąga wartość maksymalną dochodzącą po kilkunastu minutach do wartości stukilkudziesięciu mikrosimensów 2. Następnie przewodność zawiesiny maleje przy czym występuje przystanek 3 a następnie minimum przewodności 4, po czym następuje niewielki wzrost do ostatecznej wartości przewodności 5.

Maksymalną przewodność 2 wynoszącą ponad 90 μ S osiągnął proszek ołowiu po około 30 minutach.

Są to wartości uzyskiwane dla średniej jakości proszku ołowiu, nadającego się do wytwarzania akumulatorów ołowiowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób określania własności użytkowych proszków, zwłaszcza proszków ołowiu przeznaczonych do wytwarzania akumulatorów i ogniw, **znamienny** tym, że dokonuje się pomiarów przewodności mieszanego elektrolitu po ustaleniu stanu równowagi termicznej, następnie wprowadza się do elektrolitu proszek i nadal mieszając dokonuje pomiarów przewodności zawiesiny do czasu zakończenia reakcji powierzchniowych pomiędzy elektrolitem a proszkiem, po czym uzyskane wyniki pomiarów nanosi się na wykres w układzie przewodność — logarytm czasu, z którego odczytuje się maksymalną szybkość początkowego wzrostu przewodności, maksymalną wartość przewodności zawiesiny, czas potrzebny do osiągnięcia tej wartości, szybkość spadku przewodności po przekroczeniu maksimum, minimalną przewodność i czas potrzebny na osiągnięcie minimum oraz przystanki, a wartości liczbowe tych wielkości są ilościową miarą powierzchniowych elektrochemicznych własności użytkowych proszków.

