



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 02.II.1966 (P 112 756)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.VIII.1968

Kl. 42 I, 3/05

MKP G 01 n 24/42

CZYTELNIA

UKD

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Lw

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Marian Jaworski, inż. Jan Bogaczek
Właściciel patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej, Blachownia
Śląska (Polska)

Sposób oznaczania akroleiny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oznaczania akroleiny metodą polarograficzną, ciągłą na elektrodach stałych.

W procesach technologicznych a zwłaszcza w procesie otrzymywania syntetycznej gliceryny stosuje się dotychczas do oznaczania akroleiny pracochłonne i mało dokładne metody miareczkowe oraz nieciągłe metody polarograficzne polegające na redukcji akroleiny na kroplowej elektrodzie rtęciowej. Zastosowanie takiej elektrody jest bardzo niedogodne ze względu na pracochłonne przygotowania dużej ilości rtęci o wysokiej czystości. Podczas oczyszczania rtęci i w trakcie analizy wydzielają się szkodliwe dla zdrowia pary rtęci. Występujące w warunkach technologicznych wstrząsy i drgania powodują nieregularne odrywanie się kropel rtęci od elektrody uniemożliwiające prawidłowe zarejestrowanie wyników analizy.

Stwierdzono, że w przemysłowej produkcji akroleiny konieczna jest ciągła kontrola stężenia akroleiny w roztworach poabsorpcyjnych pozwalająca na ścisłe przestrzeganie reżimu technologicznego, a tym samym otrzymywanie produktów wysokiej jakości.

Zagadnienie to postanowiono rozwiązać przez opracowanie ciągłego sposobu oznaczania akroleiny, przy czym stwierdzono, że do tego celu doskonale nadaje się analizator polarograficzny ze stałą elektrodą pomiarową.

W sposobie według wynalazku jako elektrodę

2

pomiarową zastosowano stałą elektrodę srebrową pokrytą rtęcią. Pokrywanie stałej elektrody rtęcią zwiększa nad napięcie wodoru na jej powierzchni umożliwiając tym samym pracę w ujemnym zakresie potencjałów.

Jako niepolaryzującą się elektrodę porównawczą zastosowano układ (Pt/Fe⁺³) Fe⁺². Niezmienny potencjał elektrody odniesienia zapewniono przez zachowanie stałego stężenia jonów Fe⁺³ i Fe⁺² w otoczeniu blaszki platynowej elektrody drogą ciągłej wymiany 0,5 m roztworu soli żelazowej i żelazawej.

Jako roztworu podstawowego użyto buforu, a zwłaszcza buforu octan sodu — kwas octowy lodowaty w zakresie pH 4—5. W tym buforze maksymalna wartość prądu granicznego akroleiny występuje przy potencjale E 1/2 = -1,4 V, zaś odczyn kwaśny środowiska skutecznie zapobiega polimeryzacji akroleiny.

Urządzenie pozwalające na przeprowadzenie oznaczenia akroleiny ciągłym sposobem polarograficznym przedstawiono na rysunku.

Badany roztwór po absorpcji akroleiny w wodzie przechodzi przez filtr Schotta G-1 1, usuwający zanieczyszczenia mechaniczne. Dokładnego pomiaru ilości przepływającego badanego roztworu dokonuje się przy pomocy rotametu 2. Ciecz spływa następnie do mieszalnika 3, gdzie następuje wymieszanie z roztworem podstawowym doprowadzonym ze zbiornika magazynowego 4 w ilości

0,5 ml/min. Roztwór przechodzi następnie przez przepływowe naczynko elektrolityczne 5, na dnie którego wtopiono blaszkę platynową o powierzchni 1 cm². Elektrode pomiarową 6 umieszczono w górnej części naczynka. Blaszka platynowa jest stale omywana roztworem soli Fe⁺³ i Fe⁺² wypływającego ze zbiornika magazynowego 7 w ilości 0,2 ml/min.

Dzięki znacznej różnicy gęstości między roztworem analizowanym i roztworem soli żelaza następuje wyraźny i trwały rozdział faz w naczyniu tak, że bez zastosowania diafragmy elektroda pomiarowa jest stale zanurzona jedynie w roztworze analizowanym zaś elektroda odniesienia w roztworze soli żelaza. Badany roztwór oraz roztwór soli żelaza odprowadza się wspólnym odpływem 9 na zewnątrz aparatu.

Natężenie prądu granicznego proporcjonalnego do stężenia akroleiny mierzy się przy pomocy rejestratora punktowego 8.

Skalę rejestratora wycechowano w procentach akroleiny. Dolna granica oznaczalności wynosi 0,005% akroleiny w roztworze.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oznaczania akroleiny metodą polarograficzną, **znamienny tym**, że akroleinę redukuje się w sposób ciągły na stałej elektrodzie srebrowej pokrytej rtęcią wobec elektrody odniesienia typu $\text{Pt/Fe}^{+3}/\text{Fe}^{+2}$ w środowisku buforowym, w zakresie $\text{pH} = 4-5$.

