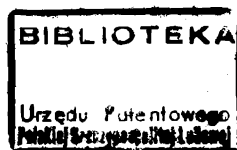


604 n 22/48



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 44400

Kl. 42 I, 3/03

Centralne Laboratorium Akumulatorów i Ogniw*)

Poznań, Polska

Sposób badania przebiegu reakcji chemicznych w układach, zwłaszcza niejednorodnych, metodą polarograficzną oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

Patent trwa od dnia 16 sierpnia 1958 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób dokonywania ciągłego pomiaru polarograficznego zmian składu chemicznego reagującej cieczy i fazy stałej. Sposób nadaje się przede wszystkim do dokonywania pomiarów w układach niejednorodnych, a więc ciało stałe—ciecz, gaz—ciecz, lecz może również służyć do badania kinetyki reakcji w układach jednorodnych.

Sposób według wynalazku nadaje się zatem do badania kinetyki reakcji w celu oznaczenia reaktywności ciał stałych, powierzchni ciał w stanie rozdrobnionym, np. w postaci proszków, oznaczania wielkości pór absorbentów, jak i szybkości wymiany zachodzącej na granicy faz ciecz (gaz i ciało stałe) ciecz.

Przeprowadzenie tych oznaczeń i pomiarów wymagało dotychczas skomplikowanych metod

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr Zbigniew Zagórski.

pośrednich i długotrwałych badań okresowych.

Stwierdzono, że wyżej podane oznaczenia i pomiary dokonać można z łatwością bezpośrednio metodą polarograficzną, jeżeli oznaczenie w układach, zwłaszcza składających się z fazy stałej i cieczy lub fazy gazowej i cieczy, przeprowadza się przy stosowaniu nieprzerwanego ruchu cieczy. Do tego celu stosuje się w myśl wynalazku naczynko pomiarowe zapewniające obieg kołowy cieczy ze stałą szybkością. Krążenie cieczy wraz z ciałem stałym i (lub) gazowym utrzymuje się najlepiej przez przepuszczanie przez naczynko dowolnego gazu, powodującego cyrkulację cieczy przy równoczesnym jej mieszanii.

Sposób według wynalazku, w przypadku dokonywania oznaczeń w układach niejednorodnych ciecz (ciało stałe, przeprowadza się przy stosowaniu gazów, najlepiej takich, które wypierają tlen z układu, zaś w układach ciecz)

faza gazowa jako gaz powodujący cyrkulację cieczy stosuje się najlepiej bezpośrednio gaz poddawany badaniu.

Do stosowania sposobu według wynalazku jako naczynko stosuje się rurkę o kształcie pierścienia lub o kształcie eliptycznym, gruszkowym lub innym, pod warunkiem by ciecz w naczynku wykonywała obieg kołowy. Dotychczas znane naczynka stosowane w polarografii nie nadawały się do przeprowadzania sposobu według wynalazku, ponieważ cała masa cieczy znajdowała się w pojemniku nie zapewniającym kołowego obiegu cieczy. Naczynka takie stanowiły przeważnie cylindry, kubki lub podobne pojemniki, gdzie cała masa cieczy nie była w środku naczynka rozdzielona ściankami naczynia.

Dzięki stosowaniu naczynka według wynalazku, zaistniała praktycznie możliwość rozszerzenia badań polarograficznych, gdyż sposobem według wynalazku mierzyć można przebieg reakcji z odpowiednią precyzją, nie w czasie ułamków sekundy, ale nieprzerwanie w okresach czasu rzędu minut, to znaczy w okresach czasu, kiedy ciecz w naczynku zdąży przebiec po obwodzie kołowym co najmniej raz lub wielokrotnie.

Naczynko do stosowania w sposobie według wynalazku przedstawiono przykładowo na rysunku.

Naczynko stanowi w najprostszym wykonaniu rurkę 1 o kształcie pierścienia, w którego najwyższym punkcie osadzona jest rurka 2, przy czym w dolnej prawej części naczynka znajduje się przewód 3, którym doprowadza się ze stałą szybkością gaz w celu utrzymywania cieczy w obiegu oraz usuwania z niej tlenu. W górnej lewej części naczynka osadzona jest rurka 4, służąca do wprowadzenia elektrody kropłowej o regulowanym czasie kroplenia. Rtęć spadająca z elektrody kropłowej opada na dno naczynka i jest odprowadzana przewodem 5. Przewód 5 jest napełniony rtęcią do samej nasady tak, że zwierciadło rtęci stanowi uzupełnienie ścianki przewodu obiegowego naczynka 1 w tym miejscu. Grubościenne kapilarka 6 również osadzona w górnej lewej części naczynka 1, jest wypełniona przewodzącym żelazem i stanowi klucz prowadzący do elektrody porównawczej.

Dokonując pomiarów w układzie faza stała/ciecz sposobem według wynalazku do naczynka wprowadza się substancję w postaci proszku rozproszoną w masie roztworu, przy czym substancję proszkową wskazane jest przed wpro-

wadzeniem jej do dodawanej masy roztworu wstępnie zwilżyć małą porcją roztworu, a następnie rozproszyc w roztworze dodawanym. Zawieszone w masie roztworu ciało stałe wprowadza się przed pomiarem za pomocą odpowiedniej rurki wlewowej lub wkraplacza, zwanego „fajką”, do rurki 2 tak, by zagięty koniec tej „fajki” odprowadził substancję stałą w kierunku zgodnym z kierunkiem obiegu cieczy w naczynku 1. Naczynko według wynalazku można stosować również w układach do badań niejednorodnych ciecz/gaz. Fazę gazową wprowadza się wówczas przewodem 3 zamiast gazu usuwającego tlen stosowanego przy pomiarach faz ciecz/ciało stałe.

Do dokonania pomiaru polarograficznego, np. w celu określenia porównawczego powierzchni ziarn ciała stałego i zbadania reaktywności substancji sproszkowanej w ciekłym środowisku, przy zastosowaniu sposobu według wynalazku, napełnia się wstępnie rtęcią przewód 5 naczynka 1 o kołowym obiegu cieczy. Naczynko 1 napełnia się następnie po nasadę rurki 2 roztworem reagującym, który jest jednocześnie podstawowym roztworem polarograficznym. Po usunięciu tlenu gazem obojętnym doprowadzanym przewodem 3, nie przerywając jego strumienia o regulowanej szybkości wprowadza się elektrodę kropłową przez rurkę 4, a wylot kapilarki 6 zanurza się w kluczu elektrody kalomelowej. Po włączeniu rejestracji prądu dyfuzyjnego (standartowym polarografem) płynącego przy obranym stałym potencjale, wprowadza się przez rurkę 2 tak zwaną „fajkę” z badanym zawieszonym w cieczy proszkiem. Rejestrowany w czasie spadek lub przyrost natężenia prądu dyfuzyjnego jest miarą ilości przereagowanych substratów reakcji w układzie heterogennym.

Naczynko według wynalazku przy stosowaniu powyższego sposobu pomiaru według wynalazku nadaje się nie tylko do oceny porównawczej powierzchni ziarn dowolnych substancji proszkowych i do oceny wielkości porów adsorbentów, lecz również do takich oznaczeń jak ocena szybkości reakcji gazów z cieczami i ocena jakości katalizatorów heterogennych. Jedynym warunkiem jest, by produkty reakcji były polarograficznie aktywne. Wszystkie te badania można wykonywać w krótkim czasie, bezpośrednio w warunkach technicznych w przeciwieństwie do żmudnych oznaczeń według dotychczasowego sposobu, polegającego na okresowym pobieraniu próbek z mieszaniny reagującej.

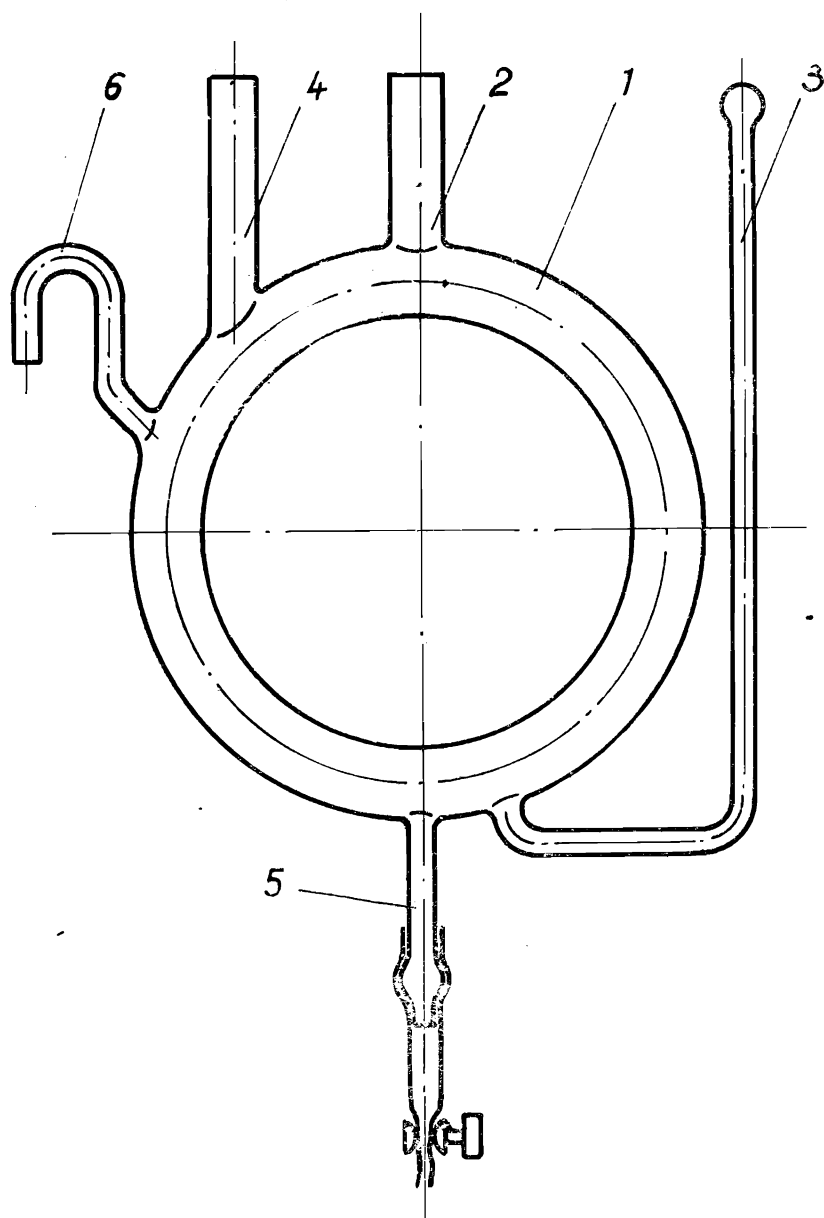
Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób badania przebiegu reakcji chemicznych w układach, zwłaszcza niejednorodnych, metodą polarograficzną, znamienny tym, że polarografowaną ciecz i fazę stałą lub gazową utrzymuje się w stałym obiegu kołowym, podczas dokonywania polarografowania przy stałym potencjale.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że dla utrzymania cieczy w obiegu kołowym przez naczynko przepuszcza się gaz zapewniający cyrkulację cieczy przy równoczesnym jej mieszaniu.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że w układach niejednorodnych ciecz/ciało stałe jako gaz powodujący cyrkulację cieczy stosuje się gaz wypierający tlen z układu, zaś w układach ciecz/faza gazowa jako gaz powodujący cyrkulację cieczy stosuje się bezpośrednio gaz poddawany badaniu.
4. Naczynko do stosowania sposobu według zastrz. 1—3, znamiennie tym, że stanowi je

przewód najlepiej w postaci rurki o kształcie pierścieniowym, eliptycznym, gruszkowym, lub innym dowolnym kształcie, zapewniający swobodny kołowy przepływ cieczy, przy czym naczynko (1) posiada w najwyższym punkcie swym rurkę (2) do wprowadzania badanego ciała stałego, jak i do odprowadzania gazu utrzymującego ciecz w obiegu, zaś najniższym punkcie obwodu posiada przewód (5) gromadzący rtęć wypływającą z elektrody kropłowej, umieszczonej w rurce (4) osadzonej najlepiej w lewym górnym łuku naczynka (1), przy czym do wprowadzania gazu naczynko posiada osadzony w dolnym prawym łuku naczynka przewód (3) oraz rurkę kapilarną (6) najlepiej grubościenną, służącą jako klucz do elektrody porównawczej.

Centralne Laboratorium
Akumulatorów i Ogniw

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy



P.W.H. wzór jednoraz. zam. PL/Ke, Czst. zam. 407 1.II.61 100 egz. A1 piśm. kl. III.

