

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

72200

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 421,13/03

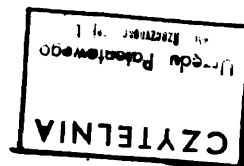
Zgłoszono: 26.04.1971 (P. 147810)

Pierwszeństwo: _____

MKP B01d 9/00

Zgłoszenie ogłoszono: 10.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 10.10.1974



Twórcy wynalazku: Jerzy Synowiec, Bogusław Grzelak, Marian Surowiec,
Urszula Trefler

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Nieorganicznej,
Gliwice (Polska)

Urządzenie do wyznaczania granicznego przesylenia roztworów

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do wyznaczania granicznego przesylenia roztworu.

Wiadomo, że kryształy mogą się wydzielać tylko z roztworów przesyconych, to jest posiadających nadmierne stężenie w stosunku do równowagowej ilości substancji rozpuszczanej. Istnieje jednak pewna graniczna wartość przesylenia roztworu określana nagłym, spontanicznym powstawaniem zarodków krystalicznych, której znajomość jest nieodzowną koniecznością w obecnym stanie techniki prowadzenia krystalizacji.

Przekroczenie tej granicznej wartości przesylenia uniemożliwia wytwarzanie produktów krystalicznych o określonych wymiarach i kształtach. Dlatego też podstawowym warunkiem kontrolowanej krystalizacji przemysłowej jest prowadzenie procesu w obszarze między stężeniem nasycenia, a granicznym stężeniem przesylenia, zwanym często obszarem metastabilnym. Z wymienionych względów stale rozwija się sposoby i urządzenia do wyznaczania granicznego przesylenia roztworów poddawanych krystalizacji. Zależy ono nie tylko od natury substancji rozpuszczonej i rozpuszczalnika, lecz również duży wpływ na jego wartość wywierają takie czynniki jak temperatura, szybkość schładzania roztworu, intensywność mieszania, obecność substancji trzecich itp. Metody wyznaczania granicznego przesylenia muszą uwzględniać możliwość uchwycenia wpływu wymienionych czynników.

Większość praktycznie stosowanych sposobów wy-

2

znaczania przesylenia granicznego polega na oznaczeniu temperatury zwanej często temperaturą przechłodzenia, przy której następuje spontaniczne wypadanie zarodków krystalicznych i obliczenia z danych o rozpuszczalności substancji szukanego przesylenia.

Punkt spontanicznego wypadania zarodków określany jest różnymi sposobami od najprostszymi wizualnych do bardzo skomplikowanych spektrofotometrycznych lub refraktometrycznych. Metody proste odznaczają się małą czułością, a bardziej czułe wymagają stosowania skomplikowanej i kosztownej aparatury. Szereg z nich nie pozwala na uwzględnienie w pomiarach innych czynników mogących wywierać wpływ na mierzoną wartość.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego urządzenia do wyznaczania granicznego stężenia, przesylenia roztworów, które określałoby go z uwzględnieniem takich właściwości roztworów jak rozpuszczalność soli, rodzaj rozpuszczalnika, temperatura, szybkość schładzania roztworu, intensywność mieszania i obecność innych substancji.

Zadanie to zrealizowano przez zastosowanie do wykrywania punktu spontanicznej krystalizacji standartowego oporu fotoelektrycznego sprzężonego z autokompensatorem samopiszącym i urządzeniem programującym przebieg procesu.

Urządzenie według wynalazku stanowiące mierznik przesylenia granicznego przedstawiono na rysunku, gdzie fig. 1 obrazuje układ urządzenia z ele-

mentami regulacji i rejestracji temperatury, natomiast fig. 2 przedstawia przekrój poprzez naczynie pomiarowe wzdłuż przebiegu wiązki światła.

Urządzenie według wynalazku składa się z naczynia szklanego 1 o pojemności około 250 ml, w którym umieszcza się próbkę badanego roztworu. Naczynie pomiarowe 1 ustawione jest na standardowym mieszadle elektromagnetycznym 2 z regulowaną ilością obrotów, co pozwala na mieszanie roztworu z dowolną intensywnością. Regulację szybkości ochładzania roztworu sprawuje automatyczny układ regulujący złożony z czujnika oporowego 3, nastawnika 4 wartości zadanej, regulatora 5, wentylatora 6, i grzejnika elektrycznego 7. Zgodnie z zadanym programem regulator włącza nadmuch zimnego lub gorącego powietrza na naczynie pomiarowe utrzymując w nim właściwą szybkość schładzania.

Moment spontanicznego wypadania kryształów i odpowiadającą mu temperaturę przechłodzenia rejestruje automatyczny kompensator samopiszący 8 z mostkiem kompensacyjnym 13, w którego układ włączono opór fotoelektryczny 9 reagujący bardzo czule na zmianę natężenia strumienia świetlnego wysyłanego z żarówki elektrycznej 10 poprzez filtr monochromatyczny 11 i soczewkę skupiającą 12. Dla zachowania stałości natężenia strumienia świetlnego żarówka jest zasilana prądem stałym z akumulatora 14. Zmieniająca się w czasie badań tempera-

tura roztworu mierzona jest czujnikiem oporowym 15 i poprzez mostek kompensacyjny 16 rejestrowane przy pomocy automatycznego kompensatora samopiszącego 8, na taśmie krzywa granicznej wartości przesylenia roztworów jest zobrazowana gwałtownym załamaniem linii w czasie rzędu 1 sekundy.

Opisane urządzenie składa się z typowych elementów aparaturowych i regulacyjnych, przy czym cechuje go duża dokładność ciągłego rejestrowanego pomiaru przy zupełnie prostej obsłudze. Umożliwia ono wyznaczenie przesylenia granicznego roztworu w dowolnie złożonych warunkach z uwzględnieniem czynników mogących wpływać na jego wartość.

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do wyznaczania granicznego przesylenia roztworów, **znamiennie tym**, że składa się z naczynia pomiarowego (1) sprzężonego z układem regulacyjnym złożonym z czujnika oporowego (3), nastawnika (4) wartości zadanej, regulatora (5), wentylatora (6), grzejnika elektrycznego (7), oraz układu rejestrującego składającego się z opornika fotoelektrycznego (9), źródła światła (10) filtru monochromatycznego (11), soczewki skupiającej (12), czujnika oporowego (15), i autokompensatora samopiszącego (8).

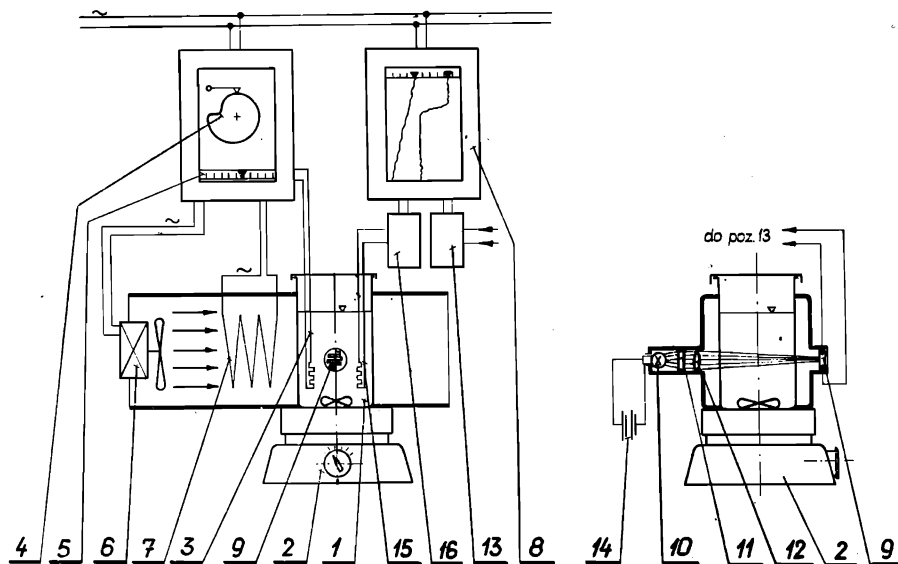


Fig. 1.

Fig. 2.