

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

136 752



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 82 10 08 (P. 238566)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 84 10 08

Opis patentowy opublikowano: 1987 04 30

Int. Cl.³ G01N 27/46

Twórcy wynalazku: Włodzimierz Krzysztof Pyziak, Stefan Waszak

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

OGNIWO DO OZNACZANIA W GAZACH NIEWIELKICH ILOŚCI PAR I GAZÓW UTLENIAJĄCYCH, ZWŁASZCZA CHLOROWCÓW

Przedmiotem wynalazku jest ogniwo do oznaczania w gazach niewielkich ilości par i gazów utleniających, zwłaszcza chlorowców.

Elektrochemiczne określenie zawartości gazów utleniających polega na redukcji oznaczanego składnika w ogniwie galwanicznym i określeniu jego stężenia w badanym gazie z uzyskanego w ogniwie natężenia prądu.

Stosowane dotychczas do tego celu ogniwa galwaniczne do oznaczania w gazach niewielkich ilości par i gazów utleniających, zwłaszcza chlorowców, znane z polskiego opisu patentowego nr 50 961, składa się z obudowy wykonanej ze szkła lub innego tworzywa odpornego na działanie badanego gazu i stosowanego elektrolitu, elektrody złotej w postaci folii oraz umieszczonej nad nią elektrody srebrnej oraz zbiorniczka.

Ogniwo połączone jest poprzez separator ze spiralą, w której badany gaz styka się z elektrolitem. W separatorze następuje rozdzielenie gazu od cieczy, gaz wychodzi na zewnątrz, a elektrolit wraz z rozpuszczonym w nim gazem spływa do ogniwa galwanicznego, gdzie zachodzi redukcja badanego składnika na elektrodzie złotej. Po przejściu przez ogniwo galwaniczne elektrolit przechodzi do zbiorniczka, z którego ponownie spływa do spirali. W ogniwie tym elektrolit krąży więc w zewnętrznym obiegu zamkniętym.

Znane jest również z polskiego opisu patentowego nr 109 457 ogniwo składające się z dwóch równolegle połączonych ze sobą naczyń szklanych za pomocą rurki szklanej z odpowietrzeniem. W jednym naczyniu umieszczona jest elektroda złota, a w drugim srebrna. Naczynia wypełnione są elektrolitem, który krąży w obiegu zamkniętym przez umieszczoną na zewnątrz ogniwa rurkę absorpcyjną i separator. Badany gaz wprowadzany jest do rurki absorpcyjnej, gdzie zostaje pochłonięty w elektrolicie. W separatorze gaz oddziela się od elektrolitu i przez dołączone do ogniwa naczynko, łapacz kropeł i przepływomierz wypuszczony jest na zewnątrz. Natomiast elektrolit wraz z rozpuszczonym w nim gazem spływa do naczynia zawierającego złotą elektrodę, gdzie zachodzi redukcja badanego składnika.

Ogniwa takie wykazują szereg niedogodności podczas ich użytkowania. Szczególne utrudnienie w pracy występuje w przypadku uszkodzenia elektrod, gdyż zachodzi wtedy konieczność całkowitego demontażu ogniwa. Ponadto zewnętrzny obieg elektrolitu zwiększa wymiary tych ogniw, a tym samym analizatorów, w których znajdują zastosowanie. Zewnętrzny obieg elektrolitu w ogniwie niekorzystny jest również ze względu na długi okres rozpuszczania gazu w elektrolicie, co znacznie wydłuża czas trwania pomiaru i uniemożliwia wykonanie serii szybkich pomiarów. Poza tym dużą niedogodność stanowi konieczność ręcznego uzupełniania poziomu elektrolitu w ogniwie, zmieniającego się na skutek parowania elektrolitu.

Wszystkich tych wad i niedogodności pozbawione jest ogniwo według wynalazku.

Ogniwo według wynalazku charakteryzuje się tym, że w cylindrycznym naczyniu posiada wtópione koncentrycznie w dno cylindryczne przegrody szklane wewnętrzne i zewnętrzne, zawierające w dolnej części co najmniej cztery naprzemianległe otwory. Przegroda wewnętrzna wypełniona jest elektrodą redukującą, a przestrzeń między przegrodą wewnętrzną i zewnętrzną wypełniona jest elektrodą utleniającą, przy czym w dno ograniczenia wewnętrznego wtopiony jest spiek szklany zakończony króćcem doprowadzającym gaz. Na wysokości ograniczeń szklanych umieszczony jest króciec doprowadzający elektrolit. Wyprowadzenie galwaniczne elektrod w postaci drutów platynowych wtopione jest w korek zamykający naczynie.

Korzystnie jest, jeżeli ogniwo zaopatrzone jest w skraplacz połączony z naczyniem elektrolitycznym przez łącznik elastyczny umieszczony przy dnie naczynia oraz przez łącznik elastyczny usytuowany powyżej poziomu elektrolitu w naczyniu elektrolitycznym i wyposażony w króciec wylotowy. Do ogniwa może być dołączony rezerwowy zbiorniczek elektrolitu, połączony elastycznym łącznikiem z naczyniem elektrolitycznym na wysokości poziomu elektrolitu w naczyniu. Zbiorniczek ten automatycznie reguluje poziom elektrolitu w ogniwie.

W porównaniu do dotychczasowych rozwiązań ogniwo według wynalazku jest prostsze w obsłudze w przypadku uszkodzenia ze względu na łatwy dostęp do elektrod. Bezpośrednie wprowadzenie badanego gazu poprzez spiek szklany do naczynia elektrolitycznego pozwala na szybkie nasycenie elektrolitu oznaczanym gazem, co znacznie skraca czas pojedynczego pomiaru. Zwarta konstrukcja ogniwa umożliwia uzyskanie niewielkich jego rozmiarów, jak również pozwala na zmniejszenie rozmiarów analizatorów, w których jest stosowane. Zastosowanie skraplacza umożliwia wyeliminowanie ubytków elektrolitu przez parowanie, a podłączenie do ogniwa rezerwowego zbiorniczka na elektrolit zapewnia stały poziom elektrolitu w ogniwie.

Ogniwo według wynalazku pokazane jest w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia ogniwo w przekroju pionowym, a fig. 2 przedstawia ogniwo w rzucie z góry.

Ogniwo składa się z cylindrycznego naczynia szklanego 1, wypełnionego elektrolitem. W dno naczynia wtopione są koncentrycznie cylindryczne przegrody szklane zewnętrzne 3 i wewnętrzne 4, przy czym w dno przegrody wewnętrznej 4 wtopiony jest spiek szklany 2. Cylindryczne przegrody szklane posiadają cztery naprzemianległe otwory 18. Wnętrze zewnętrznej przegrody szklanej 4 wypełnione jest elektrodą złotą w postaci folii o grubości 0,01 mm ukształtowanej gwiaździste, natomiast przestrzeń między przegrodą zewnętrzną 4 a przegrodą wewnętrzną 3 wypełniona jest elektrodą srebrną 6 w postaci siatki uformowanej cylindrycznie. Naczynie 1 zamknięte jest korkiem szklanym 7, w który wtopione jest galwaniczne wyprowadzenie elektrod w postaci drutów platynowych 8 i 9. Spiek szklany 2 zakończony jest króćcem 10 doprowadzającym badany gaz do ogniwa. Na wysokości górnej krawędzi przegród szklanych 3 i 4 umieszczony jest króciec 11 doprowadzający elektrolit z rezerwowego zbiorniczka 16. Zbiorniczek rezerwowy połączony jest elastycznym łącznikiem 12 z naczyniem 1. Skraplacz 15 połączony jest z naczyniem poprzez polietylenowy łącznik 13 usytuowany przy dnie naczynia oraz przez polietylenowy łącznik 14 usytuowany powyżej poziomu elektrolitu w naczyniu 1.

Na przykładzie oznaczania zawartości chloru w powietrzu wyjaśniono zasadę działania ogniwa według wynalazku.

Badane powietrze doprowadzano króćcem 10 do naczynia 1 wypełnionego elektrolitem, który stanowił roztwór 100 g NaCl i 10 g NaBr w 1 litrze 0,01 n HCl. Na spieku szklanym 2 powietrze

ulega rozbiściu na pęcherzyki, po czym miesza się z elektrolitem. Pęcherzyki gazu obmywają elektrodę redukującą złotą 5, na której zachodzi redukcja chloru do jonów chlorkowych. Elektroda srebrowa 6 utlenia się natomiast do jonów srebrowych. Gaz opuszcza następnie naczynko poprzez łącznik 14 i przedostaje się do skraplacza 15, w którym następuje dodatkowe wyłapywanie wydostających się z ogniwa kropel elektrolitu. Gaz opuszcza skraplacz przez króciec 19, a elektrolit zawracany jest do naczynia 1 przez łącznik 13. Ubytki elektrolitu w naczyniu elektrolitycznym uzupełnia się automatycznie ze zbiorniczka rezerwowego 16. Do obwodu zewnętrznego ogniwa poprzez druty platynowe 8 i 9 podłączony był mikroamperomierz mierzący natężenie przepływającego w ogniwie prądu, proporcjonalne do stężenia chloru w badanym powietrzu.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Ogniwo do oznaczania w gazach niewielkich ilości par i gazów utleniających, zwłaszcza chlorowców, składające się z elektrody utleniającej i elektrody redukującej nierozpuszczalnych w stosowanym elektrolicie, umieszczonych w naczyniu z elektrolitem oraz z doprowadzania gazu i elektrolitu oraz z doprowadzenia gazu, z n a m i e n n e t y m, że cylindryczne naczynie /1/ wypełnione elektrolitem posiada koncentrycznie wtopione w dno cylindryczne przegrody szklane wewnętrzną /4/ i zewnętrzną /3/, posiadające w dolnej części co najmniej cztery naprzemiennie otwory /18/, a wewnątrz wewnętrznej przegrody /4/ wypełnione jest elektrodą redukującą /5/, natomiast pomiędzy przegrodą wewnętrzną /4/, a przegrodą zewnętrzną /3/ zawiera elektrodę utleniającą /6/, przy czym w dno przegrody wewnętrznej /4/ wtopiony jest spiek szklany /2/ zakończony króćcem /10/ doprowadzającym gaz, a króciec /11/ doprowadzający elektrolit umieszczony jest na wysokości górnej krawędzi przegród szklanych /3 i 4/, natomiast wyprowadzanie galwaniczne elektrod w postaci drutów platynowych /8 i 9/ wtopione jest w korek szklany /7/ zamykający naczynie /1/.

2. Ogniwo według zastrz. 2, z n a m i e n n e t y m, że naczynie /1/ połączone jest ze skraplaczem /15/ poprzez elastyczny łącznik /13/ usytuowany przy dnie naczynia /1/ oraz poprzez elastyczny łącznik /14/ usytuowany powyżej poziomu elektrolitu w naczyniu /1/ i wyposażony w króciec wylotowy /19/.

3. Ogniwo według zastrz. 2 albo 3, z n a m i e n n e t y m, że naczynie /1/ połączone jest z rezerwowym zbiorniczkiem /16/ elektrolitu poprzez elastyczny łącznik /12/ na wysokości poziomu elektrolitu w naczyniu i zaopatrzony w zatyczkę /17/.

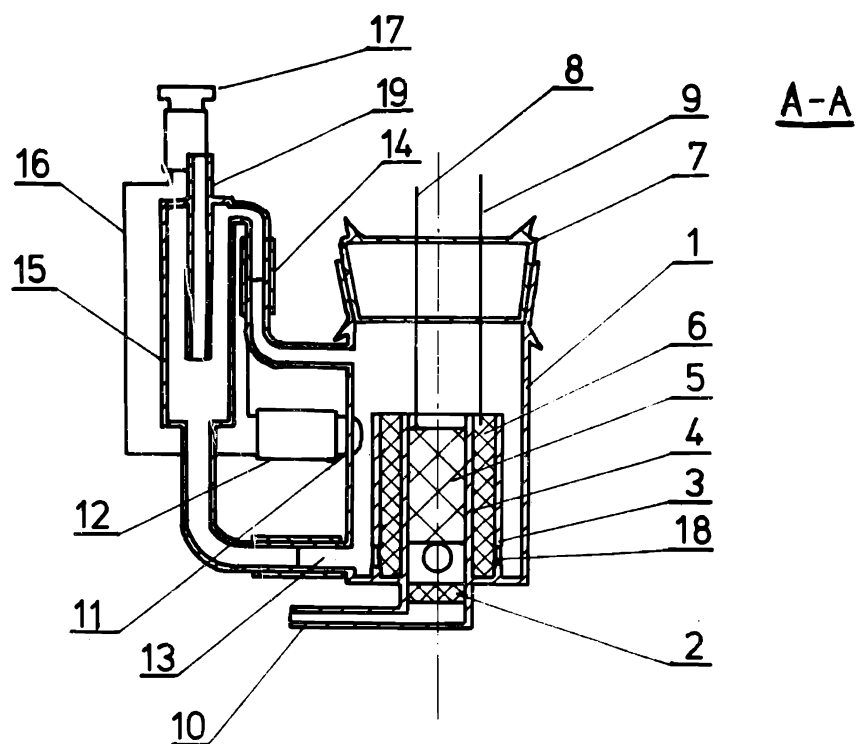


Fig. 1

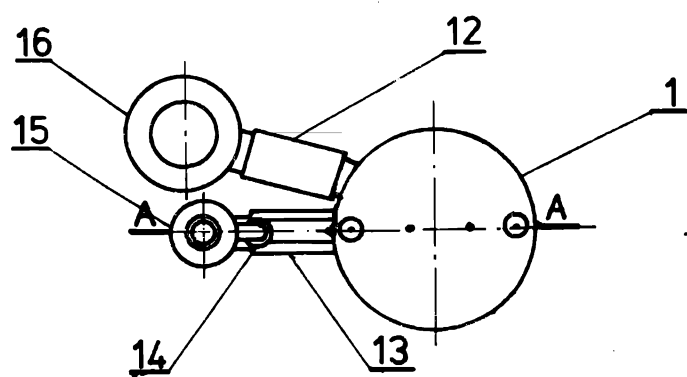


Fig. 2