



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

MKP B01k 3/00

Zgłoszono: 17.12.73 (P. 167442)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.² B01K 3/00

Zgłoszenie ogłoszono: 01.07.75

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1977

Twórcy wynalazku: Urszula Głabisz, Marek Kowalski, Lech Kacalski

Uprawniony z patentu: Politechnika Szczecińska, Szczecin (Polska)

Sposób regeneracji stałej elektrody do anodowego utleniania substancji organicznych, zwłaszcza fenoli i ich pochodnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób regeneracji stałej elektrody do anodowego utleniania substancji organicznych, zwłaszcza fenoli i ich pochodnych, której powierzchnia przy utlenianiu tych substancji blokowana jest produktami reakcji.

Dotychczas znane sposoby regenerowania anody pokrytej produktami utleniania substancji organicznych polegały na oczyszczaniu mechanicznym powierzchni elektrody, np. za pomocą papieru ściernego, szczotki perlonowej, bądź odcinaniu końcówki elektrody (Anal. Chem. 25, 1078 (1953); Anal. Chem. 30, 1845 (1958); Anal. Chem. 33, 1894 (1961); Czech. Chem. Commun. 26, 3168 (1961); Zav. Lab. 33 (8), 936 (1967); Z. anal. Chem. 247 (1-2), 12 (1969); Chemia analit. 17 (4), 909 (1972). Niedogodnością tego mechanicznego sposobu regeneracji są trudności związane z uzyskaniem równomiernie oczyszczonej i gładkiej powierzchni elektrody oraz słaba powtarzalność procesu elektrochemicznego.

Znany jest elektrochemiczny sposób pozwalający na regenerowanie utleniającej się, względnie redukującej się elektrody ogniów galwanicznych stosowanych w analizatorach do oznaczania gazów lub par, polegający na zastosowaniu procesu odwrotnego tzn. w przypadku elektrody utleniającej się — redukcja, w przypadku elektrody redukującej się — utlenianie produktów reakcji elektrodowej do postaci wyjściowej (patent PRL Nr 55326).

2

Sposób ten nie daje pożądaných rezultatów, gdy mamy do czynienia z produktami utleniania substancji organicznych, np. fenoli. Redukcja w tym przypadku nie zapewnia oczyszczenia powierzchni elektrody.

Celem wynalazku jest usunięcie powyższych niedogodności poprzez rozwiązanie problemu oczyszczania elektrody na nowych zasadach.

Sposób regeneracji stałej elektrody do anodowego utleniania substancji organicznych, zwłaszcza fenoli i ich pochodnych według wynalazku polega na utlenianiu produktów reakcji blokujących czynną powierzchnię elektrody elektrochemicznie wytworzonym tlenem, poprzez przyłożenie do anody odpowiedniego, w zależności od rodzaju roztworu regenerującego, potencjału, najkorzystniej w zakresie od 1 do 3 V.

Zaletą sposobu regeneracji elektrody według wynalazku jest to, że pozwala na dokładne i całkowite jej oczyszczanie i pełne odtworzenie powierzchni czynnej elektrody. W rezultacie osiąga się wysoką powtarzalność przebiegu procesu elektrochemicznego.

Sposób regeneracji elektrody do anodowego utleniania substancji organicznych według wynalazku przedstawiono na poniższym przykładzie.

Układ elektrod z wibrującą anodą grafitową, w którym elektrodę odniesienia stanowią połączone równolegle pręty grafitowe o dużej powierzchni

(w celu uniknięcia polaryzacji) wprowadza się do naczynka zawierającego roztwór fenolu i 0,1 m buforu octanowego o pH 4,5. Zawartość fenolu mieści się w zakresie 2×10^{-4} — 6×10^{-4} m/l. Roztwór pomiarowy przed pomiarem mieszany jest w stosunku 1:1 z dwumetyloformamidem. Dodatek dwumetyloformamidu powoduje częściowe rozpuszczanie produktów reakcji elektrodowej, dzięki czemu zapobiega tworzeniu się maksimum pasywacyjnego na krzywej zależności prądu dyfuzyjnego od potencjału.

Układ elektrod po zanurzeniu w roztworze pomiarowym łączy się z polarografem i rejestruje prąd dyfuzyjny w funkcji przyłożonego potencjału. Szybkość polaryzacji wynosi 250 mV/min. Wysokość otrzymanej fali jest wprost proporcjonalna do stężenia depolaryzatora (fenolu) w roztworze. Po zakończeniu procesu, powierzchnia czynna anody zablokowana jest częściowo produktami utleniania fenolu i nie nadaje się do następnego pomiaru.

Przed następnym pomiarem należy zregenerować powierzchnię czynną anody. W tym celu układ elektrod z grafitową anodą, której powierzchnia

czynna została zablokowana w wyniku prowadzenia procesu elektrochemicznego utleniania fenolu, zanurza się do roztworu regenerującego, który stanowi 1 molowy roztwór octanu amonowego o pH = 4,5. Anodę polaryzuje się przez okres 7 minut przy potencjale +1,7 V. Po tym okresie następuje całkowite utlenienie elektrochemicznie wytworzonym tlenem produktów reakcji blokujących powierzchnię elektrody. W rezultacie powierzchnia czynna anody zostaje w pełni odtworzona i przygotowana do następnego pomiaru.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób regeneracji elektrody do anodowego utleniania substancji organicznych, zwłaszcza fenoli i ich pochodnych **znamienny tym**, że oczyszczanie prowadzi się na drodze utleniania produktów reakcji blokujących czynną powierzchnię elektrody elektrochemicznie wytworzonym tlenem, poprzez przyłożenie do anody odpowiedniego, w zależności od rodzaju roztworu regenerującego, potencjału, najkorzystniej w zakresie od 1 do 3 V.