



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ **OPIS PATENTOWY**

Nr 45371

Kl. 21 b, 6/02

Centralne Laboratorium Akumulatorów i Ogniw *)

Poznań, Polska

Sposób oznaczania zdolności depolaryzacyjnej węgla aktywnego i depolaryzatorów organicznych oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

Patent trwa od dnia 3 lutego 1961 r.

Stosowane dotychczas chemiczne metody oznaczania aktywności węgla nie dawały dostatecznych podstaw do oceny jego zdolności depolaryzacyjnej i/lub zdolności depolaryzacyjnej depolaryzatorów organicznych.

Stwierdzono bowiem, że zdolności depolaryzacyjne węgla aktywnych i/lub depolaryzatorów organicznych, takich jak np. dwunitrobenzen, nitrofenol, nitroanilina itp., zależą w dużym stopniu od warunków w jakich pracują, a mianowicie od nawilżenia, domieszek oraz wielkości nacisku wywieranego na te substancje. Analiza chemiczna pomija wpływ tych czynników i stąd wyniki uzyskane tą drogą są niedostateczne.

Badanie zdolności depolaryzacyjnych węgla i/lub depolaryzatorów organicznych w normal-

nych ogniwach galwanicznych jest rzeczą kosztowną i pracochłonną. Poza tym istnieją tu także trudności zbadania wpływu wyżej wymienionych parametrów ze względu na techniczne trudności wykonania ogniwa z depolaryzатorem o dowolnym stopniu nawilżenia, sprasowania i ilości domieszek.

Sposób według wynalazku polega na wyładowaniu w specjalnym urządzeniu próbnego ogniwa cynku — węgla, gdzie depolaryzatorem jest badany depolaryzator, zwłaszcza węgiel aktywny, którego zdolność depolaryzacyjna chce się oznaczyć. Depolaryzator w czasie pomiaru aktywności znajduje się pod określonym ciśnieniem. Optymalna ilość stosowanego elektrolitu zależy od rodzaju badanego depolaryzatora i może być łatwo ustalona sposobem według wynalazku. Ogniwo wyładowuje się prądem o stałym natężeniu do określonego napięcia końcowego. Czas wyładowania jest przybliżonym wskaźnikiem zdolności depolaryzacyjnej depolaryzatora.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Henryk Purol i dr Kazimierz Appelt.

Zastosowanie stałego nacisku w czasie pomiaru na badany depolaryzator jest konieczne, gdyż zdolność depolaryzacyjna dwupolaryzatorów jest zależna także od wywieranego na nie ciśnienia. Prowadzenie pomiarów przy stałym ciśnieniu jest jednym z warunków otrzymania powtarzalności wyników. Innymi czynnikami wpływającymi na powtarzalność są: jednokowa grubość warstwy badanego depolaryzatora, równomierne nawilżenie próbki w każdym miejscu oraz jednakowy stopień nawilżenia. Okazało się, że do otrzymania jednakowej grubości warstwy badanego depolaryzatora lepiej jest używać depolaryzator suchy.

Rzeczywistą miarą zdolności depolaryzacyjnej badanej próbki depolaryzatorów jest ilość energii dostarczonej przez próbkę w wyżej podanych warunkach, którą ze względu na zmienność napięcia w czasie należy obliczyć według wzoru:

$$L = i \cdot t_k \cdot \left(\frac{1}{k} U_0 + U_1 + U_2 + \dots + U_{k-1} + \frac{1}{2} U_k \right).$$

L = uzyskana energia (praca) w dżulach,

i = natężenie prądu wyładowania w amperach,

t_k = czas wyładowania do napięcia końcowego w sekundach,

k = ilość pomiarów w czasie wyładowania,

U_0 = napięcie początkowe,

U_1, U_2 itd. = napięcie w równych, kolejno po sobie następujących odcinkach czasu,

U_k = napięcie końcowe.

Urządzenie do wykonywania sposobu według wynalazku składa się zasadniczo z trzech części: prasy do wywierania nacisku na badaną próbkę depolaryzatora, ogniłka próbnego lub kilka ogniwek próbnych, odpowiedniego znanego stabilizatora prądu i woltomierza.

Urządzenie przedstawiono przykładowo na rysunku.

Prasę stanowi rura metalowa 1 na podstawie 2, na którą od góry wkręca się głowicę 3 ze sprężyną 4 i trzpieniem 5. Górny koniec trzpienia jest zakończony nakrętką ograniczającą 6. Ogniwo próbne składa się z krótkiej, grubościennej rury winidurowej 7, w której umieszczony jest gruby krążek cynkowy 8.

Na krążku cynkowym 8 od góry nałożony jest niski kubek wytłoczony z folii cynkowej, stanowiący ujemną elektrodę próbnego ogniwa

10. Na folii znajduje się przekładka z bibuły filtracyjnej 11, a na niej próbka badanego depolaryzatora 12.

Krążek cynkowy 8, na którym nałożony jest kubek cynkowy stanowiący elektrodę ujemną 10, opiera się na elastycznej podkładce 9. Podkładka umożliwia odpowiednie pochylenie się krążka cynkowego 8 i takie położenie czynnej powierzchni folii cynkowej, aby jej przyleganie do próbki depolaryzatora poprzez bibułę filtracyjną zachodziło na całej powierzchni w przypadku, gdyby warstwa badanego węgla nie była jednakowo gruba. Ma to istotne znaczenie dla powtarzalności wyników.

Winidurowy walec jest zamknięty od góry elektrodą węglową 13 w kształcie walca, stykającą się w dolnej części z badaną próbką depolaryzatora. Górna część elektrody węglowej jest osadzona najpierw w pierścieniu metalowym 14, a następnie w pierścieniu winidurowym 15. Obie elektrody mają wyprowadzenia na zewnątrz w postaci krótkich prętów metalowych 16 i 17, przy czym pręt od elektrody ujemnej osadzony jest w krążku cynkowym przy pomocy gwintu w tym celu, aby można go łatwo wyjmować.

W niżej podanych przykładach objaśniono sposób według wynalazku, przy czym przykłady te nie ograniczają zakresu wynalazku w jakiegokolwiek mierze.

Przykład I. Badany węgiel aktywny przesiewa się przez sito o średnicy otworów najlepiej 0,1 mm w celu usunięcia dużych ziarn, przeszkadzających w uzyskaniu powtarzalnych wyników.

Przy pomocy krótkiej rury winidurowej wchodzącej w skład próbnego ogniwa oraz odpowiednio dopasowanego do jej otworu walca winidurowego wyciska się dwa niskie kubki z wyciętych uprzednio krążków o średnicy 22 mm z folii cynkowej o grubości 0,1 mm i bibuły filtracyjnej. Kubek cynkowy nakłada się na cynkowy krążek i przy pomocy szklistego papieru oczyszcza się czynną powierzchnię kubka. Kubek z bibuły filtracyjnej składa się lekko w otwór rury winidurowej i wysypuje w niego badaną próbkę węgla aktywnego w ilości 0,1 g, rozgarniając ją równomiernie. Następnie do kubka z próbką węgla wkłada się elektrodę węglową, po czym elektrodą tą wykonuje się lekki obrót w celu usunięcia nierówności. Całość wciska się mniej więcej do połowy długości rury. Tak przygotowane ogniwo odwraca się otwartym końcem rury do

góry i nakrapla elektrolit składający się z 20% wodnego roztworu chlorku amonowego bezpośrodkowo na bibułę. W ciągu kilkunastu sekund elektrolit rozchodzi się najpierw równomiernie po bibule, a następnie dopiero wsiąka w badaną próbkę węgla i depolaryzatora organicznego. Dawkowanie elektrolitu przeprowadza się przy pomocy specjalnej pipety, aby otrzymać stały stopień nawilżenia.

Sporządzone w wyżej wymieniony sposób ogniwo próbne wyładowuje się prądem o stałym natężeniu 15 mA do końcowego napięcia 700 mV. W równych odstępach czasu, np. pięciominutowych, mierzy się napięcia i wykreśla krzywą zależności napięcia od czasu. Po jednorazowym użyciu folia cynkowa nie nadaje się do ponownej próby, gdyż jest już zbyt cienka.

Przykład II. Przygotowanie ogniwa i pomiar wykonuje się w sposób analogiczny, jak to zostało opisane w przykładzie I z tą różnicą, że zamiast jednego ogniwa stosuje się 3 ogniwa, ustawiając je jedno na drugim w prasie urządzenia według wynalazku i łącząc je szeregowo.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oznaczania zdolności depolaryzacyjnej węgla aktywnego i/lub depolaryzatorów organicznych, znamienne tym, że próbne ogniwo węgiel — cynk, w którym depola-

ryzatorem jest poddany w czasie trwania pomiaru odpowiedniemu ciśnieniu badany depolaryzator, wyładowuje się prądem o stałym natężeniu do określonego napięcia, przy czym czas wyładowania jest miarą zdolności depolaryzacyjnej depolaryzatora.

2. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1 zaopatrzone w regulator natężenia prądu oraz woltomierz, znamienne tym, że wyposażone jest w prasę do wywierania nacisku na badaną próbkę.
3. Urządzenie według zastrz. 2, znamienne tym, że prasę ściskającą ogniwo próbne, składające się z elektrody węglowej (13), depolaryzatora (12), bibuły (11) i elektrody ujemnej (10), zwłaszcza w postaci kubka cynkowego, umieszczonych w rurze (7) z materiału izolacyjnego, stanowi mająca podstawę (2) rura (1), zaopatrzona w przytwierdzoną do niej gołwicę (3) ze sprężyną (4) i trzpieniem (5), przy czym prasa posiada dodatkowo spoczywający na elastycznej podkładce (9) krążek cynkowy (8), stanowiący podstawę elektrody ujemnej (10) ogniwa.

Centralne Laboratorium
Akumulatorów i Ogniw

Zastępca: dr Andrzej Au
rzecznik patentowy

