

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

Fig. SŁUŻBOWY

65242

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 05.II.1970 (P 138 615)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 31.V.1972

Kl. 21 e, 19/00

MKP G 01 r 19/00

CZYTELNIA

UKB Patentowe
Polskiej Rzeczypospolitej

Współtwórcy wynalazku: Franciszek Łętowski, Barbara Kozłowska,
Józef Leśniak

Właściciel patentu: Politechnika Wrocławska, Wrocław (Polska)

Urządzenie do pomiaru sił elektromotorycznych ogniów w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do pomiaru sił elektromotorycznych ogniów w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem. Przeznaczeniem wynalazku jest zabezpieczenie warunków ciśnienia i temperatury w czasie pomiarów sił elektromotorycznych ogniów chemicznych w temperaturach podwyższonych do 260°C i pod ciśnieniem do 50 atm bez posługiwania się w tym celu autoklawem i dokonywanych przy pomocy zewnętrznie podłączonego jednego z powszechnie stosowanych kompensatorów elektronicznych lub mostków kompensacyjnych.

Intensywny rozwój badań eksperymentalnych w zakresie elektrochemii wodnych roztworów elektrolitów w temperaturach podwyższonych, a ściślej powyżej 100°C, aż do temperatury krytycznej wody tj. 374°C, a także zastosowań technicznych elektrod pomiarowych, związany jest z rozwojem techniki nuklearnej, metalurgii chemicznej, badania tworzyw metalicznych, ich korozji w środowisku wodnym i innym. Warunkiem pomyślnego zastosowania odpowiednich elektrod do powyższych celów takich jak elektroda chlorosrebrowa Ag/AgCl, HCl, srebrna Ag/AgNO₃, NH₃ czy siarczanoołowiowa Pb/PbSO₄, H₂SO₄ jest znajomość ich potencjałów w funkcji temperatury, które można wyznaczyć przez pomiar sił elektromotorycznych odpowiednio zestawionych ogniów. Pomiary ogniów z przenoszeniem, to znaczy takich których obie elektrody, między którymi mierzona jest siła elektromotoryczna, zanurzone są w tym samym roztworze, nie sprawiają tak wielkich

2

kłopotów jak pomiary ogniów chemicznych bez przenoszenia, to jest z kluczem elektrolitycznym, gdyż w tym ostatnim przypadku wymagane jest zabezpieczenie przed mieszaniem się wzajemnym roztworów obu półogniów z roztworem klucza elektrolitycznego, co w temperaturach powyżej 100°C następuje poważne trudności techniczne i zmusza do stosowania urządzeń wytrzymałych podwyższone ciśnienie.

Znane rozwiązania posługują się w tym celu dwoma półogniwami np. Ag/AgCl, HCl i Pb/PbSO₄, H₂SO₄ nie związanymi ze sobą statycznie, zbudowanymi w postaci cylindrycznych naczyń teflonowych wypełnionych elektrolitem (np. H₂SO₄ lub HCl) posiadających w dnie otwór kapilarny wypełniony azbestem, a od góry zamknięty korkiem teflonowym, wzdłuż którego wmontowana jest centrycznie elektroda, tak by po zamknięciu cylindra korkiem teflonowym, elektroda zanurzona była w roztworze. Z kolei tak skonstruowane półogniwo zanurzone jest w roztworze K₂SO₄ lub KCl spełniającym funkcję klucza elektrolitycznego i wypełniającym wnętrze autoklawu tak by zapewniony był kontakt elektrolitów poprzez otwór kapilarny wypełniony azbestem.

Drugim znanym urządzeniem do pomiaru sił elektromotorycznych w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem, ogniów bez przenoszenia, jest blok teflonowy w kształcie graniastosłupa, w którym trzy komory cylindryczne pionowe, połączone w swych najniższych dolnych częściach poziomym kanałem łączącym, stanowią komory na dwie elektrody (ko-

mory zewnętrzne o średnicy większej) i komorę środkową spełniającą po wypełnieniu elektrolitem funkcję klucza elektrolitycznego. Wzajemną dyfuzję roztworów ogranicza się poprzez wypełnienie zbitą watą teflonową poziomego kanału łączącego oba półogniwa z kluczem elektrolitycznym. Półogniwa nie są zamykane korkami, a elektrody mocowane są w uchwytych teflonowych przytwierdzonych do bloku teflonowego. Urządzenie to jest usprawnione przez zastosowanie dwóch zaworów teflonowych w kształcie powszechnie stosowanych szklanych kurków ze szlifem (jak do biurek), umieszczonych na poziomym kanale łączącym trzy pionowe komory cylindryczne w ten sposób, że w przypadku ich zamknięcia odcinają kontakt pomiędzy trzema roztworami.

W ten sposób poprzez zmniejszenie czasu kontaktu roztworów na okres dokonywania pomiaru zmniejsza się błędy pomiarowe powstające z mieszania się roztworów. Także i w tym przypadku dokonywanie pomiarów w temperaturach powyżej 100°C wymaga umieszczenia urządzenia w autoklawie. Z tym wiąże się kłopoty szczelnego wyprowadzenia przewodów elektrycznych na zewnątrz autoklawu do kompensatora elektronicznego lub mostka kompensacyjnego celem zmierzenia aktualnych w warunkach pomiaru sił elektromotorycznych. Dodatkową trudnością przy stosowaniu obydwu przytoczonych rozwiązań są błędy pomiarowe powodowane zmianą stężenia roztworów skutkiem odparowywania bardziej lotnych składników roztworu np. H_2O , HCl do wnętrza autoklawu, co nabiera szczególnego znaczenia w znacznie podwyższonych temperaturach.

Celem wynalazku jest umożliwienie wykonywania równoczesnych pomiarów sił elektromotorycznych między czterema półogniwami połączonymi ze sobą przez klucz elektrolityczny w podwyższonych temperaturach i pod ciśnieniem bez użycia autoklawu, zaś zadaniem wynalazku jest skonstruowanie urządzenia umożliwiającego osiągnięcie tego celu.

Zadanie to zostało rozwiązane przez skonstruowanie urządzenia do pomiaru sił elektromotorycznych ogni w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem składającego się z umieszczonego w metalowej obudowie cylindrycznego bloku teflonowego, w którym znajdują się cylindryczne komory zamykane profilowanymi teflonowymi korkami z wmontowanymi osiowo elektrodami połączonymi na zewnątrz z jednym z powszechnie stosowanych kompensatorów elektronicznych lub mostków kompensacyjnych.

Urządzenie według wynalazku posiada usytuowaną centrycznie profilowaną komorę wypełnioną roztworem elektrolitu i stanowiącą klucz elektrolityczny połączoną poprzez kapilarne otwory z cylindrycznymi komorami. Profilowana komora posiada w dolnej części czteroskrzydłowy teflonowy korek dociskany śrubą wkręcaną do dna metalowej obudowy a w górnej części profilowany korek teflonowy uszczelniony przez tulejkę i śrubę wkręcaną do metalowej pokrywy. Kształt czteroskrzydłowego korka utrudnia przemieszczanie się elektrolitu w komorze. Ponadto w bloku teflonowym znajdują się cztery miedziane wpusty grzejne, przyspieszają-

ce wymianę ciepła z obudową oraz pionowy cylindryczny otwór na termoparę lub termometr wzmocniony metalową wkładką zabezpieczającą przed zniekształceniem i wytrzymującą stosowane ciśnienie.

Zasadniczą korzyścią urządzenia jest to, że pozwala ono na dokonywanie w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem bez użycia autoklawu, przy pomocy zewnętrznie podłączonego jednego z powszechnie stosowanych kompensatorów elektronicznych lub mostków kompensacyjnych, jednoczesnych pomiarów sił elektromotorycznych ogni z kluczem elektrolitycznym, mierzonych pomiędzy czterema elektrodami umieszczonymi wewnątrz urządzenia i tworzącymi półogniwa chemiczne, które poprzez klucz elektrolityczny tworzą ogniwa. Połączenia wszystkich czterech utworzonych w ten sposób półogni w z kluczem elektrolitycznym umożliwia zmierzenie sześciu sił elektromotorycznych między czterema elektrodami. Konstrukcja zapewnia szczelność i wytrzymałość w warunkach podwyższonej temperatury i ciśnienia.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia urządzenie bez elektrod w przekroju wzdłużnym, a fig. 2 urządzenie w przekroju poprzecznym.

Urządzenie do pomiaru sił elektromotorycznych ogni w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem składa się z pionowego cylindrycznego teflonowego bloku 1, umieszczonego w metalowej obudowie 2, w którym znajdują się cztery pionowe cylindryczne komory 3 połączone w swych dolnych częściach przez otwory kapilarne 4 wypełnione azbestem z profilowaną komorą 5 będącą, po wypełnieniu roztworem elektrolitu, kluczem elektrolitycznym. Cylindryczne komory 3 po wypełnieniu roztworami elektrolitów i po umieszczeniu w nich elektrod stanowią półogniwa. Każda z czterech cylindrycznych komór 3 na półogniwa, zamykana jest korkiem teflonowym 6 z wmontowaną osiowo elektrodą. Szczelność otworów zamykanych korkami teflonowymi 6 uzyskana jest przez tulejki 7 i śruby dociskające 8 i 9. Śruby dociskające 8 wkręcane są do metalowej pokrywy 10 dociskanej do metalowej obudowy 2 nakrętką 11. Komora 5 na roztwór klucza elektrolitycznego zamykana jest od góry korkiem teflonowym 12 uszczelnianym przez tulejkę 13 i śrubę 14, natomiast od dołu czteroskrzydłowym teflonowym korkiem 15 uszczelnianym dociskową śrubą 16. Ponadto w bloku teflonowym znajdują się cztery miedziane grzejne wpusty 17 i cylindryczny otwór 18 na termoparę i termometr.

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do pomiaru sił elektromotorycznych ogni w temperaturach podwyższonych i pod ciśnieniem składające się z umieszczonego w metalowej obudowie cylindrycznego bloku teflonowego, w którym znajdują się cztery cylindryczne komory zamykane profilowanymi teflonowymi korkami z wmontowanymi osiowo elektrodami, połączonymi na zewnątrz z jednym z powszechnie stosowanych

kompensatorów elektronicznych lub mostków kompensacyjnych, przy czym cylindryczne komory połączone są w swych dolnych częściach poprzez kapilarne otwory wypełnione azbestem, **znamiennie tym**, że posiada usytuowaną centrycznie profilowaną komorę (5), wypełnioną roztworem elektrolitu i stanowiącą klucz elektrolityczny, połączoną z cylin-

drycznymi komorami (3) poprzez kapilarne otwory, przy czym profilowana komora (5) posiada w dolnej części czteroskrzydłowy teflonowy korek (15) dociskany śrubą (16) wkręcaną do dna metalowej obudowy (2), a w górnej części profilowany teflonowy korek (12) uszczelniony przez tulejkę (13) i śrubę (14) wkręcaną do metalowej pokrywy (10).

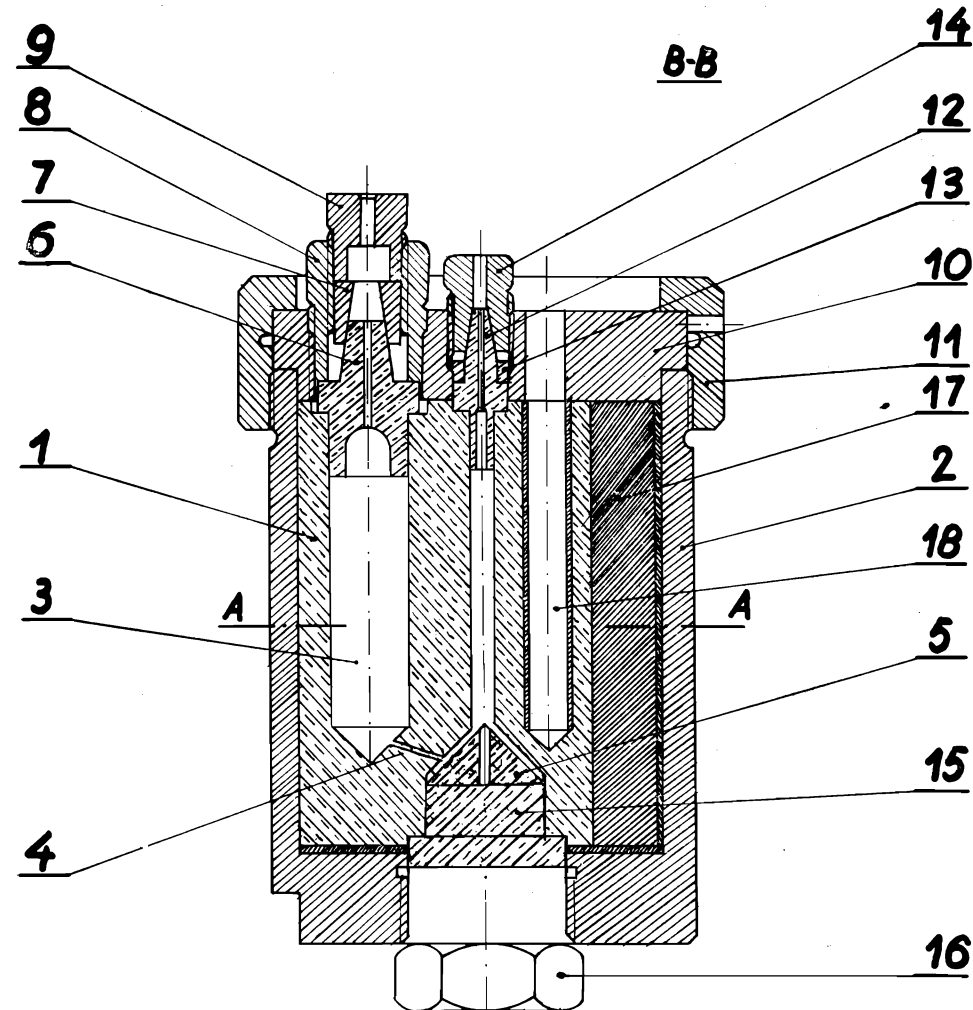


Fig. 1

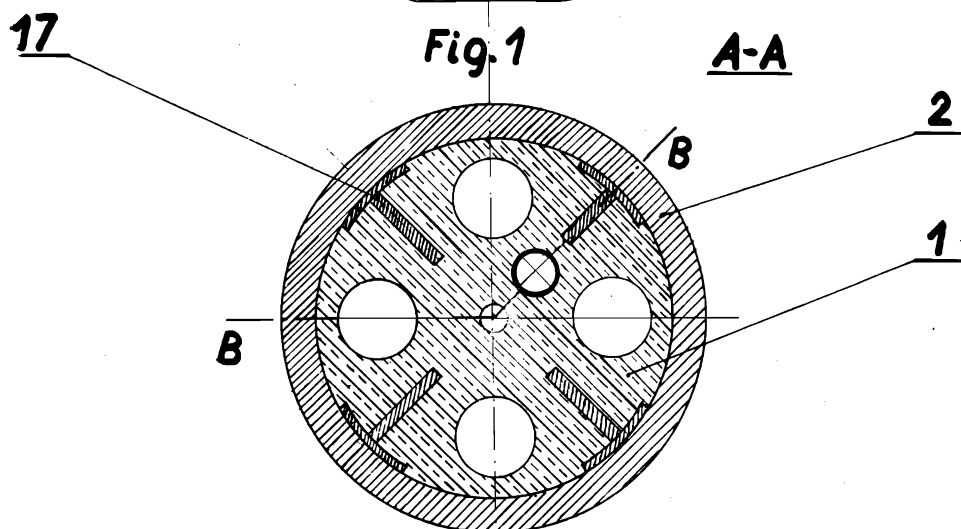


Fig. 2