

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 37004

Kl. 42 1, 19/02

Rzemieślnicza Spółdzielnia Pracy Termometrów i Sprzętu
Laboratoryjnego „Termometr“ *)

(Łódź, Polska)

Sposób ciągłej próżniowej destylacji rtęci bez pompy próżniowej i aparat do wykonywania tego sposobu

Uzielono patentu z mocą od dnia 30 września 1953 r.

Rtęć o wysokiej czystości, pozbawiona zanieczyszczeń metalami, posiada szerokie zastosowanie zarówno w pracach naukowych jak i w przemyśle, szczególnie do analiz polarograficznych, budowy ogniów wzorcowych Westona, elektrometrów kapilarnych Lippmana oraz do celów preparatywnych, jako składnik i jako katalizator. Ponadto wysoka czystość rtęci wymagana jest do produkowania termometrów rtęciowych, do napełniania wacuumetrów Mac Looda, oraz wacuumetrów innych typów, barometrów rtęciowych itp. Do tych celów rtęć oczyszcza się metodą chemiczną, np. przy pomocy kwasu azotowego, a następnie przemytą i wysuszoną poddaje się destylacji próżniowej. Wszystkie znane sposoby destylacji rtęci wymagają stosowania urządzenia z pompą próżniową,

która wpływa niekorzystnie na jakość oczyszczanej rtęci, trujące opary zanieczyszczają powietrze, wydajność urządzenia jest niewielka i łatwo ulega uszkodzeniom.

Aparat według wynalazku umożliwia w prosty sposób, przy wyeliminowaniu pompy próżniowej, otrzymywanie rtęci wysokiej czystości, zabezpieczając otoczenie od szkodliwego działania par rtęci. Aparat ten posiada wysoką wydajność i zapobiega uszkodzeniom długich przewodów rtęciowych, dzięki zastosowaniu połączeń kauczukowych.

Aparat przedstawiony jest na załączonych rysunkach przy czym na fig. 1 uwidoczniony jest widok aparatu z boku i częściowy przekrój podłużny przed napełnieniem aparatu rtęcią, na fig. 2 — widok aparatu z boku i częściowy przekrój podłużny przy napełnianiu aparatu rtęcią, na fig. 3 — widok aparatu z boku i częściowy przekrój podłużny w czasie pracy aparatu. Apa-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. Czesław Kierebiński.

rat składa się ze statywu posiadającego pręty 1, 2 wręcone w podstawę 3 i dwie poprzeczki pośne 4, 5 z kółkami 6, 7 w środku, przy czym kółko dolne 7 otoczone jest oprawą gumową, zaś kółko 6 sznurem azbestowym. Na poprzeczce 4 spoczywa zasobnik rtęci 15 przeznaczonej do destylacji, który można ustawiać na dowolnej wysokości. Na poprzeczce 5 spoczywa leżąca rura 8 ze szkła ogniotrwałego, odpowiednio ukształtowana w środkowej części jako zbiorniczek 9, zakończona niewielką chłodnicą 10. Poprzeczka 5, po zluźnieniu nakrętek motylkowych 11 i 12, może obracać się dookoła swej osi, co pozwala na obrócenie aparatu o kąt 180°, przy czym uchwyty 13, 14 utrzymują rurę 8, zapobiegając jej wypadnięciu. Zasobnik 15 komunikuje się z górnym zbiornikiem 9 za pośrednictwem grubościennnej kapilary 16, posiadającej zwężony koniec i w dowolnej części kran 17 oraz wskazówkę 40, której koniec zrównany jest z końcem kapilary. Kapilara 16 połączona jest ze zbiornikiem 9 przy pomocy węża gumowego 18, odpowiednio oczyszczonego i osuszonego. Podobnie połączona jest rurka kondensacyjna 19 z grubościenną rurką odprowadzającą 20, zakończoną zamknięciem rtęciowym 21, opartym na podstawie ruchomej 22. Szczegół połączenia rurek 23 wskazuje, że rurka kondensacyjna posiada koniec 24 zwężony, zaś rurka odprowadzająca posiada koniec 25 rozszerzony, co zapewnia opadanie kropel rtęci wprost w środek rurki odprowadzającej bez zetknięcia się oczyszczonej rtęci z gumą. Połączenia 18 i 23 zabezpieczają aparat przed uszkodzeniem. Kapilara 16 i rurka odprowadzająca 20 usztywnione są przy pomocy odpowiedniego uchwytu 26 o kształcie litery H.

Aparat zostaje przygotowany do uruchomienia w ten sposób, że opuszcza się zasobnik rtęci 15 w dół i wlewa do niego odpowiednią ilość rtęci, następnie ustawia się leżącą rurę 8 w ten sposób, żeby zbiorniczek rtęci 9 i osadzona w nim kapilara 16 oraz rurka 20 skierowane były ku górze, w tej pozycji umocowuje się leżącą rurę 8 przez przykręcenie poprzeczki usztywniającej 27 do pręta 28 przy pomocy łącznika 29 i dokręca się nakrętki motylkowe 11, 12. Następnie napełnia się aparat rtęcią poprzez lejek 34 połączony rurką gumową 30 z rurką odprowadzającą 31. Kiedy poziom rtęci podniesie się do końca kapilary 16, zamknięty zostaje kran 17, po czym, kapilara 16 i rurka 20 zostają skierowane ku dołowi i wracają do stanu normalnego zaś lejek 34 uniesiony ku górze. Zasobnik 15 rtęci zostaje podniesiony do określonej wysokości i po otwarciu kranu 17, w górnej części

aparatu tworzy się próżnia barometryczna 32, zaś nadmiar rtęci przelewa się do zasobnika 15. Zasobnik ten należy ustawić na takiej wysokości, aby poziom rtęci w zbiorniku 9 ustalił się w połowie przekroju 33 rury 8, — stanowi temu odpowiada odległość ok. 760 mm między poziomami rtęci w obydwu zbiornikach 9 i 15. W rurce odprowadzającej 20 poziom rtęci obniża się poniżej połączenia gumowego 23 i w tym celu posiada ona długość większą od 760 mm. Nadmiar rtęci przechodzi do lejka 34 skąd zostaje przelana do odpowiedniego naczynia i lejek 34 wraz z rurką gumową 30 zostaje usunięty a na jego miejsce podstawiona specjalna kolba stożkowa 35 o kształcie Erlenmeyera, dotykająca górną krawędzią do uszczelki gumowej a znajdującej się w szklanym czopku. Po włączeniu obwodu grzejnego przy pomocy kontaktu wtyczkowego 36, umieszczonego na drewnianej listwie 37, zostaje uruchomiony przepływ wody przez chłodnicę 10. Specjalny kształt rury 8, w którym zachodzi destylacja, pozwala na znaczne rozwinięcie powierzchni parowania i powierzchni grzejnej. Rtęć wstępnie ogrzana zostaje w zbiorniczku 9, a następnie w poziomej rurce 8 otoczonej płaszczem grzejnym 38, gdzie osiąga temperaturę parowania ok. 120 °C. Odpowiednia spirala grzejna, znajdująca się wewnątrz płaszcza 38, zapewnia spokojne wrzenie rtęci, wykluczając możliwość mechanicznego porywania cząsteczek cieczy, co warunkuje otrzymanie produktu o wysokiej czystości. Powstała nad powierzchnią rtęci para kieruje się do wygiętej ku górze części 39 aparatu, otoczonej płaszczem grzejnym 38, w celu zabezpieczenia par rtęci od skraplania, co następuje w chłodnicy 10, skąd rtęć odpywa kropkami do rurki odprowadzającej 20 i następnie poprzez zamknięcie rtęciowe 21 do odbieralnika 35. Jeżeli do napełniania aparatu użyto nieoczyszczonej rtęci, wtedy pierwsze partie destylatu należy skierować z powrotem do zasobnika rtęci 15.

Uruchomiony aparat działa samoczynnie i nie wymaga żadnej obsługi. W miarę odparowywania rtęci w górnym zbiorniku 9 dopływa ona w sposób ciągły z zasobnika 15, drogą zasysania przez próżnię poprzez kapilarę 16. W celu zapobieżenia opuszczeniu się rtęci poniżej końca kapilary, co spowodowałoby unicestwienie próżni i konieczności ponownego uruchamiania aparatu, w zasobniku rtęci 15 umieszczono dwie elektrody d, e, z których jedna d zanurzona jest poniżej, druga e powyżej końca kapilary 16, dzięki czemu z chwilą obniżenia się poziomu rtęci w zasobniku 15 poniżej elektrody d — przerwa-

ny zostaje obwód prądu grzejnego i destylacja ustaje. Elektrody sporządzone z żelaza lub z wolframu połączone są z przewodami doprowadzającymi prąd do płaszcza grzejnego 38 za pomocą odpowiednich zacisków. Odnosnie położenia końca kapilary 16 orientuje wskazówka 40. Rtęć do zasobnika 15 dodawana jest otworem zamykanym korkiem gumowym 41, z przetkniętą przez niego cienką kapilarą *g*. Górna szyjka zasobnika 15 zamknięta jest również korkiem gumowym. Kapilarę *g* łączy się za pomocą cienkiego węża gumowego z kapilarowym tubusem 42 odbieralnika 35, przez co powstaje absolutne zabezpieczenie od szkodliwego działania par rtęci. Rtęć znajdująca się w aparacie i podlegająca destylacji nie posiada żadnego kontaktu z atmosferą, dzięki czemu aparat może być umieszczony w dowolnym pomieszczeniu. Połączenie odbieralnika 42 wężem gumowym z kapilarą *g* ma za zadanie oprócz umiejscowienia atmosfery zanieczyszczonej parami rtęci w naczyniach 15, 35 — możliwość wyrównania ciśnień. Kran trójdrożny lub trójniki wmontowany do rurki gumowej wraz z zaciskiem Hoffmana, pozwala dodatkowo wyrównać ciśnienie w wypadku zamykania korkiem 41 zasobnika 15 (np. po dodaniu rtęci).

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób ciągłej próżniowej destylacji rtęci bez zastosowania pompy próżniowej, znamienny tym, że po napełnieniu rury (8) rtęcią i dokonaniu obrotu jej o 180°, przy równoczesnym zanurzeniu kapilary (16) w rtęci znajdującej się w dolnym zasobniku (15), powstaje nad powierzchnią rtęci (33) próżnia barometryczna (32).
2. Aparat do wykonywania sposobu ciągłej próżniowej destylacji rtęci bez zastosowania pompy próżniowej według zastrz. 1, znamienny tym, że posiada leżącą rurę (8), której środkową część stanowi zbiornik (9) do podgrzewania rtęci, część zaś końcowa przechodzi w chłodnicę (10).
3. Aparat do wykonywania sposobu ciągłej próżniowej destylacji rtęci, znamienny tym, że posiada zasobnik rtęci (15) zamknięty korkiem (*h*) i kapilarę (*g*) połączoną z kapilarowym tubusem (42) odbieralnika (35) odpowiednim wężem.

Rzemieślnicza Spółdzielnia Pracy
Termometrów i Sprzętu
Laboratoryjnego „Termometr”
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

Fig. 2

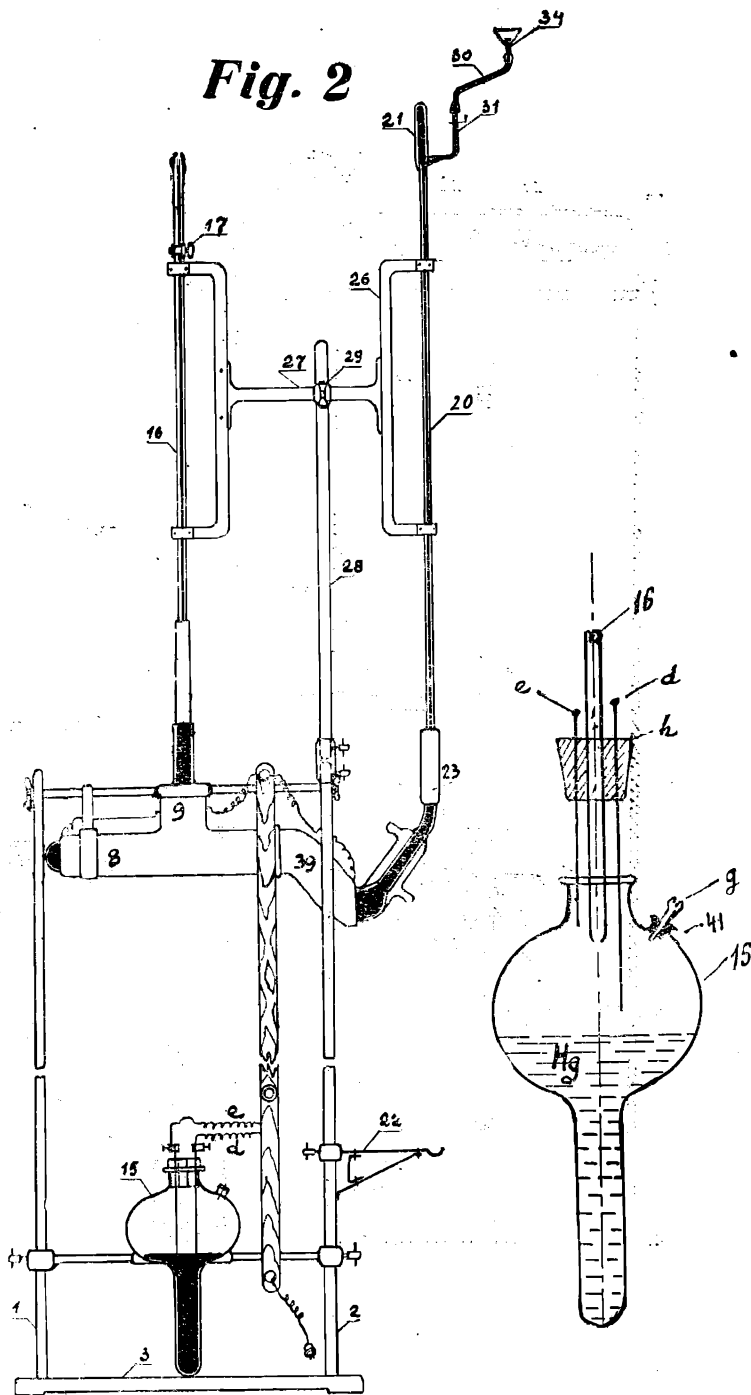


Fig. 3

