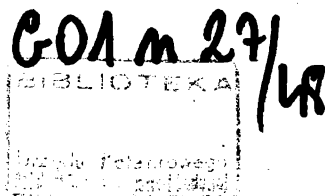


Opublikowano dnia 15 maja 1958 r.



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 41008

Kl. 42 I, 3/05

Centralne Laboratorium Akumulatorów i Ogniw *)

Poznań, Polska

Naczynko do elektrolizy, szczególnie polarograficznej

Patent trwa od dnia 28 grudnia 1955 r.

Przedmiotem wynalazku jest naczynko do elektrolizy, w szczególności polarograficznej, nadające się zwłaszcza do mikroanalizy polarograficznej.

W mikroanalizie polarograficznej stosuje się małe objętości roztworów, co powoduje powstawanie licznych trudności, ograniczających poważnie eksperymentalne możliwości tej metody oznaczania. Największymi trudnościami są: konieczność pomieszczenia i odprowadzenia spadającej z kapilary rtęci tak, by nie zwarła się ona ze słupem rtęci w kapilarze, zbyt mała powierzchnia styku elektrody wewnętrznej z roztworem wskutek małej ilości roztworu, co może spowodować spolaryzowanie elektrody, przy czym użycie elektrody porównawczej zewnętrznej wymaga zetknięcia roztworu analizowanego z kluczem elektrolitycznym, trudności pokonania zjawisk adhezyjnych

i dużego napięcia powierzchniowego roztworów wodnych, które to zjawiska zaznaczają się bardzo silnie przy małej objętości roztworów, np. 0,1 mm³, spadek stężenia roztworu w czasie trwania elektrolizy polarograficznej i zużywanie depolaryzatora. W makroanalizie polarograficznej, przy stosowaniu znanych metod i aparatury, spadek stężenia roztworu w czasie trwania elektrolizy nie uwydatnia się, w półmikroanalizie można go już stwierdzić, jednakże nie przeszkadza w wykonaniu oznaczenia. W mikroanalizie polarograficznej natomiast efekt ten zaznacza się już wyraźnie.

W celu ominięcia tych trudności, liczni autorzy proponowali rozwiązanie tego zagadnienia przez odpowiednie wykonanie naczynek szklanych.

Naczynka takie okazały się w praktyce pod wieloma względami niedogodne. Trudności zachodziły przy technicznym wykonaniu samych naczynek. Poza tym, znaczna kruchość materiału utrudniała technikę pomiarową, a w przy-

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr. Zbigniew Zagórski.

padku kiedy zachodziła konieczność stosowania elektrody porównawczej nawet uniemożliwiała pomiar.

Według wynalazku okazało się, że do wykonania pomiarów polarograficznych, zwłaszcza mikroanalizy polarograficznej można zastosować naczynka ze szkła organicznego (poliakrylowego, polistyrenowego itp.), które nawet po długotrwałym działaniu typowych roztworów podstawowych, jak kwas solny, amoniak, chlorek amonu, kwas nadchlorowy i jego sole, chlorek potasu, ług sodowy, komplekson III, winian etylenodwuaminy, trójetanolamina, roztwory alkoholowe, nie powodowało pojawienia się fal na polarogramie. Jedynie benzen, chloroform i roztwory zawierające te rozpuszczalniki atakują szkło organiczne, powodując jego pęcznienie. Pomiar i próby wykazały, że naczynka wykonane z polimetakrylanu metylu, polistyrenu, nylonu i polimeryzatów mieszanych nie tracą swych wymiarów podczas pomiarów i nie wykazują żadnego ujemnego wpływu na pomiar polarograficzny. Naczynka wykonuje się w płytce o grubości około 8 mm, w której wywierca się odpowiednie otwory, tworzące samo naczynko i kanaliki. Naczynka takie można też wykonać dowolną inną techniką stosowaną przy obróbce mas plastycznych, na przykład przez tłoczenie, przez tłoczenie wtryskowe itd.

Naczynko według wynalazku uwidoczniono na załączonym rysunku, którego fig. 1 przedstawia naczynko uniwersalne; fig. 2 — uproszczone naczynko w stosunku do fig. 1; fig. 3 i 4 naczynka do zawieszania na kapilarze kropłowej.

Naczynko polarograficzne uniwersalne uwidocznione na fig. 1 wykonane z płytki 1 ze szkła organicznego, nadaje się do stosowania do najrozmaitszych pomiarów polarograficznych. W płytce 1 wydrążona jest przestrzeń 2, służąca jako właściwe naczynko, połączona z szeregiem kanalików, z których kanalik 3 służy do wprowadzania rurki doprowadzającej gaz (wodór, azot itp.) usuwający tlen z analizowanego roztworu, przy czym wylot jego znajduje się u spodu przestrzeni analitycznej 4 z analizowanym roztworem. Do przestrzeni 2 wprowadzać można w czasie analizowania gaz obojętny kanalikiem 5. Kanał 6 klucza elektrolitycznego jest oddzielony od przestrzeni z analizowanym roztworem za pomocą półprzepuszczalnego korka 7. W kanale pionowym 8 osadzona jest srebrna elektroda z zaciskami 10 i 11. Podpora 12, której położenie można regulować za pomocą śrubki 13, unosi zbiornik 14

z rtęcią. Kanał 15 jest połączony za pomocą drucika kontaktowego z zaciskiem 16, który podłącza się do aparatury pomiarowej.

Naczynko uwidocznione na fig. 2 stanowi naczynko uproszczone, wykonane z płyty 1 ze szkła organicznego, w której wydrążona jest przestrzeń 2 stanowiąca właściwe naczynko, przestrzeń analityczna 4 i kanalik 6 klucza elektrolitycznego. Naczynko to posiada, podobnie jak poprzednie, zaciski 16 i zacisk 9 do połączenia z elektrodą kalomelową. Przestrzeń 15 jest połączona przewodem ze zbiornikiem 14 wypełnionym rtęcią, przesuwnie osadzonym na dowolnej podstawie. Kanaliki 6 wskazane jest tak wykonać, by można je było z łatwością oczyszczać w razie konieczności zmiany oczyszczenia klucza elektrolitycznego.

Naczynka uwidocznione na fig. 3 i 4 przedstawia naczynka bardziej uproszczone, przeznaczone do zawieszania na elektrodzie kapilarnej. Naczynka te podobnie jak poprzednie są wykonane z płytki 1 ze szkła organicznego i posiadają przestrzeń 2 stanowiącą właściwe naczynko, w którą wprowadza się koniec kapilary 17, przy czym naczynka ze względu na ich lekkość przymocować można do kapilarki za pomocą korka 18. W odmianie konstrukcyjnej według fig. 4, naczynko jest tak wykonane, że przestrzeń 15' posiada boczny kanalik 15". W przestrzeni tej i kanalik 15" osadzona jest rtęć, a w niej drucik połączony odpowiednio z aparaturą pomiarową. Kanalik 15" może równocześnie służyć jako kanalik do przepuszczania gazów przed lub podczas pomiarów.

Naczynko według wynalazku może być wykonane jeszcze w innych postaciach do najrozmaitszych celów analizy polarograficznej, np. jako naczynko przepływowe.

Naczynko według wynalazku w rozmaitych postaciach wykonania wykazało korzystne cechy techniczne jak lekkość, odporność na wszelkiego rodzaju uszkodzenia mechaniczne, wytrzymałość na czynniki chemiczne, przy czym może być zastosowane do takich pomiarów, na jakie poprzednie znane naczynka szklane nie pozwalały.

Zastrzeżenia patentowe

1. Naczynko do elektrolizy, w szczególności polarograficznej, znamienne tym, że stanowi je płyta (1) z masy plastycznej najlepiej ze szkła organicznego, w której wydrążona jest przestrzeń (2) stanowiąca właściwe naczynko i przestrzeń analityczną (4), kanały (5 i 3) doprowadzające gazy i usuwające

tilen, kanał (6) klucza elektrolitycznego, wydrążenie (8) do elektrody (9) połączonej z zaciskami (10) lub (11) osadzonymi w płycie (1) oraz zacisk (16) połączony z kanałem (15) do rtęci, przy czym płyta (1) posiada otwór do nastawnego osadzania podpory (12) unoszącej zbiornik rtęci (14).

2. Odmiana naczynia według zastrz. 1, znamienna tym, że posiada bardzo małe wymiary i w górnej części płyty (1) otwór (2) znacznie zwężony dzięki czemu naczynko może być zawieszono na kapilarze (17) za pomocą korka (18) wciśniętego w otwór

przestrzeni (2), przy czym w płycie (1) osadzony jest zacisk (16) połączony z kanałem (15) albo też w naczynku tym wykonane jest pod przestrzenią pomiarową (4) poszerzenie (15') do rtęci, zaopatrzone w kanałik (15'') służący do osadzenia przewodu łączącego z aparaturą pomiarową jak i przepuszczania gazów przed lub w czasie pomiaru.

Centralne Laboratorium
Akumulatorów i Ogniw

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

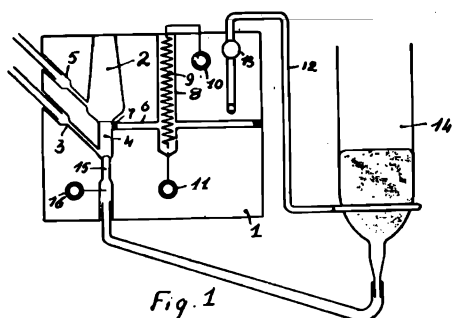


Fig. 1

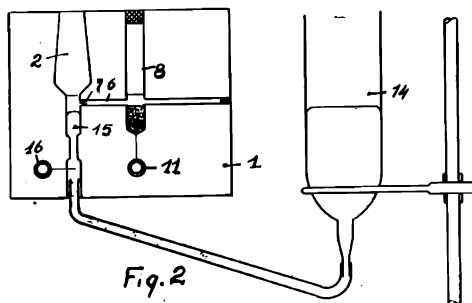


Fig. 2

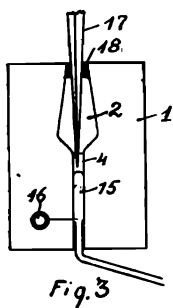


Fig. 3

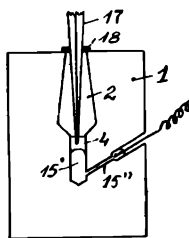


Fig. 4