



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

248208
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 25 B 3/00

(22) Prihlášené 13 02 85
(21) (PV 1014-85)

(40) Zverejnené 12 06 86

(45) Vydané 15 07 88

(75)

Autor vynálezu

FEDOROŇKO MICHAL ing. DrSc., KÁNSKY EMIL, BRATISLAVA

(54) Zariadenie na elektrosyntézu chemických zlúčenín

1

2

Účelom zariadenia na elektrosyntézu chemických zlúčenín je pripraviť anorganické a organické zlúčeniny požadovaného typu a vo vysokých výťažkoch.

Uvedeného účelu sa dosiahne vykonaním elektrosyntézy chemických zlúčenín v zariadení za potenciostatických a pH-statických podmienok. Kontrola pH reakčného prostredia a udržovanie jeho nastavenej hodnoty sa vykonáva mimo vplyvu elektrického poľa buď vo vyvedenom uzavretom obvode časti roztoku, v ktorom je ponorená a omývaná kombinovaná indikačná elektróda, alebo periodickým nesávaním časti roztoku cez úzku trubičku do priestoru, v ktorom sa nachádza elektróda a opätovnom jeho vrátení do reakčného prostredia. Potrebný pohyb roztoku v oboch prípadoch sa môže zaistiť pumpou.

Zariadenie na elektrosyntézu chemických zlúčenín sa môže využiť vo všetkých oblastiach chémie, kde elektrochemické reakcie dovoľujú pripraviť požadované zlúčeniny.

Vynález sa týka zariadenia na elektrosyntézu chemických zlúčenín v roztoku za simultánneho použitia potenciostatu a pH-statu na udržiavanie konštantných hodnôt potenciálu pracovnej elektródy a pH prostredia počas elektrochemického procesu.

Z elektrochemického správania najmä organických zlúčenín je známe, že druh a čistota vznikajúcich produktov veľmi závisí tiež od použitého potenciálu pracovnej elektródy a pH prostredia. Hoci ich vzájomná súvislosť je zrejmá, v literatúre sa zdôrazňuje hlavne význam udržiavania požadovanej konštantnej hodnoty pracovnej elektródy vzhľadom k referentnej elektróde v trojelektrodovom elektrochemickom systéme [L. Ebersson: Organic Electrochemistry, Springer-Verlag, Berlin, 1971; A. J. Fry: Synthetic Organic Electrochemistry, Harpen and Row, Publishers, New York, 1972; D. T. Sawyer, J. L. Roberts Jr.: Experimental Electrochemistry for Chemists, John Wiley and Sons, New York, 1974].

Udržiavanie potrebnej konštantnej hodnoty potenciálu pracovnej elektródy je síce nutnou, ale nepostačujúcou podmienkou spoľahlivosti v prípade zmeny hodnôt pH prostredia v priebehu elektrochemického procesu. Takéto zmeny pH prostredia môžu vyvolať nielen nežiadúce chemické či elektrochemické reakcie, ale aj znehodnotiť potenciostatovanie v dôsledku posunu optimálneho potenciálu pracovnej elektródy k iným hodnotám. Táto skutočnosť sa napr. zistila pri preparatívnych elektroredukciách monosacharidov vo vodných neutrálnych roztokoch elektrolytov za potenciostatických podmienok. V procese elektrolýzy vytvorené silné alkalické prostredie vyvolalo tvorbu neželateľných bočných chemických a tiež elektrochemických produktov.

Tieto nedostatky sa môžu odstrániť tým, že v priebehu elektrochemických reakcií, uskutočnených najmä v preparatívnom merítku sa v priebehu celého procesu udržiava nielen potrebná hodnota potenciálu pomocou potenciostatu, ale súčasne aj požadovaná pH-hodnota prostredia pomocou pH-statu.

Pri riešení tohoto problému vytvorením potenciostatických a pH-statických podmienok bolo zistené, že pri meraní pH reakčného prostredia priamym ponorením kombinovanej elektródy, napr. sklenená — nasýtená kalomelová od pH-statu do katolytu sa nezískali spoľahlivé výsledky merania v dôsledku nehomogenity elektrického poľa v jednotlivých polohách katodického priestoru a ich zmien v procese elektrolýzy.

Za týchto podmienok namerané hodnoty pH elektrolyzovaného roztoku sa môžu značne líšiť od nastavenej veličiny na pH-state a tým sa napríklad stáva, že pH-statické zariadenie uvoľňuje omnoho viac roztoku kyseliny do reakčného prostredia, než je potrebné na zachovanie požadovanej konštantnej hodnoty pH.

Uvedené nevýhody odstraňuje zariadenie elektrosyntézy chemických zlúčenín podľa vynálezu, ktorého podstata spočíva v tom, že elektróda na kontrolu a udržiavanie pH reakčného roztoku je umiestnená mimo dosah pôsobenia elektrického poľa elektrolyzovaného roztoku v otvorenej nádobke, ktorá je v spodnej časti opatrená rúrkou pre nasávanie a vypúšťanie reakčného roztoku a v hornej časti prírodnou rúrkou k pumpe.

Hlavná výhoda navrhovaného zariadenia na elektrosyntézu chemických zlúčenín spočíva v tom, že elektrochemické reakcie sa môžu vykonávať za presne definovaných potenciostatických a pH-statických podmienok, čo je rozhodujúce pre získanie čistých produktov vo vysokých výťažkoch.

Na pripojenom výkrese je znázornené jedno z možných zariadení na preparatívnu elektroredukciu chemických zlúčenín na ortuťovej pracovnej katóde za potenciostatických a pH-statických podmienok, kde na obr. 1a je znázornený nárys elektrolýzera s príslušenstvom, na obr. 1b je znázornený pôdorys rozloženia otvorov v uzávere katodickej časti a na obr. 1c je znázornený nárys otvorenej nádobky, v ktorej je umiestnená pH-elektroda.

Zariadenie na elektrosyntézu chemických zlúčenín pozostáva zo skleneného elektrolýzera 1 rozdeleného fritou 2 o hustote S1 a vrstvou agaru nasýtenou elektrolytom anolytu 3 na katodickú 4 a anodickú časť 5, pričom vrstva ortute 6 na dne katodickej časti 4 slúži ako pracovná katóda a platínový plech 7 umiestnený v anodickom priestore 5 ako pomocná anóda. Po naplnení katodického priestoru 4 katolytom, t. j. vodným roztokom elektrolytu so zlúčeninou, ktorá sa má elektroredukovať a anodického priestoru 5 roztokom anolytu, ktorý zaisťuje vodivosť, elektrochemicky sa proces zahajuje pripojením platínového prípoja katódy 8 k zápornému pólu potenciostatu a prívodu anódy 9 k jeho kladnému pólu.

Požadovaný potenciál pracovnej ortuťovej katódy 6 sa na konštantnej hodnote vzhľadom k referentnej nasýtenej kalomelovej elektróde 10 udržiava pomocou potenciostatu. Pripojením kombinovanej indikačnej elektródy 11, nachádzajúcej sa v reakčnom roztoku v otvorenej nádobke 12 opatrenej v spodnej časti rúrkou 12b a v hornej časti rúrkou 12a, k pH-statu zaisťuje sa kontrola a udržiavanie konštantnej hodnoty pH prídávaním do prostredia potrebného množstva vodného roztoku kyseliny z byrety 13 cez magnetický ventil na základe impulzov od pH-statu.

Prívod a odvod reakčného roztoku do otvorenej nádobky 12 sa zaisťuje mikropumpou. Frekvencia mikropumpy je taká, aby indikačná elektróda bola stále v zmáčanom stave, t. j. aby sa nepozorovali výkyvy v meraní pH-hodnôt. Dostatočne intenzívne miešanie povrchu ortute sa zaisťuje mie-

šadlom 14 pripojeným k elektromotoru. Otvor 15 slúži na odber vzoriek pre kontrolu priebehu elektroredukcie.

Navrhované zariadenie je vhodné pre všetky elektrosyntézy, kde sa vyžaduje súčasne potenciostatické a pH-statické sledo-

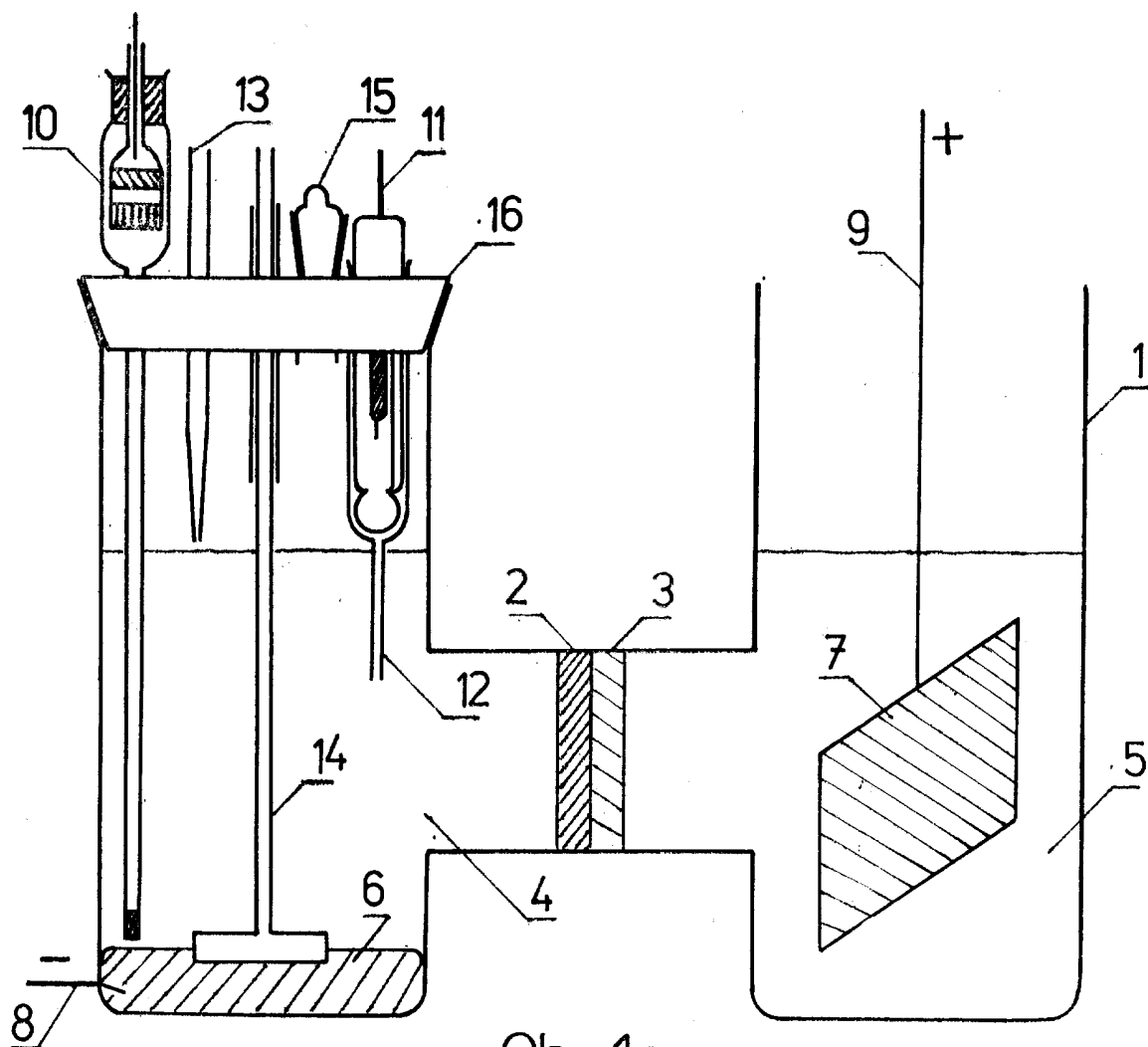
vanie elektrochemického procesu nezávisle od typu elektrolyzéra, jeho veľkosti, formy, typu, použitých elektród, sledovaného elektródového procesu, zloženia a pohybu reakčného roztoku a podobne.

PREDMET VYNÁLEZU

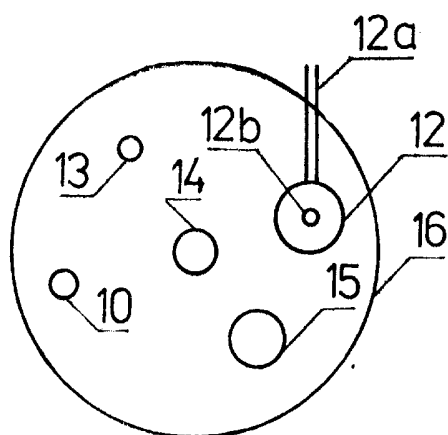
Zariadenie na elektrosyntézu chemických zlúčenín pozostáva z elektrolyzéra rozdeleného na katodický a anodický priestor polopriepustnou diafragmou, z pracovnej elektródy, pomocnej elektródy a referenčnej elektródy, pripojené na potenciostat a z elektródy na meranie pH reakčného roztoku a dávkovača činidla na reguláciu pH, ktoré sú pripojené na pH-stat vyznačujúce

sa tým, že elektróda (11) na kontrolu a udržovanie pH reakčného roztoku je umiestnená mimo dosah pôsobenia elektrického poľa elektrolyzovaného roztoku v otvorenej nádobke (12), ktorá je v spodnej časti opatrená rúrkou (12b) pre nasávanie a vypúšťanie reakčného roztoku a v hornej časti prívodnou rúrkou (12b) k pumpe.

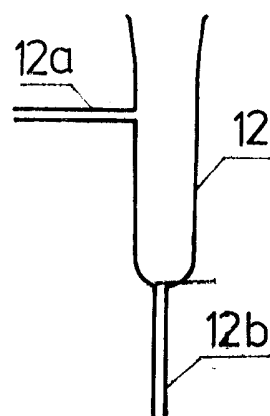
1 list výkresov



Obr. 1a



Obr. 1b



Obr. 1c