



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196649

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 22 11 76

(21) {PV 7506-76}

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 15 11 81

(51) Int. Cl.³

G 01 N 27/30

[75]

Autor vynálezu

VOJÍŘ Vladimír CSc., Pardubice

(54) Indikační elektroda pro potenciometrické sledování průběhu redukce nitrolátek

1

Vynález se týká řešení indikační elektrody pro potenciometrická měření, zvláště pro sledování průběhu redukce nitrolátek, k jejichž vedení se používá látek suspendovaných v reakční směsi.

Pro potenciometrická měření se obvykle používají indikační elektrody, jejichž vlastní aktivní část tvoří jedolitý, popřípadě pórovitý celek o konstantním povrchu, prostorově přesně lokalizovaný.

V některých případech lze však výhodněji použít pro sledování průběhu chemických redukčních reakcí elektrody podle tohoto vynálezu. Je tomu například v případech, kdy chemická reakce, jejíž průběh je třeba sledovat, se provádí pomocí suspendovaných částic v reakční směsi, které vlastní reakci katalyzují nebo se jí samy chemicky zúčastňují.

Indikační elektroda pro potenciometrické sledování průběhu redukce nitrolátek spočívá podle vynálezu v tom, že její aktivní část je tvořena suspendovanými částicemi v měřené kapalině a neaktivní část je tvořena elektrickým vodičem z indiferentního materiálu, například z Pt, Au, skelného grafitu apod.

Na přiloženém výkresu je znázorněno provedení indikační elektrody podle vynálezu. Indikační elektroda 2, 3 obsahuje aktiv-

2

ní plochu 2, tvořenou přímo suspendovanými částicemi Fe, například katalyzátory Pt čern, Pt na nosiči, například Al_2O_3 Pd na nosiči, například uhlí, Raney nikl apod. v reakční nádobě 1, a neaktivní část 3, kterou tvoří přívodní vodič, spojený s potenciometrem 5, se kterým je rovněž spojena srovnávací elektroda 4.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení redukce za použití elektrody podle vynálezu.

Příklad 1

Katalytická hydrogenace nitrobenzenu se provede v uzavřené skleněné reakční baňce o obsahu 250 ml při laboratorní teplotě a normálním tlaku. Do baňky se napustí 100 ml reakční směsi, jejíž složení je:

50 % etylalkoholu,

0,1 mol/l KOH,

1 g pasty Raney-niklu (katalyzátor),

a intenzívně se promíchává. Pod hladinu reakční směsi se zavádí vodík rychlostí 20 ml za min. Potenciál indikační suspenzní elektrody (Raney-nikl) je indikován pomocnou Au elektrodou ponořenou do reakční směsi spolu s referentní elektrodou argentchloridovou. Rozdíl potenciálu obou elektrod je měřen milivoltmetrem. Po nasycení katalyzátoru vodíkem se potenciál suspenzní elektrody ustaví na hodnotě — 1000 mV (proti

argentchloridové elektrodě). Po nadávkování 0,204 g nitrobenzenu v 1 ml etanolu dojde k vzrůstu potenciálu suspenzní elektrody a ustaví se na cca 530 mV. Asi 20 minut před ukončením redukce začíná potenciál klesat a po jejím skončení se ustaví opět na původní hodnotě — 1000 mV. Dosažení této hodnoty indikuje tedy konec redukčního pochodu.

Příklad 2

Sledování katalytické tlakové hydrogenace při výrobě aromatických aminů

Redukce příslušné nitrolátky se provádí v tlakové reakční nádobě 1 vodíkem pomocí niklového katalyzátoru, suspendovaného v reakční směsi. Do této směsi zasahuje indikační elektroda 2, 3 podle vynálezu, přičemž její aktivní část 2 je v tomto případě tvořena přímo suspendovanými částicemi niklu, který je katalyzátorem použitým pro vlastní vedení redukce. Na jednotlivých čas-

ticích suspendovaného katalyzátoru se ustaví potenciál odpovídající rovnosti katodického proudu redukce nitrolátky a anodického proudu oxidace vodíku absorbovaného na povrchu katalyzátoru. Takto vzniklý smíšený potenciál je přenášen na neaktivní část 3 indikační elektrody, která je s těmito částicemi ve styku a tvoří s nimi funkční celek. Hodnota potenciálu indikační elektrody, závislého na koncentraci nitrobenzenu, je měřena pomocí obvyklé srovnávací elektrody 4 potenciometrem 5 a tomu odpovídající vzniklý signál může být popřípadě zaznamenán nebo využit pro řízení chodu reakce.

Příklad 3

Obdobně jako v příkladu 1 lze postupovat při hydrogenaci fenyacetylenem na styren.

Tímto způsobem lze například kontinuálně sledovat průběh reakce v tlakových nádobách, kde jiné metody jsou nesnadno použitelné.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Indikační elektroda pro potenciometrické sledování průběhu redukce nitrolátek, vyznačená tím, že její aktivní část (2) je tvořena suspendovanými částicemi, například Fe, katalyzátory Pt čern, Pt na nosiči, na-

příklad Al_2O_3 , Pd na nosiči, například uhlí, Raney-nikl v měřené kapalině, a neaktivní část (3) je tvořena elektrickým vodičem z indifferentského materiálu, například z Pt, Au, skelného grafitu.

196649

