



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

225 411

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 19 02 82

(21) PV 1147 - 82

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/06

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 01 10 84

(75)

Autor vynálezu

VOJÍŘ VLADIMÍR CSc.,
SKALICKÝ PETR ing., PARDUBICE

(54)

Způsob kontroly srážení železnatých iontů v reakční směsi
po redukci aromatických nitrolátek železem

Vynález se týká způsobu kontroly srážení ^{železnatých} iontů železa v reakčních směsích po redukci aromatických nitrolátek železem.

Aromatické aminy se vyrábějí redukcí příslušných nitrolátek železem. Po skončené redukci je třeba z reakční směsi vysrážet ionty dvojmocného železa a poté následuje filtrace. Srážení iontů železa se provádí zpravidla zalkalizováním reakční směsi např. hydroxidem sodným, vápenatým nebo sodou.

Kontrola srážení se provádí obvykle vizuálně tzv. kapkovou zkouškou se sirníkem sodným na filtračním papíře. V přítomnosti iontů dvojmocného železa se na styku kapek vytvoří černá sraženina na sirníku železnatého.

Nevýhodou tohoto způsobu kontroly je subjektivnost posuzování stupně vysrážení, nebezpečí zbytečného přealkalizování reakční směsi nebo neúplné vysrážení, nutnost odebrání vzorku z reaktoru a nemožnost automatického vedení procesu.

Nyní bylo zjištěno, že vhodnou informací o stupni vysrážení železa lze získat z hodnoty potenciálu elektrody, jejíž aktivní část obsahuje železo a která je spolu s elektrodou referentní umístěna v reakční směsi. Způsob kontroly srážení železnatých iontů z reakční směsi po redukci aromatických nitrolátek železem spočívá podle vynálezu v tom, že se k reakční směsi za stálého míchání připouští roztok anorganického hydroxidu sodného nebo uhličitanu sodného až k poklesu potencionálního rozdílu mezi železnou nebo železo obsahující elektrodou zasahující do reakční směsi a elektrodou referentní pod hodnotu experimentálně předem zjištěnou pro dané podmínky a uspořádání. Ve funkci indikační elektrody lze též s výhodou využít některou z kovových částí reakční nádoby, která je ve styku s reakční směsí.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení způsobu dle vynálezu.

Příklad 1

Kontrola srážení iontů železa po redukci dinitrostilbendisulfokyseliny železem.

Redukce dinitrostilbendisulfokyseliny na diaminostilbendisulfokyselinu se provádí v ocelovém reduktoru, opatřeném keramickou vyzdívkou a nerezovým míchadlem. Do reduktoru zasahuje indikační elektroda (materiál ČSN 11 343) ve tvaru roubíku $\varnothing 10 \times 50$ mm a vývodka solného můstku referentní argentchloridové elektrody. Rozdíl mezi potenciály obou elektrod je měřen vysokoimpedančním milivoltmetrem a registrován zapisovačem.

Po skončení redukce činí tento rozdíl 680 mV. Během následujícího srážení železnatých iontů roztokem 10 mol/l hydroxidu sodného posouvá se potenciál indikační elektrody k negativnějším hodnotám a rozdíl mezi oběma elektrodami vzrůstá. Po dosažení 900 mV klesne obsah dvojmocného železa pod mez detekce kapkové zkoušky s sirníkem sodným a srážení lze považovat za skončené.

Příklad 2

Postup je obdobný jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že indikační elektrodu tvoří uzemněné nerezové míchadlo v reduktoru. Jedna ze vstupních svorek milivoltmetru je uzemněna a druhá propojena s referentní elektrodou.

Výhodou popsaného způsobu je získání elektrického signálu, který je objektivnější mírou stupně vysrážení iontů železa, možnost získání záznamu o provedení srážení i automatického řízení procesu. Odpadá nutnost odběru vzorku a umožní se vysrážení jen nezbytně nutným množstvím alkalického činidla. Vlastní indikační elektroda je dostatečně robustní a její funkce v reakční směsi obsahující suspendované železo spolehlivá. Výhodou je i to, že tato elektroda může být využívána i ke kontrole a řízení při předchozí vlastní redukční operaci.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

225 411

Způsob kontroly srážení železnatých iontů v reakční směsi po redukci aromatických nitrolátek železem vyznačený tím, že se k reakční směsi za stálého míchání připouští roztok anorganického hydroxidu sodného nebo uhličitanu sodného až k poklesu potenciálního rozdílu mezi železnou nebo železo obsahující elektrodou zasahující do reakční směsi a elektrodou referentní pod hodnotu experimentálně předem zjištěnou pro dané podmínky a uspořádání.