



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

201 129

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 11 76
(21) PV 7463-76

(51) Int. Cl.³ G 01 N 27/26

(40) Zveřejněno 29 02 80

(45) Vydáno 01 03 83

(75)

Autor vynálezu VOJÍŘ VLADIMÍR, CSc., PARDUBICE

(54) Způsob potenciometrického měření průběhu redukce nitrolátek a elektroda pro jeho provedení

1

Vynález se týká způsobu potenciometrického měření průběhu redukce nitrolátek a elektrody pro jeho provedení.

Sledování průběhu redukce nitrolátek měřením potenciálu, který uděluje nitrolátka indiferentní elektrodě je prakticky neuskutečnitelné, jelikož se potenciál ustavuje příliš zvolna a nedostatečně reprodukovatelně v důsledku malých výměnných proudů na elektrodě.

Tyto nedostatky v řadě případů odstraňuje způsob potenciometrického měření a elektroda podle tohoto vynálezu.

Způsob potenciometrického měření průběhu redukce nitrolátek spočívá podle vynálezu v tom, že se měří smíšený potenciál elektrody určený koncentracemi základních složek reakční směsi. Elektroda podle vynálezu je realizována tak, že její aktivní část obsahuje obdobný katalyzátor, jaký je použit pro uskutečnění vlastní sledované redukční reakce, popřípadě látku, která se účastní vlastní chemické reakce. Na takovéto elektrodě se ustaví samovolně bez průchodu vnějšího proudu potenciál na hodnotě, při níž jsou intenzity katodického a anodického proudu vyrovnány. Mění-li se potom v průběhu chemické reakce složení roztoku mění se i hodnota katodického a anodického proudu indikační elektrody při zachování jejich rovnosti a tím se mění i potenciál této elektrody. Z toho potom plyne, že měřený potenciál je mírou složení reakční směsi.

Na výkresech jsou znázorněny indikační elektrody podle vynálezu. Na obr. 1 je znázorněno zapojení do měřicího obvodu při použití jednoho reaktoru, na obr. 2 zapojení při práci se dvěma reaktory. Do měřicího okruhu 1, na obr. 1 zapojeného na reaktor 2 je připojen snímač 4 obsahující indikační elektrodu 5 a rovnávací elektrodu 6. Rozdíl potenciálů obou elektrod je měřen milivoltmetrem 7. Měřicí okruh 1 je dále opatřen přívodem 8 nosného plynu a čerpadlem 2. Na obr. 2 značí 2 a 3 reaktory, které jsou napojeny do měřicího okruhu 1, kde je dále napojen snímač 4, v němž je umístěna indikační elektroda 5 a elektroda 6 srovnávací. Snímač 4 je propojen přes převodník 10 s regulačním ventilem 11 umístěným na přívodním potrubí 9.

Níže uvedené příklady ilustrují provedení měření podle vynálezu.

Příklad 1

Sledování průběhu kontinuální hydrogenace nitrofenolsulfamidu.

Reakční směs obsahující nitrofenolsulfamid ve vodném roztoku louhu draselného obíhá okruhem 1 pomocí čerpadla 2, hydrogenačním reaktorem 3 a snímačem 4, v němž je umístěna indikační elektroda 5 pro potenciometrické měření podle vynálezu a Ag/AgCl elektroda 6 srovnávací. Rozdíl potenciálů obou elektrod je měřen milivoltmetrem 7. Do okruhu 1 je přiváděn podle potřeby vodík přívodem 8. Aktivní část indikační elektrody 5 je tvořena vrstvou Raney niklu (na povrchu přívodního Pt drátu). Při zahájení hydrogenace nitrofenolsulfamidu, smíšený potenciál indikační elektrody 5 proti srovnávací elektrodě 6 Ag/AgCl vykazuje na milivoltmetru 7 hodnotu cca 700 mV. Postupně v průběhu hydrogenace se potenciál přesouvá k negativnějším hodnotám, až dosáhne hodnoty 1 010 mV a dále se nemění. Dosažení této hodnoty potenciálu signalizuje ukončení hydrogenační reakce a přeměnu nitrofenolsulfamidu na aminofenolsulfamid. K případné kompenzaci vlivu změny pH na potenciál indikační elektrody může být použito jako elektrody porovnávací s výhodou i elektrody skleněné.

Příklad 2

Průběh kontinuální redukce dinitrostilbendisulfokyseliny litinovou drtí.

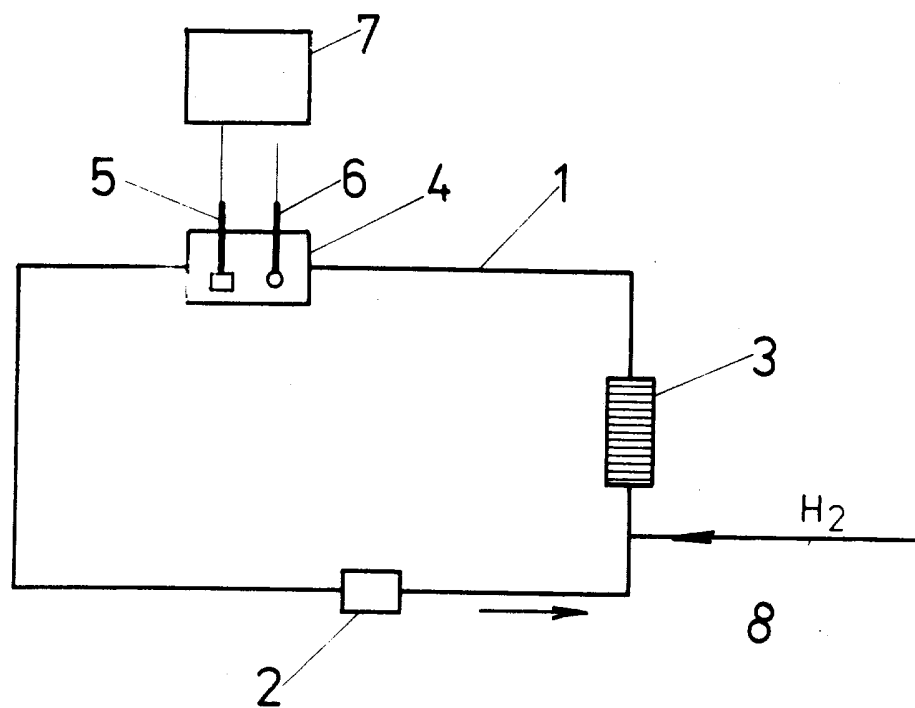
Roztok dinitrostilbendisulfokyseliny okyselený kyselinou solnou na pH = 4 je přiváděn potrubím 9 do reaktoru 3 naplněného litinovou drtí a protéká dále snímačem 4, v němž je umístěna indikační elektroda 5 podle vynálezu a elektroda 6 srovnávací, například Ag/AgCl. Indikační elektroda 5 je v tomto případě z litiny. Neobsahuje-li reakční směs po průchodu reaktorem 3 výchozí nitrolátku, tj. z reaktoru vystupuje diaminostilben disulfokyselina, potom smíšený potenciál indikační elektrody 5 je určován rychlostí oxidace materiálu elektrody a redukcí vodíkových iontů, což odpovídá cca 600 mV (proti srovnávací elektrodě Ag/AgCl). Nedochází-li v reaktoru k postačující redukci, potom se smíšený potenciál indikační elektrody přesune k pozitivnějším hodnotám, přičemž je určován rychlostí rozpouštění materiálu elektrody a rychlostí redukce nitrolátky na jejím povrchu. Při špatné funkci reaktoru 3 dosahuje potenciál hodnot až 100 mV. Signál ze snímače 4 po zpracování v převodníku 10 může potom ovládat regulační ventil 11 k dávkování nitro-

látky, popřípadě přepnout přívodní potrubí 2 na další reaktor 3'.

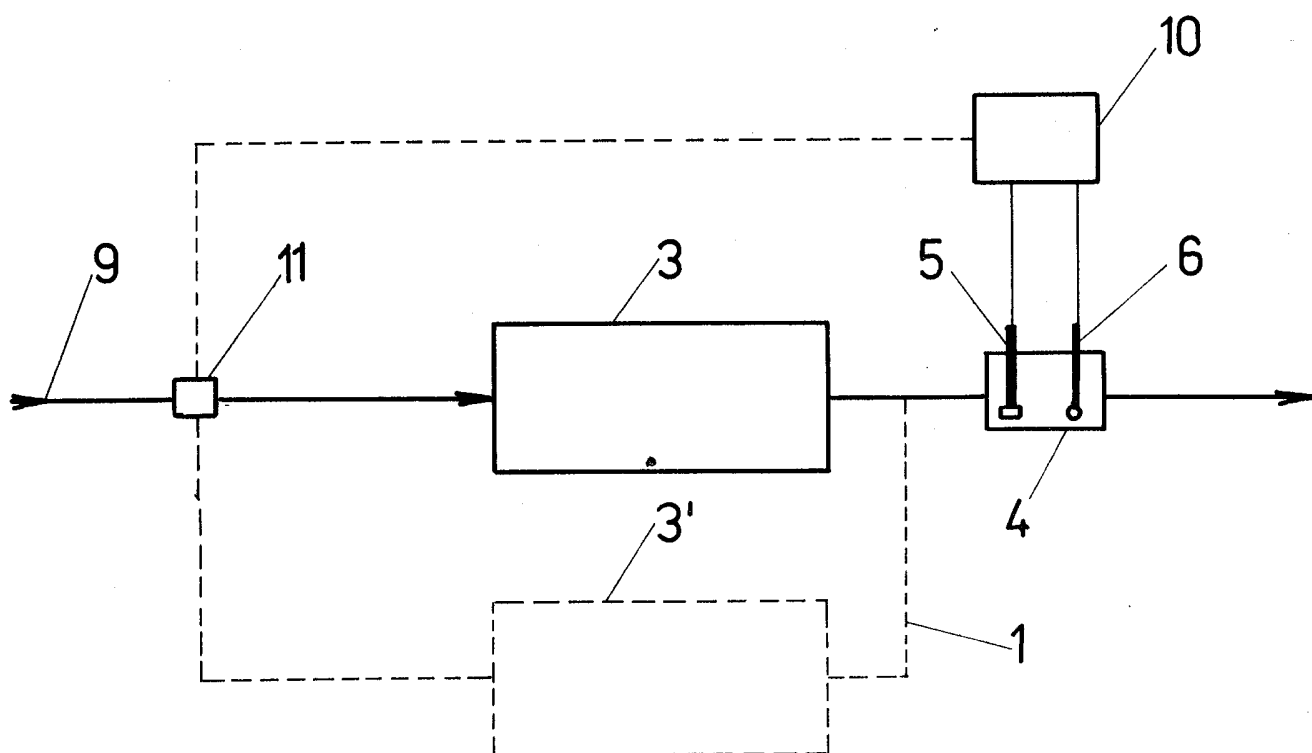
P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob potenciometrického měření průběhu redukce nitrolátek, vyznačený tím, že se měří smíšený potenciál indikační elektrody.
2. Elektroda pro potenciometrické měření podle bodu 1, vyznačená tím, že její aktivní část (5) je tvořena zcela nebo zčásti katalyzátorem použitým při redukci, například Raney-niklem, Pt černí, popřípadě látkou, která se zúčastňuje chemické reakce jako litinou, mědí.

2 výkresy



Obr. 1



Obr. 2