

Die Ergebnisse dieses Betriebsversuches können folgendermassen zusammengefasst werden:

1. Aktive Tonerde, welche zur Verwendung in der Zuckerindustrie bestimmt ist, muss von einheitlicher Körnung sein, die so beschaffen sein muss, dass sie ausser einer ausgezeichneten Filtrierbarkeit einen guten Entfärbungseffekt gewährleistet.

2. Mit Rücksicht auf die nachgewiesene Reversibilität der Adsorption, d. i. die Desorption der Farbstoffe, ist die Verwendung von Tonerden bei Rahmenfilterpressen nicht geeignet, wo es zufolge der Ansammlung von Tonerde im Filtrierraume der Filterpresse zur allmählichen Lockerung der Farbstoffe aus dem Adsorbenten kommt. Damit werden die Ergebnisse schwer kontrollierbar.

3. Es konnte nachgewiesen werden, dass es bei Verwendung einer geeigneten Maschineneinrichtung (z. B. Rotationsfiltern) durchaus möglich sein wird, die Entfärbungsfähigkeit der Tonerden auch in der Zuckerindustrie auszunützen und damit entweder zur Gänze oder teilweise die teure Aktivkohle zu ersetzen.

4. Weiters wurde festgestellt, dass Tonerden dieser Art trotz der relativ beträchtlichen Entfärbungsfähigkeit gute Filtrierfähigkeiten aufweisen und die in der Zuckerindustrie verwendete und teilweise aus dem Ausland eingeführte Kieselgur vollkommen ersetzen.

In die Redaktion eingelangt den 30. IV. 1955

#### LITERATÚRA

1. Sázavský V., Listy cukrovar. 45, 77 (1926—1927). 2. Urban K., Listy cukrovar. 63, 81—89 (1946). 3. Šandera K., Brabec J., Listy cukrovar. 93 (1933—1934). 4. Erdheim E., Przem. chem. 19, 156 (1935). 5. Garrin H., Regé A., Chem. Abstr. 23, 5345 (1929). 6. Rácik J. *Dizertácia*, Bratislava 1951. 7. Šaña J., Listy cukrovar. 466 (1930—1931); 107—111 (1931—1932). 8. Vašátko J., Listy cukrovar. 45, 499 (1926—1927).

Došlo do redakcie 30. IV. 1955

**POKUS O ELEMENTĀRNU MIKROANALÝZU CESTOU ZUHOĽŇOVANIA  
A DIFÚZIE**

ERNEST MALÝ

Ústav organickej chémie Prírodovedeckej fakulty Univerzity Komenského v Bratislave

Kvantitatívnu mikroanalýzu látok obsahujúcich uhlík a vodík, resp. aj kyslík možno založiť na známom fakte [1], že látka pri teplote okolo 1000 °C termicky disociuje, prítomný kyslík sa viaže s prítomným uhlíkom na CO, resp. CO<sub>2</sub>, ostatný uhlík zostáva ako elementárny a vodík v stave zrodu difunduje cez rozpálenú stenu kremennej banky, v ktorej je látka zatavená. Úbytok na váhe zatavenej látky pri teplote, ktorá nepresahuje 1100 °C, a pri dostatku uhlíka sa môže považovať jedine za vodík.

Experimentálna časť

Na dno kremennej banky veľkosti a tvaru podľa obr. 1 o váhe 0,343061 g sme vpravil i 0,003553 g kryštálikov naftalénu.



$$\begin{array}{r} 0,346614 \text{ g banka} + \text{látka} \\ - 0,343061 \text{ g prázdna banka} \\ \hline 0,003553 \text{ g návažok} \end{array}$$

Obr. 1.

Potom sme hrdielko kremennej banky zatavili v kyslíkovom plameni (banku sme držali v prstoch a hrdielko sme priložili ku kyslíkovému plameňu z boku). Po zatavení sme banku zvážili a odpočítali váhu návažku. Takýmto spôsobom sme mohli zistiť váhu prázdnej zatavenej banky a úbytok váhy pri zatavovaní jej hrdielka (sublimáciou kremeňa).

$$\begin{array}{r} 0,345995 \text{ g banka po zatavení hrdielka} + \text{látka} \\ - 0,003553 \text{ g návažok} \\ \hline 0,342442 \text{ g prázdna banka po zatavení hrdielka} \end{array}$$

Potom sme banku vložili do vychladnutej téglíkovej elektrickej piecky a pomaly sme zvyšovali teplotu až na 1000 °C, ktorú sme udržovali po dobu 7 hodín. Po úplnom vychladnutí piecky sme banku zvážili a znova vypaľovali do konštantnej váhy. Od váhy

banky po vypálení odpočítaná váha prázdnej banky po zatavení hrdielka dáva váhu uhlíka, ktorý v banke zostal.

$$\begin{array}{r} 0,345760 \text{ g váha banky po vypálení} \\ - 0,342442 \text{ g váha prázdnej banky po zatavení hrdielka} \\ \hline 0,003318 \text{ g váha ostávajúceho uhlíka} \end{array}$$

Váha uhlíka delená jedným percentom návažku dáva percento uhlíka v zlúčenine, t. j. 93,38 %. Pre  $C_{10}H_8$  (128,16) je vypočítané 93,68 % uhlíka.

Pomocou kapilárnej pipety sme na dno podobnej banky vpravili 3,425 mg benzénu. Ďalší postup je ako v predchádzajúcom.

$$\begin{array}{r} \text{Pre } C_6H_6 \text{ (78,10) vypočítané } 92,25 \% C, \\ \text{nájdené } 92,55 \% C. \end{array}$$

Metódu sme vyskúšali aj na rade ďalších látok. Napríklad pre  $\alpha$ -naftol  $C_{10}H_8O$  (144,16)

$$\begin{array}{r} \text{vypočítané } 94,40 \% C + O, \\ \text{nájdené } 94,15 \% C + O. \end{array}$$

$$\begin{array}{r} \text{Pre heptán } C_7H_{16} \text{ (100,19) vypočítané } 83,90 \% C, \\ \text{nájdené } 83,88 \% C. \end{array}$$

Použili sme čisté látky p. a. a robili sme paralelné pokusy.

Na základe výsledkov sa zdá, že metóda by mohla slúžiť pre orientačnú mikroanalýzu látok obsahujúcich uhlík, vodík, resp. aj kyslík. Postačili by mikrováhy, ktoré majú únosnosť do 0,5 g [2, 3]. Tým by bola umožnená mikroanalýza so skromnými prostriedkami.

Pri návažkách prekračujúcich 4 mg a pri použití banky uvedenej veľkosti je nebezpečenstvo jej prasknutia.

*Autor ďakuje J. Krskovi, mikroanalytikovi z Vějskumného ústavu agrochemickej technológie v Bratislave, za všetky vážená na mikroanalytických váhach zn. Mettler, čím túto prácu umožnil.*

## Súhrn

Autor sa pokúsil o kvantitatívne mikroanalytické stanovenie vodíka a uhlíka (resp. uhlíka spolu s kyslíkom) v organických látkach na základe difúzie vodíka v stave zrodu cez rozpálenú stenu kremennej banky, v ktorej je látka zatavená.

# ОПЫТ ЭЛЕМЕНТАРНОГО МИКРОАНАЛИЗА ПРИ ПОМОЩИ СЖИГАНИЯ И ДИФФУЗИИ

ЭРНЕСТ МАЛИ

Институт органической химии Естественного факультета  
Коменского университета в Братиславе

## Выводы

Автор попытался о количественное микроаналитическое определение водорода и углерода (или водорода вместе с кислородом) в органических веществах на основании диффузии водорода в момент его возрождения через распаленную стену кремневой колбы, в которой вещество заплавено.

Поступило в редакцию 31. III. 1955

# VERSUCH ZUR ELEMENTARMIKROANALYSE DURCH VERKOHLUNG UND DIFFUSION

ERNEST MALÝ

Institut für organische Chemie an der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Komenský-  
Universität in Bratislava

## Zusammenfassung

Der Autor stellte Versuche zur quantitativen mikroanalytischen Bestimmung von Wasserstoff und Kohlenstoff, bzw. Kohlenstoff gemeinsam mit Sauerstoff, in organische Stoffen an, u. zw. auf der Grundlage der Diffusion von Wasserstoff im Entstehungszustande durch die zum Glühen erhitzte Wand des Quarzkolbens, in welchem der Stoff eingeschmolzen ist.

In die Redaktion eingelangt den 31. III. 1955

## LITERATÚRA

1. *Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie*, System-Nummer 2, 111—112, Berlin 1927. 2. Donau J., *Monatsh. Chem.* 32, 1115 (1911). 3. Graham I., *Mikrochim. Acta* (Wien) 746—759 (1954)6.

Došlo do redakcie 31. III. 1955