

Snímek rukopisu popsání stanovení uhlíku asi z r. 1894.

Jediný zachovaný popis anal. method.

má jí Eda (název ede h'zav.

Fr. 16. 9. 74

einen bekannten Apparat dieser Art ersetzt
werden kann.

b) Der einzelne Apparat (etwas schematisiert, und ohne Gl.)

(in der Zeichnung)

Sv. 13 str. 69a

8/3 1924

Milý František,

ne. pln.

an 1-34

Dělkož jste pro mě také dříve psal. Ale nám
psali, odkud mám jen na toho Wehneltu.

Byl zářízen tak jak jsi mi uvedl, jinak
se jistě na to všechno nepamatuji. Bylo to ale
(muplím) takto: Naše Rhum Korf byl val
při vodě zpět s baterií Brusenovou a
měl obvyklý převodovac (Wagnerovo Klavír).

Baterie často se všechna převodovac
často selhával. Když byl objeven Wehnelt,
který se například ^{stejnou myšlenku} sítě - třeba 120 Volt -
zkušil jsem jej, a když to dlelo
vrhavili jsme baterii Wagnerovo Klavíru.

Zdopisuj: Střídavým proudem musí jít
Rhum Korf bez Klavíra i bez Wehnelta. Tle
musí vložit velký ópór, ale třeba žírovka
nebo tektutina s malými pály.

must take; nebo jinou je používal jen jeho
klášter, tří; nemá-li jine je tam, aby se
třepalo, můží být výhoda od ~~střešového~~ návštěv
přivážení provoz, oddálenou. Když se měla
ustat jiskra, jen se prostern brankou Wagnere
rovou v Klášteře, aby ne okamžit zpustošil.

Nelze totiž provoz ze svého rovnu zpustošit
v Rhum Korfem, kterým by se ovšem
nedělal Kratás a Rhum Korf by zhoršel.
Přes Wehmelta to jde, nemá-li klášteru příliš
silná; musí být dostatečný odproz. Wehmel
zde má převahu - nemá třeba Klášter.

Ale je třeba klášter nebo klíče, aby se mohlo
zavírat na Klášterem chrámu, Koncile
by mohl Wehmel zde i se střídáním provozem,
ale bylo by opatrnější na obě strany klášteru,
Kráteru do hrubich; jinak by mohl vypadat
Rhum Korf.

číba

tee

Zásluvčka

Pyruv.

45

Milbauer - Tetra norvegica

Pr VI leaf. XIV. St 35

Frid zásem jsem při práci používal
fotoverzoru a všedl k tomu
následnou řečí: vlastně jde o tak
že je to dobré řešení pro toho
„fotografa“.

S. 13 M. 69 a

✓ 412

1944

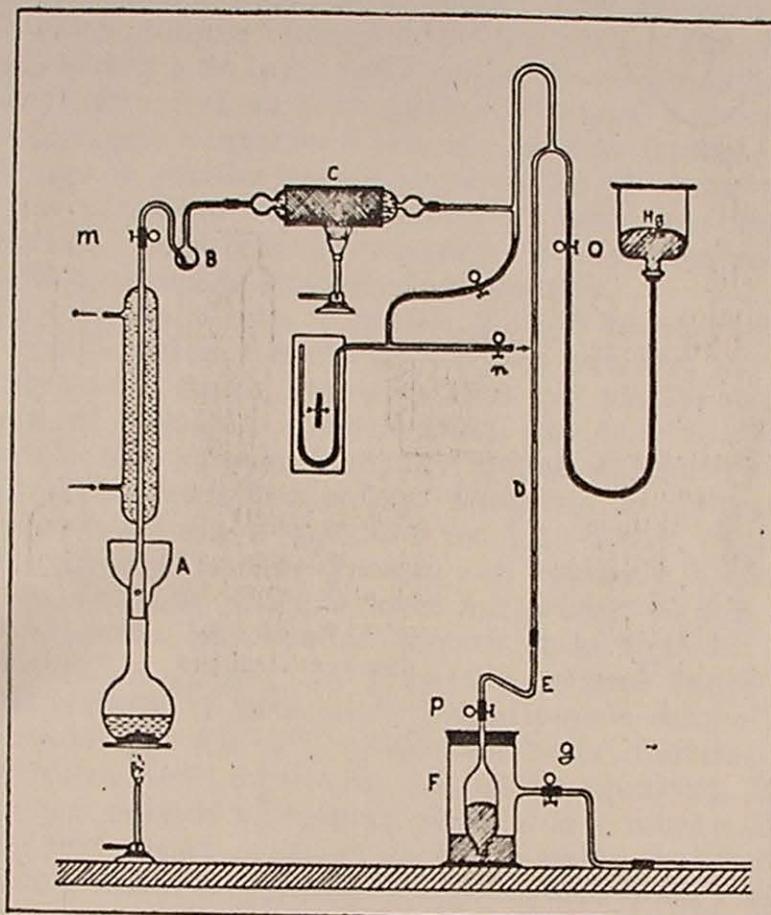
Dolichodysca apocynum ptychosperma
a stanleyi C. de F. Wied.

V. glaucy.

Copis F.W. jinn.

F.Wald v době svého působení v železárnách koval k stanovení uhlíku seriovou methodou, která je zde podle jeho popisu téměř nezkráceně uvedena.¹⁾

„Vzorek se v uzavřeném prostoru chromosírovou kyselinou přímo rozpouští a objem kysličníku uhličitého měří. Přístroje k tomu potřebné lze bez obtíží přímo k jiným stanovením použít, abychom na př. vyzkoušeli methodu samu nebo v důležitých případech opatřili si účinnou kontrolu. Aby těkavé uhlíkaté sloučeniny byly bezpečně okysličeny, proudí přes žhavý kysličník mědnatý. Několik přístrojů možno současně uvést v chod při nejmenší obsluze a postačí jediný měřicí přístroj, neboť po rozpuštění vzorku a zachycení plynu v separačních zvonech převádějí se do jednoho měřicího aparátu. Jako uzávěrky jest použito rtuti. Metoda byla vypracována za tím účelem, aby zejména nízké obsahy uhlíku, jaké se vyskytují u nejměkkých slitin, bylo možno pohodlně a s dostatečnou přesností určovati, ač jest použitelná i při vyšším obsahu uhlíku (na př. v oceli neb surovém železe). Charakteristickou pro methodu jest okolnost, že v rouře



Obr. 5a. Schematické znázornění přístroje pro stanovení uhlíku podle F. Walda (sen.).

s žíhaným kysličníkem mědnatým se nalézá také hojnou měď, která při každém rozboru jest oxydována a poté vodíkem redukována. Měď se váže velké množství kyslíku, jehož vývoje jest potřebí k vypuzení posledních stop uhlíku z rozkladné tekutiny, ale jež by následovné plynometrné určení CO_2 poškozovalo, ježto malé diferenze znamenají značná objemová množství. K provozu přístrojů jest potřebí plynovodu a vedení

¹⁾ Pracoval jsem o prázdninách r. 1907 v laboratořích shora uvedených závodů a poznal jsem cenu metody pro rychlá a přesná určování i požádal jsem syna autorova, svého milého žáka p. Ing. Dr. Fr. Walda, nyní šéfa laboratoří vítkovických závodů, o laskavé zapůjčení zápisu a o dovolení, abych jej mohl volně přeložiti, neboť původně byl psán pro závod německý; autor této statí „technologických rozborů“ p. Dr. Koritta svolil, aby byl sem zařaděn.

Milbauer.

studené vody. K jejich postavení jest výhodná samostatná místořest s podlahou beze spár, nepropustnou pro rtuť a dobře ventilovaná. Měřicí přístroj jest nejlépe umístiti ve vedlejší místořest, v níž je stálá teplota.

Rozkladný přístroj se skládá z rozpouštěcí baňky s chladičem *A* (viz Waldovu skizzu obr. 5a), „záskočky“ *B*, v níž jest kapka rtuti, z CuO-Cu roury *C*, ze Sprengelovy rtutové pumpy *D*, roury podoby T označené *E* a jímadla *F*. Při *m*, *n*, *o*, *p* a *q* nalézají se tlačky, *o* jest šroubový uzávěr.

Kulovitá baňka *A* jímá 200 cm³ a nese na dosti úzkém, asi 8 cm dlouhém hrdle ještě „tulipán“ (rozšířeninu), jímající asi 100 cm³. Chladič jest asi 500 mm dlouhý a do hrdla baňky zabroušený. Aby bylo možné snadné naplňování baňky, jest na krku baňky postranně upravena rozšířenina, která koresponduje s vrtáním 3 mm na chladiče. Otočíme-li baňku podle vertikální osy, tu rozšířenina stojí směrem na př. dozadu, kdežto vrtání chladiče jest přitočeno dopředu, takže se baňka uzavírá. Otočíme-li ji o 180° dopředu, může tekutina nalézající se v rozšíření pohodlně vtékat do baňky, obzvláště když v ní jest podtlak.

Baňka stojí na síťce a trojnožce. Hořejší konec vnitřní roury chladiče jest nahoře zúžen v trubičku vnějšího průměru 2,5—3,5 mm a ve špičku s otvorem 1 mm. „Záskočka“¹⁾ *B* jest vlastně malá promyvačka s trohou rtuti a vody a slouží k tomu, aby bylo zabráněno při druhé části rozpouštěcího procesu jakékoliv zpětné vniknutí jednou již vypuzených plynů do chladiče a baňky. Zhotovují se z tlustostěnných rour vnějšího průměru 5 mm a vnitřního jen 1,5—2 mm, při čemž oba konce bez zúžení otvoru též na 2,5—3,5 mm jsou vytaženy. Výška celého tohoto dílu jest cca 150 mm. Kulička musí mít průměr 20 mm a jest úmyslně na straně natavena, aby spodní sklenutí stálo dopředu; má-li tento díl aparátu vertikální polohu, tu třeba oba zúžené konce roury ohnouti dozadu. Na sestupující části roury jest připojeno drátěné ouško trohou pečetního vosku (jestliže se to nezdá dost hezké, můžeme do skla vtaviti platinový drátek nebo přímo na skle ouško upraviti). Rtuti se dá jen tolik, kolik jest potřebí k hojnemu zaplnění levé rourky. Během hlavních operací visí tento malý aparátek na oušku šíkmo, kuličkou pod 45° skloněný dozadu a tu leží rtuť poněkud stranou, aniž brání komunikaci plynů. Vedle rtuti musí tu být ještě jedna nebo dvě kapky vody, sice rtuť vypoví službu, neboť se potáhne pokožkou a stane se nepohyblivou (sledy Cl z roztoků).

CuO-Cu roura *C* má 20 mm v průměru, obsahuje vrstvu 9—10 cm kysličníku měďnatého mezi asbestovými zátkami; roura jest na obou stranách vytažena v tenkostěnné špičky délky 9—10 cm s otvory 1—2 mm; levá část jest ohnuta směrem dolů. Do této části jest vložen kousek mořské pěny a zátka z tuhého, netřepícího se asbestu. Pak se navrství prachu prostý, lístkovitý kysličník měďnatý, jaký se získá jednoduše dlouhým zahříváním čistého měděného plechu v mušlové peci. Na kysličník přijde opět vrstva asbestu (tentokrát bez mořské pěny) a roura se nyní znova vytáhne a ohne. Zevně se obalí asbestem tak, že v horní části zbude pruh nezakrytý 5—10 mm, a obloží se drátěnou sítkou. Na strany

¹⁾ Před časem jsem při práci v laboratoři použil tohoto označení a Wald s humorem jemu vlastním řekl, že je to dobré jméno pro toho „prevítka“.

roury se zasunou kusy asbestové lepenky k ochraně kaučuků a roura se zavěší na železné dráty. Spojení roury s předním dílem přístroje, jakož i s pumpou, děje se kaučukovou trubicí tloušťky stěn 1 mm s otvorem 1,5—2 mm, které i všude jinde na přístroji se používá, pokud není něco jiného řečeno.

Roura se ohřívá jednoduchým Bunsenovým hořákem s nástavcem na rozšíření plamene na šířku 95 mm, nestací-li jeden, zařadí se vedle sebe dva.

Zařízení Sprengelovy pumpy *D* jest z výkresu dostatečně srozumitelné. Levé rameno vústuje při *n* do T spojky; oba její konce jsou vytaženy a jeden připojen k CuO-Cu rourě a druhý na tlustostěnný kaučuk. Stoupací roura sama má výšku 700—800 mm, jest 6—6,5 mm průměru při 2—3 mm světlosti. Přes 3 neradno jít. Mezi pumpou *D* a jimadlem *E* jest připojena spojka *Z* naznačená na obraze *E*, jejíž horizontální část měří cca 70 mm. Jimadro *F* se skládá ze silnostěnného válce 160 mm výšky a 60 mm průměru s postranní trubicí, která přitavena jest ve výši cca 50 mm ode dna, takže nádoba až k výpusti pojme cca 125 cm³ rtuti. V tomto válci se nalézá zvon o 45 mm průměru a celkové výšce 90 mm. Nahoře přechází zvon v tlustostěnnou trubici 25 mm délky a 3 mm světlosti, která se volně pohybuje v korkové zátce. Odpadní trubice válce ústí do vedení, jímž při pumpování se odvádí rtuť do sběrače.

Nově sestavený přístroj musí být nejprv důkladně vyčištěn, roura CuO-Cu dobře vyžíhána, aby všechny organické nečistoty byly vypáleny, potom se vede z gazometru obsahu cca 500 cm³ vodík za současného zahřívání roury. Do baňky *A* se odváží podle obsahu uhlíku 0,5—2 g vzorku. Jsou-li přístroje již v chodu, tu na konci předcházející analysy se účelně při nízkopostavené záskočce *B* provádí vodík. Vznikající voda se místy v přístroji usazuje, takže již před vážením a během něho musí přístrojem prouditi prachu prostý vzduch. Přivádíme ho špičkou *m* Sprengelovy pumpy tak jako vodík; musí se tedy kaučuková hadice, která na obrazci je připojena na vodní vývěvu, podle potřeby přepnouti na gazometr vodíkový nebo na vedení vzdušné.

Když byl vzorek navážen, odstaví se přívod vzduchu, zvlhčí se hrdlo baňky trohou vody, nasadí se chladič tak, aby vrtání bylo uzavřeno. Do rozšířeniny se vnese 40 cm³ směsi 1300 g kyseliny chromové, 3 l vody a 1 litr konc. kyseliny sírové (napřed provařené a provzdušněné) a všechny spoje se prohlédnou. Evakuuje se vodní pumpou na 5—10 mm sloupce vodního, při čemž všechny tlačky s výjimkou tlačky na vedení rtuti jsou zavřeny. Během odssávání zvedá se rtuť z *F* do zvonu a dále do *E* až nastane vyrovnání. Tu se uzavře tlačka *m*, která obstarává nyní spojení k vodní pumpě a zahřívá se CuO-Cu roura. Do chladiče se vpusť chladicí voda a když roura *C* jest zahřáta (stačí k tomu 2—3 minuty), do baňky se napustí chromosírová kyselina, až na zbytek cca 1 cm³. To se stane opatrným otočením baňky kolem svislé osy. Nyní se pod baňkou zapálí hořák a plamen se zmenší co nejvíce, případně i dá stranou, aby reakce neprobíhala příliš prudce. Rozpuštění vzorku jest obyčejně po $\frac{1}{4}$ až $\frac{3}{4}$ h. ukončeno, při železe křemík chovajícím trvá déle i jest radno v tom případě vzorek práškovati. Během rozpouštění nechá se klesnout rtuť ze Sprengelovy pumpy až do vstupu do zvonu, ale ne dále. Naplní-li se

zvon do polovice neb i více, tu nebylo dost evakuováno nebo přístroj je netěsný, nebo konečně jest roura C nedosti teplá.

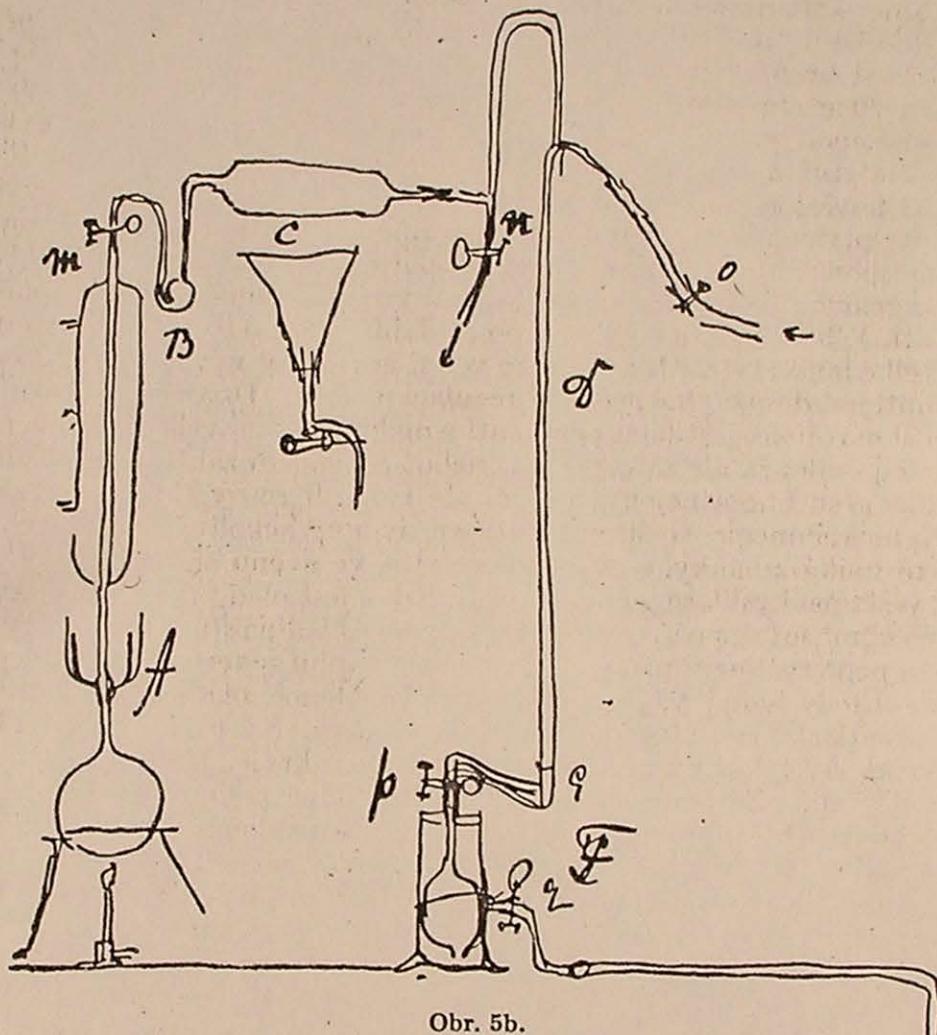
Jakmile se blíží rozpouštění ke konci, uvedeme tekutinu do varu, aby byly i částečky ulpělé na stěnách rozpouštěny, případně baňkou po někud komíháme. Ukončení reakce bezpečně poznáme, jakmile počnou se tvořiti jen velké bublinky a vzniká utajený var. Odsuneme-li na chvíli kahan, netvoří se v tekutině žádné bublinky. Je-li tedy vše rozpouštěno, odsuneme kahan zcela, necháme vystoupit zbytek kapaliny chromosírové do baňky tak, aby však nevnikl do ní vzduch, při čemž se nestaráme o vyloučené krystalky CrO_3 . Nyní do rozšířeniny dáme 75—90 cm³ roztoku 20 g chromové tekutiny, 500 cm³ vody a 3 l kyseliny sírové. Necháme opět rychle ztěci do baňky až na malý zbytek, čímž se vytvoří podtlak a rtuť z E znova stoupá do Sprengelovy pumpy. Dosud šikmo ležící B pověsíme vertikálně, takže vně obsažená rtuť dovoluje vyvinujićímu se plynu z baňky jen do CuO-Cu roury proudit, ale nikoliv naopak. Zesílíme poněkud plamen, abychom uspořili na času; jakmile však rtuť v Sprengelově pumpě klesne až k části E, tvořící z, musíme znova plamen zmenšiti. V baňce se sice vyloučí po přidání druhého roztoku chromosírového velké množství CrO_3 , a nastane velmi energický vývoj kyslíku, avšak zvládnutí jest dosažitelné pečlivou regulací plamene. Dříve nežli tuto manipulaci si osvojíme, jest lépe pracovati s malým nežli s velkým plamenem. Práce se prodlouží, ale zato podaří, neboť při silném zahřívání za šumění tekutina přeběhne a nejen analysa, ale i obsah roury CuO-Cu se zkazí.

Nyní všimneme si stavu rtuti ve zvonu; ačkoliv kyslík rychlým tempem uniká z baňky, zůstává přece rtuť ve zvonu skoro bez pohybu, neboť veškeren kyslík se pohlcuje mědí. Když jest měd skoro úplně oxydovaná — stane se tak po $1\frac{1}{4}$ — $1\frac{1}{2}$ hodině — počne hladina rtuti ve zvonu rychle klesat a nepřerušíme-li proces, plave zvon i zaplní se zcela, ba unikne plyn ven. Je-li tedy nanejvýš do $3\frac{1}{4}$ zaplněn, odsuneme plamen pod baňkou, stiskneme tlačku m a otevřeme otočením baňku. Kyslík tak uniká a bere s sebou kapky tekutiny z hrudla, proto i hrudlo zakryjeme skleněnou vyříznutou deskou. „Záskočku“ dáme nyní do šikmé polohy, zahříváme několik minut měd, aby se úplně zoxydovala a uvedeme v chod rtuťovou pumpu opatrným otevřením kohoutku O. Brzo začnou padající rtuťové kapky vydávat hlasité nárazy na rtuťový sloupec, při čemž vystoupí ještě něco bublinek. Tu jest roura dostatečně vypumpována; zarazíme přívod rtuti, vytáhneme poněkud nahoru rouru E (poloha z) tam, kde se připojuje na sběrný zvon, takže můžeme nyní tlačkou p zvon sběrný uzavřít. Uvolněním tlačky m (mezi chladičem a „záskočkou“) vpustíme do roury C, dosud zahříváné, vzduch a opatrným uvolněním tlačky p (mezi zvonem a rourou z) dosáhneme klesnutí rtuti a rourka na zvonu se jí naplní. Plyn ve zvonu nashromážděný může být ihned přenesen do měřicího přístroje aneb ponechán v klidu, dokud ostatní současně zkoušené vzorky nejsou hotovy.

Přes zahříváný kysličník měďnatý převedeme ihned po skončeném pokusu asi $1\frac{1}{2}$ l vodíku a necháme rouru vychladnout. Když jsme vycistili baňku a ji vysušili, vypálili rouru C a prohnali celým přístrojem (též pumpou a zvonem) vzduch, máme přístroj připravený k další analyse.

Roury C lze použít až 100krát.

Při práci seriové lze až 6 přístrojů současně obsluhovat. Stály uprostřed laboratoře, každý s vlastním stativem (výšky 110 cm). V jednom čele stolu nalézal se přístroj na vodík a na druhém vodní vývěva. Ve výšce cca 65 cm nad plochou stolu bylo upraveno vedení ze skleněných trubek, opatřené spojkami I na tlustostenné kaučuky, jež sloužilo jednou jako vedení k vakuum, nebo k přívodu vodíku do jednotlivých aparátů anebo konečně jako vzduchovod, sloužící k vysušování přístrojů.

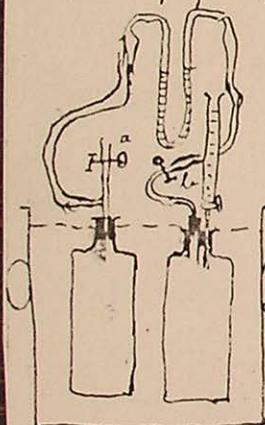


Obr. 5b.

Stůl upraven byl tak, aby kapky rtuti sbíhaly k otvoru, spojenému železnou rourou se sběračem jejich, silnostennou lahví. Později pohodlnější se ukázal stůl přistavěný k jedné stěně laboratoře, přístroje stál vedle sebe a všechno potrubí bylo umístěno na ní. Kysličník uhličitý nashromážděný ve zvonech musel být přesně na $0,1 \text{ cm}^3$ změřen; k tomu hodily se obecně užívané měřicí přístroje, zejména Lungeův universální plynometr.

Klademe sem jako obr. 5b schéma Waldova přístroje v původní kresbě Waldem samým načrtnuté, podle něhož byl pořízen obr. 5a.

Methode II. Absorption mit H_2SO_4 ,
in gegebenem Volumen, Zufuhr von ③
so viel H_2SO_4 , daß früherer Druck
hergestellt wird. Um Druck- und
Temperaturschwankungen zu eliminie-
ren, wird äußerliche Flasche am Mano-
meter gegen geschaltet. Flaschen mit
Bleiplatten beschwert.



Flaschen-Inhalt 1080 mm

Zufuhr von 0.1ccm erhöht
Den Druck nur ca 1 mm
Oel am Manometer

Während der Messung a zu öffnen.

Beim Transport b zu, Drückentnahmen zu, Röhre durch
mit Stopfen verschlossen

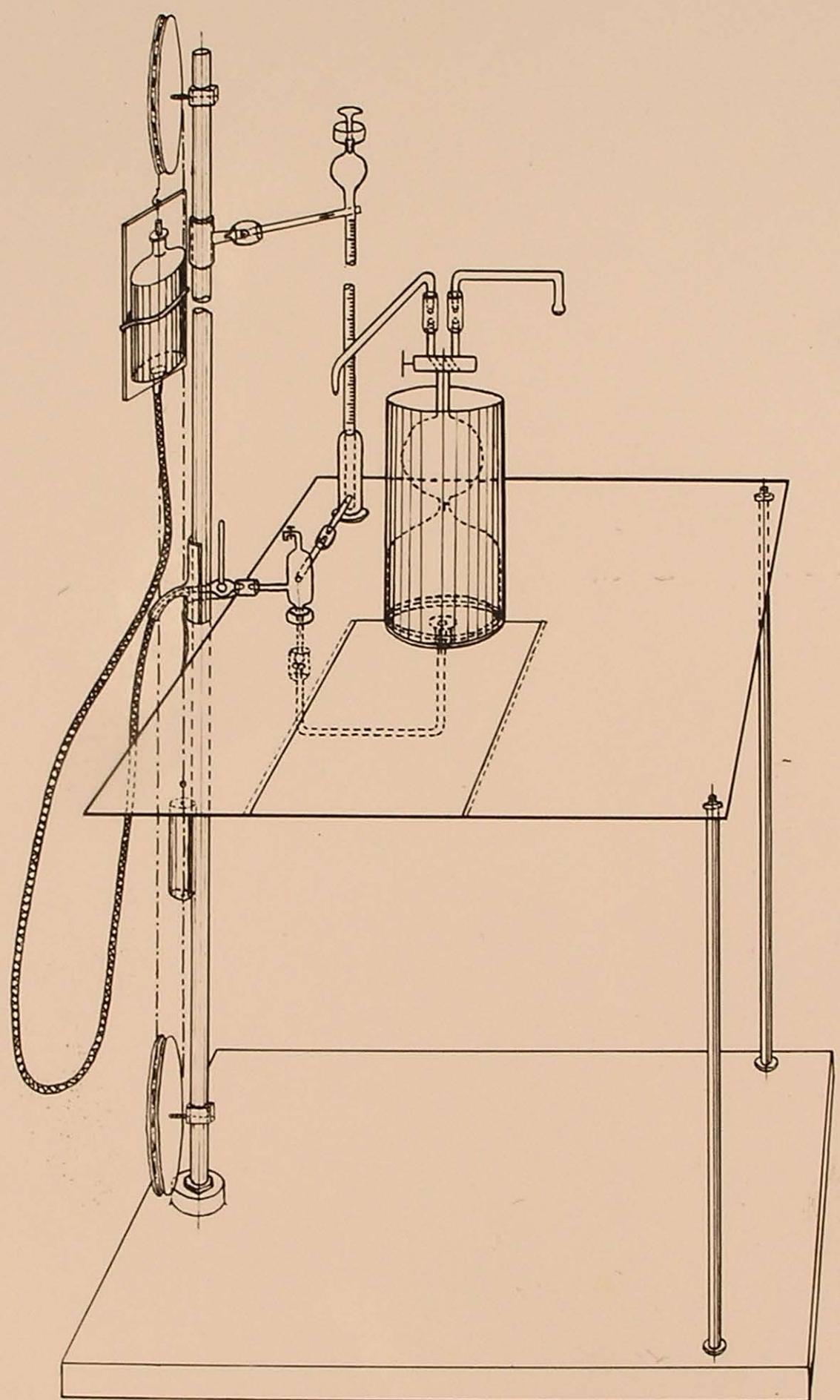
Schläuche und Röhre capillar

$$P = \frac{1000}{1080} \cdot \frac{18}{22,3} \cdot A_{\text{ccm}} = 0,747 A_{\text{ccm}}$$

22,3
0,747
? $\frac{\text{ccm}}{\text{mm}^3}$

Gewicht des Wasserdampfes in der
auf $0^\circ C$ und 760 mm gebrachten Luft

(9)



Cittig' na rodua
Mlynni dle F.W.

Prof. F. Walder's *glaucis* pluviae' amalgm
(12.1912).

Croatium giganteum
var. sparsifl.z w. h. 75.

9th 691

Mr. 13

2. října 1894

Originál zápisu p.J.Jakubše o stanovení
uhlíku podle F.Walda.Rok asi 1904.Získán 1944

| | | |
|-------|--------------|---------|
| 9/12 | 286,0 | |
| 11 | <u>231,0</u> | |
| | 55,0 | |
| | -15,0 | |
| 230,0 | 40,0 | 0,10% C |
| 2 | 714,0 | |
| | <u>661,0</u> | |
| | 53,0 | |
| | -15,0 | |
| | 330 | 0,10% |
| 4 | 673,0 | |
| | <u>602,0</u> | |
| | 71,0 | |
| | -15,0 | |
| | 26,0 | 0,07% |
| 5 | 692,0 | |
| | <u>643,0</u> | |
| | 49,0 | |
| | -15,0 | |
| | 34,0 | 0,08% |

C dle prof W.

Dop. Želenské 27. I. 44.

Výpočet uhlíku využíval algoritmu per centum

(diagramem „Schnappnatum“)

z r. roku 1894

Originál zápisu p.J.Jakubše o stanovení
uhlíku podle F.Walda.Rok asi 1904.Získán 1944

9/12 786,°
11 731,°
55,°
-15,° 40,° 0.10% C

23°C
2 724,°
661,°
53,°
-15,° 380 0.09 1

4 633,°
632,°
41,°
-15,° 26,° 0.07 4

5 694,°
643,°
49,°
-15,° 34,° 0.08

Calle prof W.

Dop. Falzberg 27. I. 44.

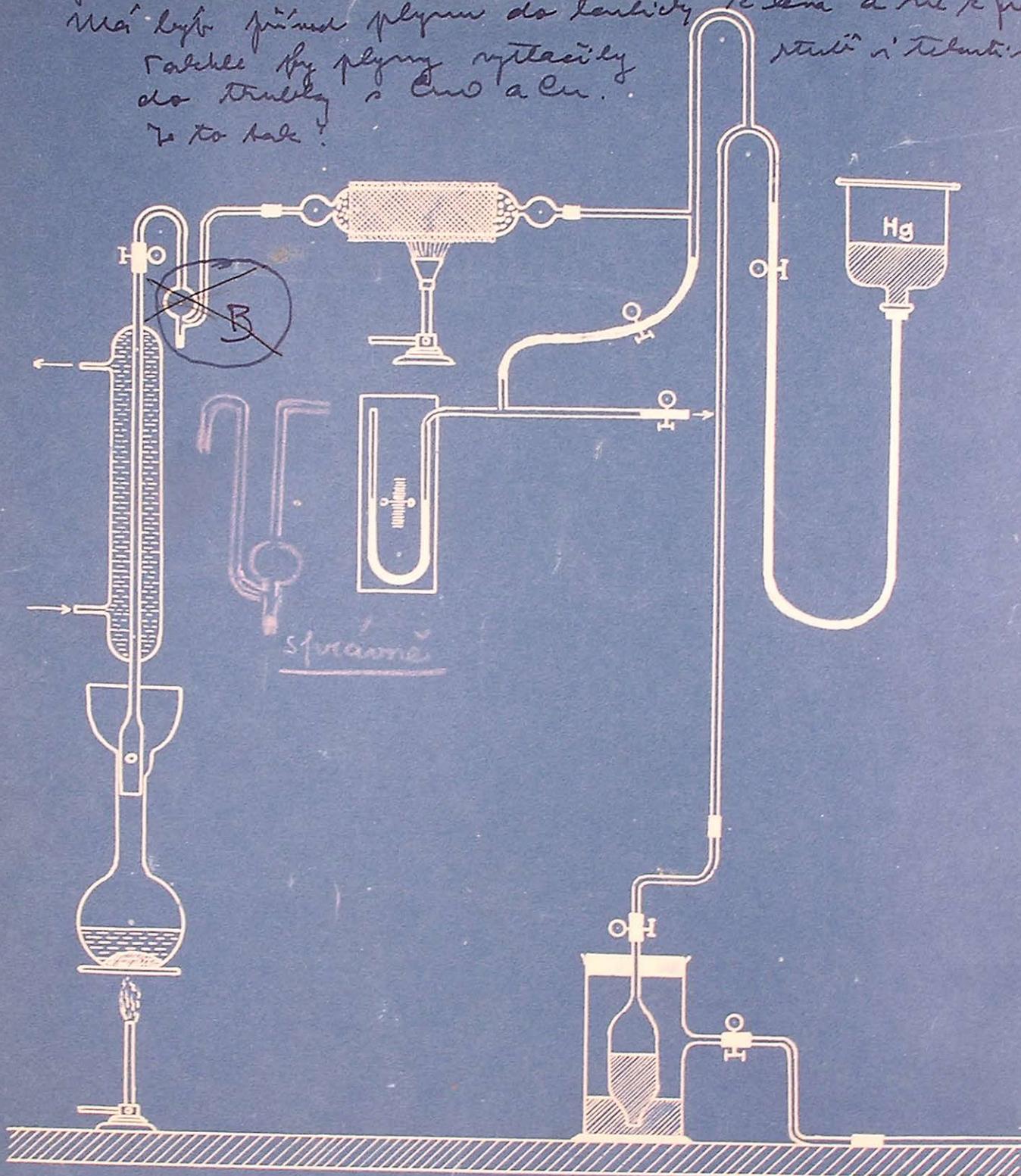
Vyz'ván̄ vobom výpr. allážy partitem

(diagramm

"Schraffurapproximation"

68c

By je ráde všechny následující zájem p. Jelčanského.
 Mály bych přinesl plýnu do horkosti a leva a ne k plamenu
 takže by plýny mohly do trubky s Cu a Cu.
 To to bude?



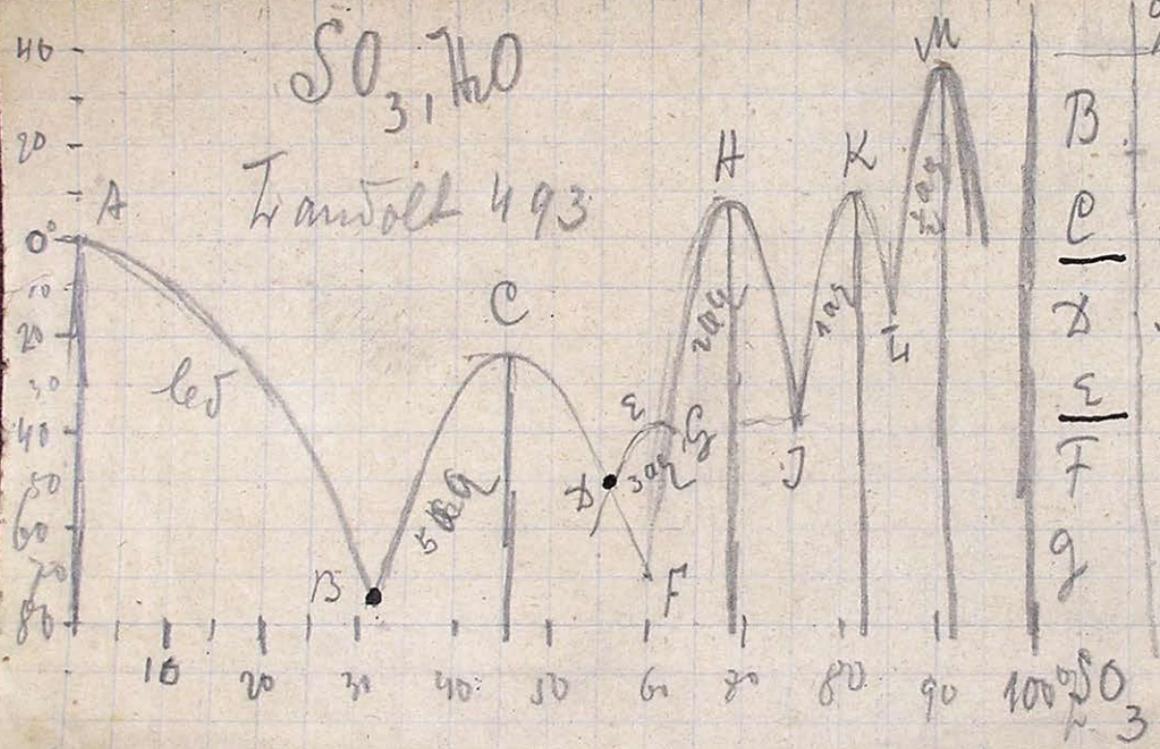
Lüder im Filterpapier
Schleicher.

DRP 666064 Kl. 12d v. 7/3 1936!
ausg. 27/10. 1938.

Kladiner Erfindung?

V. Wald eingeführt in Wiss. 1923.
jahr.

C. 1941. I. 1331.



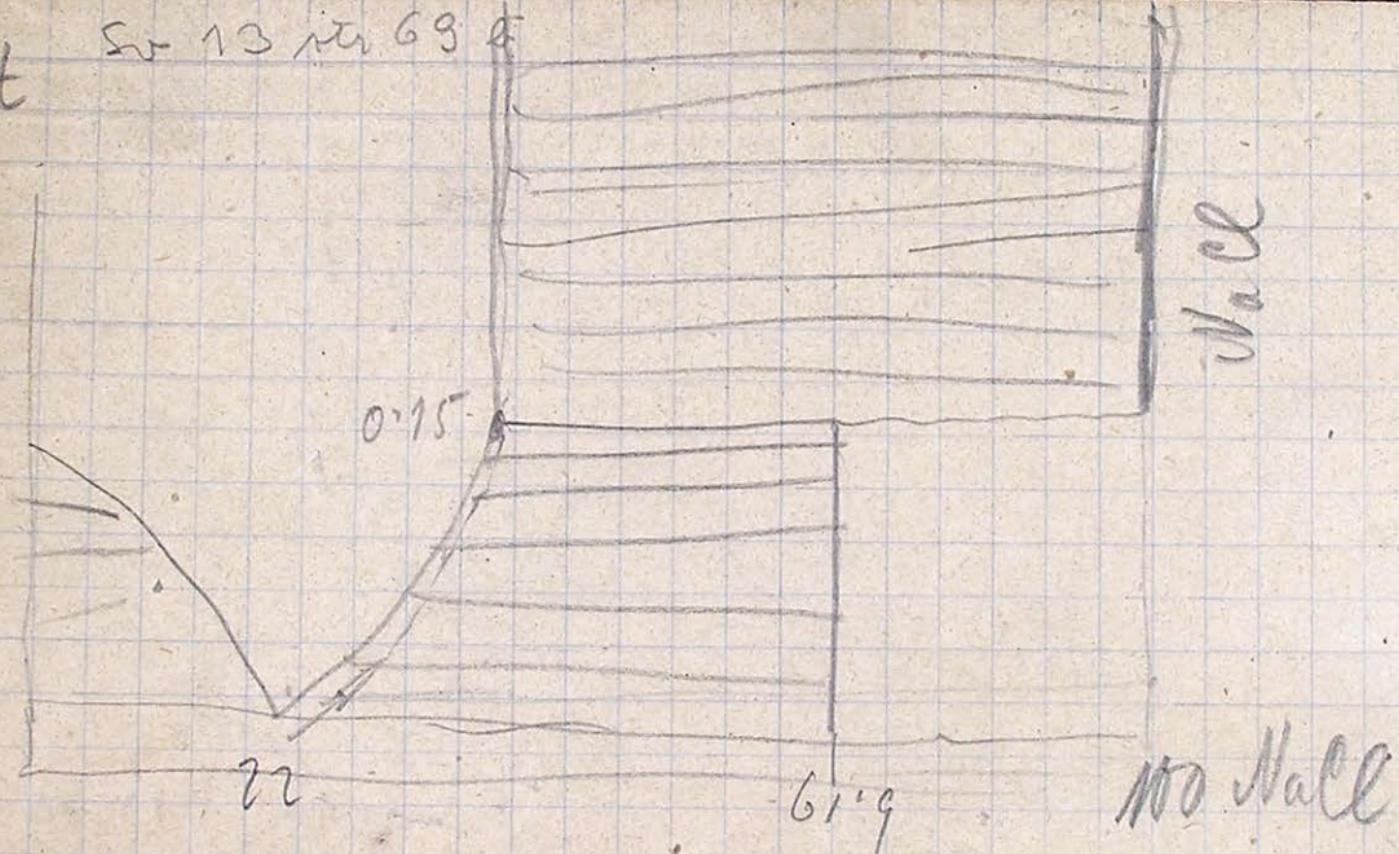
| | $\% \text{SO}_3$ | $^{\circ}\text{C}$ | T_n |
|---|------------------|--------------------|---------|
| B | 31.03 | -75° | entert. |
| C | 47.06 | -25° | max |
| D | 55.50 | -50° | entert. |
| E | 59.69 | -38.9 | max |
| F | 59.75 | -70 | |
| G | 61.00 | -41 | |

$100\% \text{SO}_3$

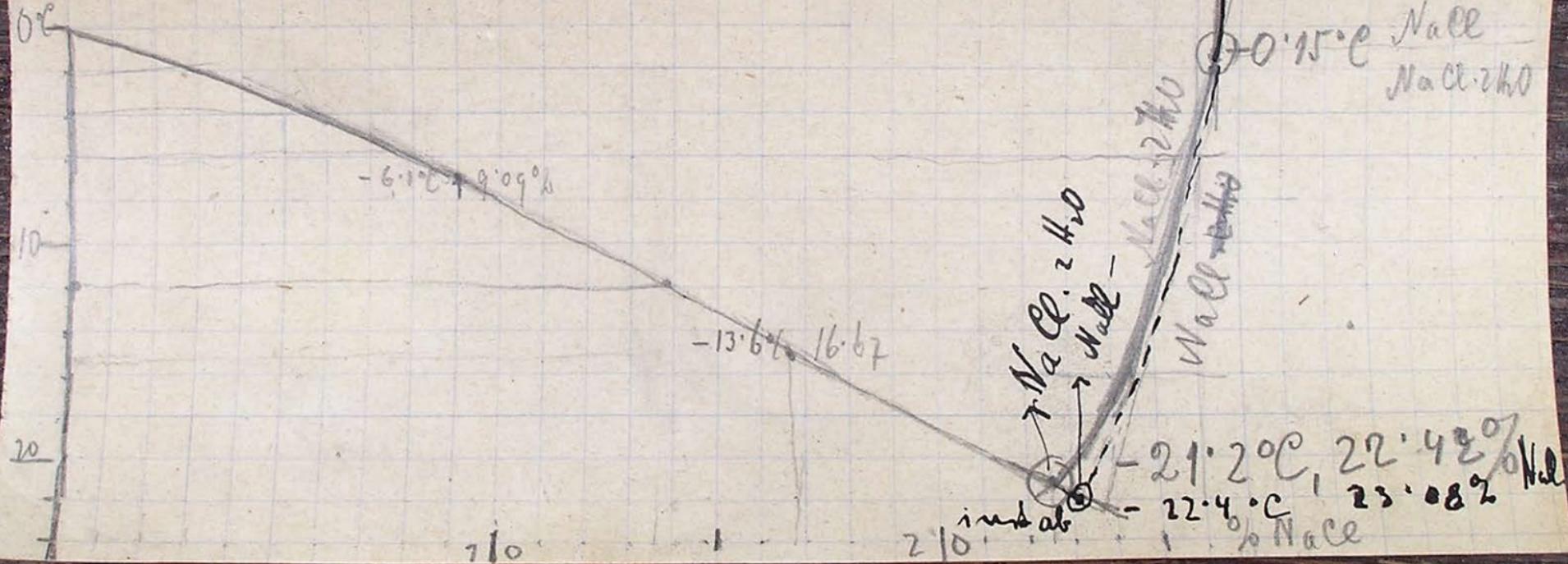
Sr. 13 Str Gg

Rutgers + Prof F. W. Moulton

t SW 13 NW 69 A



Tran Dolt page 485



Ex 53 A, R 27

1886 - 1941

Filtrum

FW

Líčka im Filtrace papír. patentovaná sch. čs.!

Chem. Rep. Praha 1941, T 84, 1331.

Cela' deskribováno v Island. patet. zaneseném na říkání
místního správce plasty sloužícího filtru, kterým je když
víto ke střem plasty uplatněné nejenom na filter pro
filtraci, a) Utržené místě když mimo jiné tím
při filtrace obalují filter na měkkostech, také se neupínají
na jiné funkce jinak měkkostech filter do místy
málo lehkých "Filtrací".