

40678-i

VLADIMÍR STANĚK

NÁVODY K ANALYSÁM CUKROVARNICKÝM

Druhé vydání přednášek

kursu pro cukrovarské chemiky z r. 1917

doplnil a k tisku upravil

Dr. K. Šandera



V PRAZE 1931

NÁKLADEM VÝZKUMNÉHO ÚSTAVU
ČESKOSLOVENSKÉHO PRŮMYSLU
CUKROVARNICKÉHO

581

1715

1942. 17

Vladimír Staněk

[Anleitung zur Untersuchung in Zuckerfabriken]

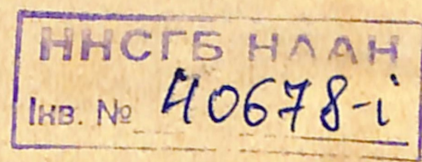
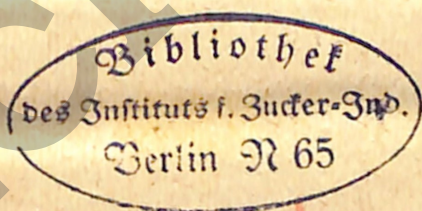
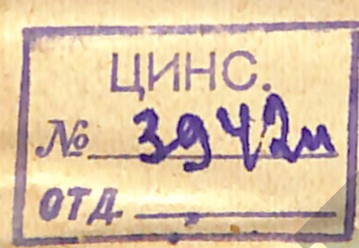
NÁVODY K ANALYSÁM CUKROVARNICKÝM

Druhé vydání přednášek

kursu pro cukrovarské chemiky z r. 1917

doplnil a k tisku upravil

Dr. K. Šandera



V PRAZE 1931

NÁKLADEM VÝZKUMNÉHO ÚSTAVU ČESKOSLOVENSKÉHO

PRŮMYSLU CUKROVARNICKÉHO

O B S A H :

Předmluva k II. vydání	5
I. Určení sušiny	7
II. Určování cukru polarimetricky	14
III. Rozbor řepy	19
IV. O kontrole čištění šťav saturací a o analýse šťávy saturo- vané	27
V. Analýsa kalu saturačního	29
VI. Analýsa šťávy těžké a cukroviny	30
VII. Analýsa surového cukru	32
VIII. Analýsa melasy	37
IX. Určení cukru podle Clergeta	38
X. Chemické určování cukru invertního	41
XI. O určování CO_2 v plynu saturačním	44
XII. Určování vápna Clarkovým roztokem	44
XIII. Alfanaftolová reakce	45
XIV. Ohřívací zařízení	45

První publikace „Návodů k analysám cukrovarnickým“, vzniklých u příležitosti kursů pro chemiky ve válečné kampani 1916/17, které byly uveřejněny jako autorisované vydání přednášek pouze v omezeném počtu výtisků, byla rozebrána. Proto se autor rozhodl k novému vydání tím spíše, že potřeba elementárních popisů cukrovarnických metod byla obecně pocítována, zejména mezi začátečníky a dobrovolnými vědeckými spolupracovníky Výzkumného ústavu. Druhé vydání jest rozsahem a způsobem podání — až na menší doplňky — prakticky nezměněným vydáním prvním a proto byla zachována i původní forma přednášková (rozdělení, stylisace, přímá řeč a pod.). První vydání doplněno pouze o popis některých novějších metod; dále upraveny údaje číselné, aby byly ve shodě s posledním vydáním „Československých jednotných metod“.

Přednášky tyto mají býti vodítkem mladým chemikům, kteří nastupují svou první kampaň v cukrovaru a jednak doplňovati „Jednotné metody“, jednak býti úvodem k studiu podrobné „Cukrovarnické Analytiky“ Sázkavskýho-Šandery, k níž jest v textu odkazováno.

V Praze, v říjnu 1931.

I.

URČENÍ SUŠINY.

Nejprve seznámím vás s výkony, které při analýse cukrovarnické budete nejčastěji provádět, určování tak zvané *sušiny*. Co je to sušina? Každou surovinu nebo produkt cukrovarnický můžeme považovati za směs vody a látky netěkavé, která při vysoušení zbude a tento podíl zoveme *sušinou*. Znátí přesné množství sušiny je velmi důležité, neboť tím kontrolujeme na příklad postup odpařování, stanovíme t. zv. kvocient čistoty, t. j. poměr cukru a necukrů ve výrobcích atd., jak později podrobně seznáte.

Sušinu určujeme v podstatě dvojím způsobem: buď přímo, vysoušením hmoty při zvýšené teplotě a vážením zbytku, nebo nepřímou z fyzikálních vlastností zkoumané hmoty, kde soudíme buď z hutnoty nebo ze světelné lámavosti na množství suché hmoty.)*

1. Určování sušiny skutečné.

Zdalo by se vám, že nemůže býti nic snadnějšího, než prostě látku vysušit a zbytek zvážit, opět sušit a vážit, až se již váha nemění. Však tato operace není tak jednoduchá a určování sušiny touto cestou patří k nejprotivnějším a nejzdlouhavějším pracem v laboratorii cukrovarnické.

Zahříváme-li nějaký cukerný roztok nad bod varu vody, tu ovšem prchá voda zprvu neobyčejně rychle, později však v té míře, jak hmota houstne a počne se povlékati škráloupem ke konci sklovitým, uniká voda stále pomaleji a vedle toho nastávají rozkladné pochody, cukr se zvolna štěpí, karamelisuje se, odštěpuje ze své molekuly vodu a tak přijdeme ke konstantní váze až za mnoho hodin, ba u směsí, jako je melasa, vůbec ani konst. váhy nedocílíme za 24 hod. Abychom toto sušení urychlili, hledíme *zvýšit povrch* látky a postupujeme takto:

a) 1—2 g hmoty dobře rozmíchané odvážíme do mističky kovové s víčkem, v níž je krátká tyčinka. Nahřejeme na sušárně, přidáme asi 5 cm³ methylnalkoholu, rozmícháme a po odpaření hlavního podílu alkoholu na sušárně, vložíme do sušárny a vždy po 1 hod. necháme vychladnouti v exikatoru, mističku uzavřeme víčkem a vážíme. Když se mění váha jen o 1 mg, považujeme ji za konstantní. (Tento postup používáme při polotekutých hmotách, na př. u cukroviny.) Methylnalkohol při odpařování vezme jednak vodu s sebou, jednak poslední jeho díly zpění a nafouknou syrub po odpaření hlavních podílů vody zbylý a tím silně zvětší povrch hmoty, která by jinak se stala sklovitou, pro páry nepropustnou.

*) Podrobnosti viz v knize: V. Sázavský—K. Šandera, Cukrovarnická Analytika str. 58—63. V dalších upozorněních bude zmíněná příručka označována pouze slovem Analytika.

b) Druhý postup sušení založen jest na zvětšení povrchu zkoušené hmoty nějakou netečnou látkou jako je písek, pemza, papír, atd. Pracujeme takto:

Do misky kovové, opatřené víčkem a krátkou tyčinkou, dáme asi 30 g jemného křemenného písku, předem vypraného kyselinou solnou a pak vodou a vyžíhaného. Miska s pískem se zváží a na povrch se naleje 2—5 g tekutiny, ve které máme sušinu stanovit, zavře se víčkem a opět zváží. Z rozdílu určí se množství tekutiny vzaté do práce, načež se velmi dobře tyčinkou promíchá, ovšem opatrně, aby se nic neztratilo, pak se suší asi 2 hod. na sušárně za občasného míchání a pak dále při 100—105° C, až váha mění jen o 1 mg.

Také zde můžeme urychlit vysoušení, když po odpaření hlavního podílu vody přidáme 2—3 cm³ methylalkoholu, opatrně vysušíme na sušárně a pak teprve dosušíme při 105° C.

Máme-li tímto způsobem určit sušinu hmoty polopevné (cukroviny) nebo husté (melasy), tu připravíme předem roztok zkoušené hmoty o známé koncentraci na př. 30—50%ní a s tím postupujeme podle udaného předpisu.

Následující příklad vám objasní postup a výpočet skutečné sušiny.

Příklad: Má se určit sušina v cukrovině. Odvážili jsme 30 g cukroviny do nějaké vytárované kádinky nebo baňky, přidali jsme 70 cm³ vody a opět zvážili; dejme tomu, že voda vážila přesně 70 g, tedy směs:

$$\text{voda a cukrovina} = 100 \text{ g.}$$

Ve 100 g směsi je 30 g cukroviny, čili byl připraven právě roztok 30%ní.

Miska a tyčinka a ca. 30 g písku a roztok cukroviny váží	55.3505 g
Miska a tyčinka a ca. 30 g písku váží	51.9505 g
Naváženo roztoku cukroviny	3.4000 g

Po usušení do konstantní váhy,

miska a tyčinka a písek a sušina cukroviny váží . . .	52.8708 g
Sušina . . .	0.9203 g

Jelikož roztok byl 30%, obsahoval 3.400 g roztoku $\frac{3.40 \times 30}{100}$

1.0200 g cukroviny, ze kteréhož množství resultovalo 0.9203 g sušiny, čili $\frac{100 \times 0.9203}{1.0200} = 90.23\%$ skutečné sušiny.

Je-li zkoumaná hmota tekutá, odvážíme hmotu přímo, bez zředování; výpočet je ovšem jednodušší. (O sušárnách viz „Analytika“ str. 66—68.)

Jak viděti, je stanovení sušiny skutečné velmi zdlouhavé a nemělo by tam, kde se jedná o rychlou informaci, jak tomu právě při práci

v cukrovaře, pražádnou cenu, neb než by se takto sušina určila, jest třeba produkt již vyvezen z továrny a proto spokojíme se s rychlým určením nepřímým — cestou fysikální, čili stanovením tak zvané

2. sušiny zdánlivé.

Nejobvyklejší způsob stanovení zdánlivé sušiny zakládá se na stanovení *specifické váhy* dotyčného roztoku, z níž pomocí empirických tabulek vyčteme množství sušiny. Nejpřesněji pracujeme pomocí pyknometru. Předpokládám, že je vám princip určení spec. váhy tekutiny pomocí pyknometru dostatečně znám a pojednám jen o užití pyknometru v cukrovarství.

Pyknometr předem vysušíme, nejlépe tak, že jej vypláchneme lihem, mírně ohřejeme na sušárně a vyfoukáme vzduchem. Po úplném ochladnutí jej zvážíme, naplníme vodou 20° C nebo jej po naplnění ponoříme asi na $\frac{1}{4}$ hod. do vody téže teploty, přesně doplníme, otřeme látkou, nebo papírem filtračním a opět zvážíme, z rozdílu vah vyjádříme váhu vody, která se do pyknometru vejde a tuto hodnotu jednou pro vždy si zaznamenáme. Pak naplníme pyknometr tekutinou, kterou zkoumáme. (Jelikož máme obyčejně hojnost tekutiny k dispozici, nemusíme pyknometr sušiti, nýbrž jej 2—3 krát tekutinou zkoušenou vypláchneme.) Zjistíme přesně teplotu tekutiny teploměrem do pyknometru vloženým, doplníme přesně, opláchneme pyknometr, otřeme a zvážíme.

Váhu tekutiny dělíme vahou vody, která se do pyknometru vejde, výsledek je specifická váha tekutiny, k níž pak nalezneme v tabulce zdánlivou sušinu.

Ochlazovati přesně na teplotu 20° C netřeba, jelikož máme empirické tabulky, udávající, oč se údaj změnil odchylkou teploty.

Nepracujeme-li přesně při teplotě 20° C, byl by následkem roztahování, resp. smršťování tekutiny výsledek chybný, proto zavedeme příslušnou korekci podle tabulky a sice při teplotách vyšších 20° C přičítáme, při nižších odečítáme hodnoty nalezené v tabulce.

Tabulky vyjadřují vztah hutnoty a sušiny tekutiny a vznikly tak, že byla pokusně určována specifická hmota celé řady roztoků *čisté sacharosy* o známé koncentraci a údaje byly interpolovány. Práci tuto vykonal před léty profesor pražské techniky *Balling* a zoveme tedy procenta cukru také stupni *Ballingovými*, nebo prostě *Ballingy*. V Německu podjal se o něco později stejné práce *Brix* a došel k výsledkům celkem souhlasným; proto v německých knihách mluví se o stupnicích *Brixových*.

Tyto tabulky vztahují se na hodnoty cukerných roztoků, kdež za jedničku je vzata hodnota vody 17.5° C teplé, což ovšem neodpovídá systému metrickému. Proto nověji tabulky tyto byly přepočítány, za jedničku hutnoty vzata hutnota vody při 4° C, avšak tabulka platí pro práci při 20° C, kdy ovšem váha tohoto objemu vody je 0.99823 g, přepočteno na vzduchoprázdnotu, tedy 0.99717 g ve vzduchu váženo.

Tyto tabulky (Normální komise cejchovní v Berlíně) se u nás obecně užívají, výjma pro pyknometry, kde platí systém Domkeho (20/20), ale upozorňuji vás na ně, abyste je při použití eventuálně nezaměňovali s tabulkami staršími (17·5° C).

Proto je třeba si pamatovati: Pracujeme-li s pyknometrem, správně cejchovaným, tedy podle Domkeho systému, t. j. 20/20 čili za základ je vzata váha 100 cm³ vody při 20° C vážené, používáme tabulek označených v Cukrovarnickém kalendáři „Domkeho tabulka k stanovení koncentrace cukerných roztoků ze zdánlivé hmoty při 20° C (20°/20°). Vypočtena z tabulky Říšské normální komise cejchovní v Berlíně“. Když však počítáme sacharisaci na základě určení jiných, nebo na základě stanovení specifické váhy pyknometrem metrickým, použijeme tabulek 20°/4°, t. j. přímo tabulek „Říšské normální komise cejchovní v Berlíně“.

Jak jsem již řekl, konstruovány jsou tabulky ty na základě hutnoty roztoků čisté sacharosy, následkem toho nalezneme správně sušinu roztoku jen tehdy, když máme právě *jen* sacharosu v roztoku; je-li vedle toho ještě jiná látka přítomna, u níž je závislost mezi hutnotou a koncentrací roztoku jiná, bude se nález od pravdy odchylovati. (Tak na př. anorganické soli působí při stejné koncentraci, t. j. sušně, daleko větší zvýšení hutnoty, než sacharosa, naopak zase na př. betain — látka, která v řepě cukr provází, jest v roztoku asi o $\frac{1}{3}$ lehčí než sacharosa. 10%ní roztok betainu ukáže sacharometricky jen asi 7° Bg.) Proto budou výsledky tím nepřesnější, čím nečistší jsou roztoky, které zkoumáme a proto nazýváme sušinu takto určenou, sušinou *zdánlivou*.

Při analýse melas uvidíte, že rozdíly mezi zdánlivou a skutečnou sušinou mohou obnášeti až i více procent. (Analytika str. 68–82.)

Při určování sušiny pyknometricky nejobtížnější výkon jest vypočítávání spec. váhy, neboť se jedná o dělení až sedmimístným číslem. To se dá ovšem obejít, když místo libovolného objemu pyknometru užijeme takového, který má obsah přesně 50 nebo 100 cm³. Však z technických důvodů nedají se takové pyknometry snadno s dostatečnou přesností zhotovovati, bývají vždy o několik setin cm³ větší nebo menší. Aby se však i takové mohly užít, vymyslel český chemik Kovář velmi duchaplný způsob korekce pro takové pyknometry.

Kovářův pyknometr. Představte si pyknometr, jímající 100·1 cm³. Chcete-li chybu jeho korigovati, stačí při vážení pyknometru vodou naplněného přidati k táře 0·1 g — je-li však tekutina hutnější, vznikla by ovšem chyba a sice vykazuje-li na př. tekutina $h = 1·3$ o $0·1 \times 1·3 = 0·1$ t. j. o 3 ctg. Jelikož pracujeme skoro vždy s tekutinou kolem 20° Bg nebo kolem 80° Bg, stačí k pyknometru přidati tak zv. korigované táry, které pro určité koncentrace roztoku jsou upraveny. Jelikož pak pro tekutiny cukrovarnické husté užíváme jiného tvaru pyknometru, než pro tekutiny řidké, stačí, když má pyknometr jedinou taru, jejíž váha se liší od váhy pyknometru příslušnou vypočtenou hodnotou.

Předem zhotovíme táru z ohnuté trubičky skleněné, opatřené zát-kou z kousku tyčinky a trubičky kaučukové, naplněné broky a uvede-me ji na váhu suchého pyknometru. Pak určíme váhu vody 17.5 resp. 20° C teplé, která se do pyknometru vejde tak, jak jsem již udal. Rozdíl do 100 g resp. od 100 g násobíme střední hutnotou tekutiny, pro kterou je pyknometr určen, na př. pro roztoky hutnoty 15—20° Bg číslem 1.07, pro melasy a cukroviny 80—90° Bg číslem 1.45 a číslo, jež vyjde, buď přidáme, nebo ubereme od táry baňky, podle toho, zda-li obsah pyknometru je větší, nebo menší než 100 cm³.

Příklad: Pyknometr pro šťávy střední hutnoty 17° Bg, t. j. $h = 1.07$, obsah jest 100.05 cm³, tedy přidáme k táře $1.07 \times 0.05 = 0.0535$ g.

Chyba, způsobená odchylkou od střední hutnoty jest, jak možno snadno vypočíst, jen v setinách stupňů Bg a nepadá na váhu.

Abychom se nemusili zdržovati hledáním v tabulkách, jsou ke Kovářovu pyknometru sestrojena pražskou firmou J. J. Frič zá-važí, která nám udávají přímo % sušiny; nemáme-li jich po ruce, musíme ovšem vyvážit obyčejnými závažími, kde 100 g udává první místo, 10 g druhé, atd. — na př. na misce u táry je 107.0553 g, tedy hutnota obnáší 1.07055, či podle tabulky 17.1° Bg.

Kdybyste vzali do ruky starší tabulky pyknometrické, bylo by vám snad nápadno, že vedle stupňů Bg jsou ve sloupcích též stupně Beaumé (Bé) a to staré a nové. To je starý cop, který se dlouho vlekl. Původně stupně Bé byly sestrojeny pro určování sole v solných rapách, užívaly se později i v cukrovarství, dokud nebyly tabulky cukroměrné a dlouho se ze zvyku udávaly při některých produktech, zvláště při prodávání melasy.

Ač je určování zdánlivé sušiny pyknometrem Kovářovým velmi pohodlné a přesné, přece vyžaduje dosti mnoho času a proto pro rychlou informaci užíváme metody ještě rychlejší, totiž stanovení hutnoty pomocí *areometru*.

Pro účely naše máme areometry opatřené škálou speciální, která udává přímo % sušiny, resp. cukru v tekutině a tyto areometry zoveme *sacharometry*.

Jako při určování pyknometrickém, tak i při práci se sacharo-metrem, má teplota velmi značný vliv a pokud není teplota teku-tiny přesně taková jako ta, pro kterou byl sacharometr konstruován, nutno zaváděti korekce a to: buď pomocí tabulky, o níž jsem se již zmínil, nebo pomocí korekční škály, která je při novějších sa-charometrech upravena. Do přístroje je totiž vpraven teploměr, který udává jednak teplotu roztoku, jednak na druhé škále, empi-ricky upravené, o kolik je nutno údaj přístroje korigovati. Na škále je červená čára, protínající 17.5 nebo 20. stupeň teploměru; když uka-zuje sloupec rtuti na stupnici korekcí nad tuto čáru, nutno dílky ko-rekce k údaji přičísti, když ukazuje pod, nutno dílky korekce odečísti.

Do širokého válce nalejeme tekutinu až po okraj, postavíme válec na talíř a poněkud přelejeme, pak sebereme tyčinkou vypuklý povrch tekutiny a vnoříme zvolna sacharometr, který držíme v ruce za nejvyšší část. Když se ustálí poloha, umístíme oko asi do výše hladiny a odečteme se strany. Po odečtení pozdvihneme poněkud přístroj, znovu jej vpustíme a znova odečteme; nesouhlasí-li údaje, opakujeme. Konečně odečteme a zavedeme korekci.

Při sacharisaci je čistota přístroje i nádoby velmi důležitá, neboť malá vrstvička tuku na povrchu způsobí změny povrchového napětí tekutiny a tím i hloubku ponoření sacharometru. Proto stíráme povrch kapaliny tyčinkou. (Analytika str. 93–99.)

Vedle pyknometru a sacharometru možno užití k stanovení sušiny, resp. hutnoty i *hydrostatické vážky*, na př. vážky *Mohr-Westphalovy*. (Analytika str. 91–93.)

Jinou vlastností roztoku, kterou možno využít k stanovení sacharisace, je lámavost světla. Čistá voda má index lomu 1,33299 při 20°, běříme-li vzduch za jedničku; každá rozpuštěná látka zvyšuje lámavost. Pomocí přístroje, zvaného *refraktometr* určíme odchylku paprsku světelného od přímky, která nastane, když paprsek projde vrstvičkou tekutiny zkoušené. (Analytika str. 82–91.)

Refraktometr obloukový (Abbého) obsahuje 2 hranoly skleněné, které se dají sklopovati na sebe, mezi ně dáme kapku tekutiny a odkloníme optickou osu přístroje do té míry, až hranice světla a stínu, kterou v zorném poli připojeného okuláru jasně je viděti, protne nitkový kříž. Sklonění osy odečte se na stupnici pomocí lupy a udává číslo to index lomu. Pomocí tabulky pak seznáme, kolik „sušiny“ odpovídá určenému indexu lomu.

Později byl konstruován přístroj přímo se škálou cukroměrnou. Také zde má teplota značný vliv a musíme proto zaváděti korekci podle tabulky, nebo pracovati při teplotě normální, která pro Abbého refraktometr jest 20° C.

V cukrovarnictví se často používá *refraktometru Goerzova*, opatřeného stupnicí cukrovarnickou i indexy lomu.*) V poslední době se již ani tento přístroj nevyrábí, nýbrž je v obchodě výhradně *přístroj Zeissův* (po fusi fy Zeiss a Goerz), který vznikl doplněním a úpravou staršího modelu Schönrockova Löwem. Nový typ liší se od staršího stupnicí, vyjadřující sušinu i index lomu, dále speciálním kompensátorem, umožňujícím použití i pro oleje, solné roztoky atd. Otvírací dvojitý hranol je pevně spojen s přístrojem a dalekohled (vlastně jen okulár), k odečítání stupnice, je pohyblivý kol osy. Zrcadlo slouží k osvětlení, kaučuková spoj k eventuelnímu

*) Pracuje se s ním podobně, jenom se pohybuje hranolem a dalekohled je nepohyblivý; lze odčítati většinou indexy lomu i obsah cukru (sušiny) přímo ve stupních Bg.

ochlazování proudem vody, až teploměr ukáže správnou teplotu. Světlo se odrazí zrcadlem buď do čtyřhranné štěrbině (pozorování v procházejícím světle), nebo do kulatého okénka (pozorování v odraženém světle u velmi tmavých roztoků). Rameno se stupnicí je spojeno s kompensátorem Pulfrichovým (otáčivý trojdílný hranol), kterým lze vyrovnávat pestré rozhraní na ostrý předěl světla a stínu.

Pracovní postup. Kapka šťávy se vnese opatrně skleněnou, dobře otavenou nebo lépe ebonitovou tyčinkou na lesklou plochu otevřeného čistého hranolu. Nesmí se vnášet šťávy mnoho, aby snad nepřetekla nejen okraj hranolu, ale i ochrannou obrubu a nezatekla až k ose přístroje. Hranici světla a stínu (rozhraní) najdeme okulárem, postupujeme-li zvolna zdola nahoru. Světelnost pole se upravuje zrcadlem; zaostřování se děje otáčením obruby okuláru, až rozhraní i stupnice jsou úplně ostře viditelné. Event. barevné kontury rozhraní odstraňujeme pohnutím kompensátoru příslušným knoflíkem. Odčítání stupnice, která sahá od indexu lomu 1.330 do 1.540, se děje po přesném zastavení okuláru tak, aby rozhraní procházelo právě bodem prostřed kruhu v zorném poli. K osvětlování používáme vždycky zrcadlem odraženého buď rozptýleného denního světla, nebo lépe světla 20—40 W mléčné žárovky. Při čištění nutno dbáti toho, aby cukerné roztoky nezatekly nikdy až k ose dalekohledu. Temperuje se proudící vodou, neb se korekce odečte z tabulek. K informativním měřením provozním lze použít někdy s prospěchem *Zeissova kapesního refraktometru*.

Ke zkoušení přístroje lze použít čisté vody (nulový bod) nebo přesně připravených roztoků čisté rafinády. Zjistíme-li některým způsobem odchylku od správné hodnoty, odšroubujeme kulatý plochý knoflík na vrchu přístroje a speciálním klíčem korigujeme příslušně stupnici. Zkoušení opakujeme. V cukrovarnické laboratoři postačí pro stanovení nulového bodu úplně cejchování vodou a pro přezkoušení stupnice zkouška cukerními roztoky.

(Ostatní podrobnosti viz v knize: V. Sázavský, K. Šandera: *Cukrovarnická analytika*, z níž je popis Zeissova přístroje vyňat.)

Také při určování tomto dospějeme k číslu udávajícímu pouze *sušinu zdánlivou*, než údaj jest zejména u koncentrovaných roztoků (nad 30° Bg) přesnější, než hodnoty nalezené sacharometricky.

Přehled method k určení sušiny:

1. „skutečné“
 - a) pomocí methylalkoholu
 - b) pomocí písku a pod. a methylalkoholu.
2. zdánlivé
 - a) sacharometricky
pyknometrem, sacharometrem,
hydrostatickými vážkami
 - b) refraktometrem.

URČOVÁNÍ CUKRU POLARIMETRICKY.

Určování cukru v produktech cukrovarnických děje se skoro výhradně *cestou fyzikální* a to na základě známé vlastnosti jeho roztoků *stáčetí rovinu světla polarisovaného*. Tuto úchylku měříme přístroji zvanými polarimetry; ty polarimetry, které mají empiricky upravenou škálu tak, že udávají přímo množství cukru v roztoku, zoveme *sacharimetry*, jejichž konstrukci znáte z fyziky.

Polarimetr obsahuje hranol upravený z vápence islanského podle Nicola (t. zv. nikol), který světlo, přicházející od zdroje světelného polarisuje. Paprsky vstupují pak do prostředí, jehož mohutnost otáčivou chceme stanovit a tam se rovina světla polarisovaného stáčí. Křemennou deskou stočení to vyrovnáme či kompensujeme, neboť užijeme křemene s opačnou otáčivostí než má roztok zkoumaný, t. j. cukerný. (Sacharosa otáčí na pravo, i je křemen compensační levotočivý.) Analysator s dalekohledem umožňuje ustavení.

Abychom mohli pohodlně měřiti tloušťku křemene, která je nutná ke kompensaci pravotočivosti roztoku pozorovaného, upraven je křemen v klín malého sklonu a čím dále tento klín zasouváme do zorného pole, tím silnější vrstva přichází k platnosti. Jelikož tloušťky klínu ubývá stejnoměrně, stačí měřiti jen hloubku zasunutí a zjistíme tak účinnou tloušťku křemene v zorném poli se nacházejícího. V našem případě nese klín empirickou stupnici, udávající kolika cukru v roztoku odpovídá ta která tloušťka compensačního klínu.

Indikátorem, že jest pravotočivost cukru vykompensována levotočivostí klínu křemenného, je stejné osvětlení zorného pole polarimetru, které je rozděleno na dvě stejné části.

Otáčivost cukerného roztoku je odvislá od koncentrace roztoku a tloušťky vrstvy roztoku, kterou polarisovaný paprsek projde, proto vkládáme do přístroje roztoky uzavřené v trubicích určité délky, a to 100, 200 nebo 400 mm.

Na rozdíl od *sacharometrů* a *pyknometrů*, které udávají váhová procenta cukru resp. sušiny ve zkoumaném roztoku, udává polarimetr *procenta objemová*, t. j. množství gramů ve 100 cm^3 roztoku zkoumaného, ale navažováním t. zv. normálního množství stávají se váhovými, jak je dále na str. 15 popsáno.

Škála sacharometru je pořízena empiricky t. j. jednalo se při konstrukci prvních aparátů, stanovit nějaký *základ, jednotku*, kterou by se dala škála snadno kontrolovat.

Francouzští konstruktéři (Soleil) volili za takový základ deštičku křemene 1 mm tlustou a pokusem bylo shledáno, že odpovídá její mohutnost otáčivá takovému roztoku cukernímu, který obsahuje 16-19 g sacharosy ve 100 cm^3 .

Jiní autoři, kteří tuto hodnotu přezkoumávali, našli však čísla

jiná (na př. 16·30, 16·35 atd.). Když se nemohli shodnouti, nastal beznadějný zmatek. Aby se urovnal, navrhl konstruktér německý *Wentzke* upustiti od základu křemenné desky a vzíti roztok cukerný *určité hutnoty* a tu na radu *Scheiblerovu* doporučil roztok takový, který má přesně hutnotu 1·10 při 17·5° C. Tento obsahuje ve 100 cm³ 26·048 g sacharosy. Návrh se ujal, alespoň v Německu a u nás. Tedy roztok cukerný, 17·5° C teplý, obsahující 26·048 g ve 100 cm³ ukáže na našich polarimetrech právě 100°, čili 1° škály odpovídá 0·26048 g cukru, použijeme-li trubici 200 mm dlouhou. Francouzi podrželi svoji základnu a znamená tedy 1° na přístroji francouzském 0·1629 g cukru. Zmatek je ještě zvýšen tím, že konstruktéři nepoužili za jednotku objemu *litru metrického*, nýbrž t. zv. *litru Mohrova*.

Litr metrický je onen objem, který zaujímá 1 kg vody vážené ve vzduchoprázdnotě a teplé 4° C. Aby obešel přepočítávání na vzduchoprázdnotu a teplotu 4° C, navrhl výtečný německý chemik a lékárník *Mohr*, zakladatel vědecké titrace, užití pro chemická měření za jednotku objemu 1 kg vody 17·5° C teplé, odvážený možným závažím za normálního tlaku vzduchu. Tento litr, který měří 1002·32 skutečných metrických cm³ nazývá se *Mohrovým* a vešel v obecné užívání u nás a v Německu; na jeho základě byly sestaveny na př. tabulky sacharometrické (*Balling i Brix*) a pomocí něho určena též stupnice polarimetrů.

V novější době se poukazuje právem na nevědeckost tohoto systému a i v Německu zavádí se obecně do analytiky metrický litr. Tak byl určen nový základ pro polarimetry na základě tohoto metrického litru a tu 1 dílek polarimetru odpovídá 0·2601 g cukru ve 100 cm³ metrických. Usnesením se chemiků bylo však číslo zaokrouhleno na 0·26 g, jelikož $\frac{1}{1000}$ g je v mezích pozorovacích chyb.*)

U nás se od usnesení komise pro jednotné metody z roku 1928 užívá *výhradně* litru metrického; v Německu nabývá též půdy litr metrický.

Chceme-li vědět, *kolik cukru je ve 100 g zkoumaného roztoku*, tu musíme *dělit* údaj *specifickou vahou* zkoumaného roztoku.

Přímo váhová procenta cukru obdržíme, když *odvážíme zkoumané hmoty 26 g*, zředíme na 100 cm³ metrických a takto upravený roztok *polarisujeme*. Toto množství 26 g *zoveme množstvím normálním* a závaží *příslušná závažím normálním*. (Pro přístroje francouzské obnáší normální množství jen 16·29 g.)

Naleznete často v laboratoři baňky *Mohrovy*, metrické, ba i takové, které jímají 100 g vody odvážené při 20° C, i při 16°, atd. Proto je první povinností, v laboratoři závodu překontrolovati veškeré odměrné nádoby a cejchovati je (vyjma pyknometry) *výhradně* na litr metrický. (Analytika str. 101–124.)

*) Skutečná otáčivost čisté sacharosy není přesně 100° V, nýbrž o něco nižší, jak ukázali *Bates, Kraisy, Staněk, Zerban* a jiní. Obnáší asi 99·85 až 99·90° V.

Baňka odměrná, pečlivě vyčištěná, vysušená a vychladlá, se vytáruje na váze citlivé alespoň na 2 ctg (nemusí to být váha analytická), načež se do ní odváží na každých 100 cm³ 99.717 g vody destilované, nejlépe vyvařené a vychladlé, baňka se ucpe a vpraví do lázně 20° C teplé, kdež se nechá alespoň 1/4 hod. Pak se rychle hrdlo otře a označí se pilníkem spodní meniskus kapaliny, nebo lépe vyleptá se pomocí fluorovodíku. K tomu cíli potře se hrdlo baňky, osušené, před tarováním voskem, silně ohřátým. Po vyvážení a po ohřátí na správnou teplotu vyryje se ostrou jehlou značka, při čemž stojí baňka na vodorovné ploše, načež se ovlhčí vyrytá rýha kyselinou fluorovodíkovou*) a za chvíli opláchne vodou a očistí. Možno též místo vážení použití *Urbanovy* pipety, tu však zřídka kdy najdete a proto o ní pomlčím.

Polarisace cukru.

Po této nutné a důležité odbočce vrátím se k určování cukru polarimetrem.

Roztok úplně čirý nalijeme do polarisační trubice. Není-li úplně čirý, filtrujeme jej, obyčejně t. zv. filtrem cukrovarnickým, na kterýž nalijeme pokud možno všechnu tekutinu; první podíly odlejeme (obsahují vždy něco chloupků a prachu s filtru, jakož i vlákna z papíru). Trubice je buď skleněná nebo kovová, normálně 200 mm dlouhá, uzavřená na obou koncích sklíčky, přitaženými kovovými šroubovými hlaviciemi. Aby sklo sklíček nebylo tisknuto přímo kovem, podkládá se pod hlavici**) kaučukový kotouček. Při naplňování je jeden konec trubice uzavřen; nalijeme z nádobky, opatřené výlevkou trochu tekutiny, čímž vypláchneme rourku, což opakujeme 3krát (pro velkou trubici); pak naplníme trubku, až se utvoří jakási čepička, ta se setře sklíčkem, aby nezbyla bublinka a sklíčko se přitáhne šroubovou hlavici. Nesmí se přitahovat silně, jelikož komprimované sklo někdy samo polarisuje. Trubici, kterou držíme *jen za hlavici*, vložíme do polarimetru. Zdroj světelný pro polarimetr je buď lampa petrolejová, plynová nebo elektrická (1/2 wattová žárovka matovaná nebo mléčná, asi 50 svíček), stojící 10—20 cm za zadní čočkou. Zorné pole pozorujeme dalekohledem polarimetru. Otáčíme zvolna hlavici pastorku, až dvoudílné pole jeví úplně stejné zabarvení a osvětlení. Pak odečteme na stupnici, opatřené noniem údaj. Poté zrušíme stejnost polí a ustavujeme znova, což opakujeme 2—3krát. Jsou-li rozdíly mezi údaji, bereme z nich průměr.

Byl-li roztok připraven rozpuštěním normálního množství hmoty ve 100 cm³ a polarisační trubice byla 200 mm dlouhá, je údaj přímo

*) Stopa kyseliny fluorovodíkové může způsobiti na kůži a zejména pod nehty bolestivá poleptání; proto pozor!

**) ne ale mezi sklíčko a okraj trubice!

procentem cukru. Odvážíme-li $\frac{1}{2}$ normálního množství, nutno ho násobiti 2. Bylo-li polarisováno normální množství ve 100 cm^3 v trubici 400 mm, nutno děliti 2.

Užijeme-li roztoku cukerného přímo, bez zředování, musíme cukernatost teprve vypočítat. Jedná-li se o množství cukru ve 100 cm^3 , tu prostě násobíme odečtené stupně číslem 0.26.

Jedná-li se o množství cukru ve 100 g tekutiny, tu nutno znáti spec. váhu a děliti touto vypočtená objemová procenta. Místo zdlouhavého počítání užijeme tabulek.

Príslušné tabulky v cukrovarnickém kalendáři jsou:

1. tabulka *Oswaldova*, bere ohled na spec. váhu roztoku i jeho cukernatost; v jedné koloně, vodorovné, jsou čísla pro sacharisaci, v druhé, svislé, jsou stupně odečtené na polarimetru. Příslušná k nim čísla odpovídají cukernatosti roztoku zkoušeného.

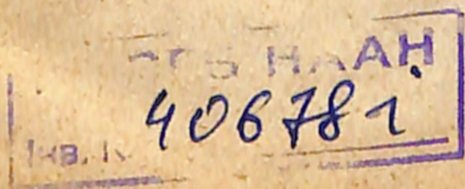
2. tabulka *Neumannova*, vztahuje se na roztok obsahující 90 dílů cukru v roztoku 10 dílů necukrů, které mají tedy o 10% větší sacharisaci, nežli cukr v roztoku obsažený. Užití pro šťávy saturované: a) pro roztoky nečeřené, b) pro roztoky čeřené $\frac{1}{10}$ vol. zásaditého octanu olovnatého.

3. tabulka *Schmitzova* pro roztoky čeřené $\frac{1}{10}$ vol. K odstranění barviva užíváme někdy zásaditého octanu olovnatého, t. zv. octa olověného, kteréhož přidáváme k tekutině (na př. šťávám řepovým) $\frac{1}{10}$ objemu, jak později seznáte. Toto zředění se musí ovšem brát do počtu i musili bychom zvýšit polarisaci o $\frac{1}{10}$ před použitím tabulek. Než tabulky zmíněné nám přímo ona čísla udávají, t. j. korekce je provedena.

Zacházení s polarimetrem a o pozorovacích chybách.

Polarimetr jest aparát velmi drahý a složitý, namnoze ihned nenahraditelný a musí se s ním zacházeti velmi opatrně. Nesmí být vydán silným nárazům. Nesmí se ohřáti (na př. přiblížením k lampě). Nesmí vnikati do ústrojí nečistota, na př. šťáva, když náhodou něco tekutiny vystříkne, hned vytrít! Čočky a dosažitelné skleněné části otírají se jen měkkým čistým klůckem. Rozbírat aparát vám rozhodně neradím, sotva byste docílili nulového bodu na tom, co byste složili. Před každou serií polarisací, alespoň ale dvakrát až třikrát denně, kontrolujte nulový bod pozorováním prázdného přístroje. Když postavíte zorná pole na stejné zabarvení obou polovic, musíte odečíst na škále 0. Často se nulový bod změní, jednak změnou teploty, jednak i dispozicí oka a mnohdy i změnou osvětlení. Je-li nulový bod změněn, buď si zapamatujeme korekci, která se buď přičítá nebo odčítá od nálezu, nebo pomocí klíčku posuneme noniovou škálu.

Teplota, při které se polarisace děje, nesmí se příliš lišit od teploty, při které jsme doplňovali baňku roztokem (nejvýš o 1°C). Hleďte vždy, aby teplota laboratoře nestoupala příliš nad 20°C . Když nalijeme roztok do trubice odchýlné teploty, nastane silné vlnění; ne-



můžeme vůbec polarisovat — rovněž držíme-li příliš dlouho trubku v ruce.

K osvětlení nejvýhodnější je lampa elektrická, která tak nehřeje, na př. „Argenta“ a to buď prostá, nebo lépe je-li opatřena reflektorem a čočkami. Před kampaní musíte se často spokojit s obyčejnou lampou petrolejovou. Jelikož tvar a velikost plamene má často vliv na stejnoměrnost osvětlení, je nutno lampu nechat hořet aspoň $\frac{1}{2}$ hodiny, nežli se k polarisaci přistoupí a pak odbýti si všechny důležitější polarisace najednou při jednom určení nulového bodu. Během řady polarisací neměňme vzájemnou polohu lampy a polarimetru.

Trubici polarisační užijeme nejlépe suchou. Po vypláchnutí vodou ji vytřeme kuličkou filtračního papíru, kterou protlačíme kovovým nebo dřevěným roubíkem. Skleněnou tyčinkou ne! Vrazíte si ji dřív či později do ruky! Trubici vždy — i byla-li předem vytřena a suchá — vypláchneme jednou až dvakrát trochou roztoku, který máme polarisovat; jinak vidíme v poli vlnění a chloupky papíru.

Sklička polarisační nesmí býti poškrábána, taková raději ihned zahodte. Rovněž nesmí skličko zapadat do hlavice těsně. Mohlo by se vzpříčit a uskrípnout, načež by polarisovalo.

Na začátku kampaně *vyzkoušejte* zásobu *polarisačních sklíček*, zdali nepolarisují, což někdy sklo špatně chlazené činí. Zkouška provádí se takto:

Postupně zašroubují se jednotlivá sklička do hlavice a pozoruje se v polarimetru — při prázdné trubici; pak se trubice otočí o 180° kolem optické osy a opět se pozoruje. Sklička, která polarisují, t. j. způsobují odchylku nulového bodu, se ihned raději rozbijí, nebo — pokud jsou nová — se vrátí obchodníkovi, aby se nepletla.

Někdy se jeví v zorném poli *různé skvrny*, které znemožňují přesnou práci. Jejich příčinu vyšetříme takto: Skvrna je

1. na *cylindru lampy* nebo na žárovce. Hneme-li polarimetrem, mění se její poloha v zorném poli;

2. na některé *čočce dalekohledu* polarimetru. Otáčením dalekohledu mění se její poloha — otřením čoček zmizí;

3. na *závěrných skličkách* trubice je nějaká nečistota nebo bublinka. Poznává se otočením trubice;

4. na *klínu* usadí se prach a skvrny se pohybují otáčením hlavice pastorku. Klín se dá opatrně vytočit, otře se jemným plátnem a pak se opatrně zasune;

5. na skličkách, která zakrývají nikoly, jsou kapky zaschlých roztoků, jeví se obyčejně jako bílé svítivé body. Sklička se omyjí vlhkým hadříkem a otrou;

6. v *poli* jsou jemné *kapičky*. To bývá poškození tmelu na nikolech a nedá se v cukrovaru odstranit — nutno poslat přístroj k opravě;

7. v poli je vlnění, pole se jeví prohnuté. Buď byla trubice špatně vypláchnuta nebo byla nestejné teploty.

Kontrola škály děje se jednak ustalováním nulového bodu, jednak adjustujeme buď *roztoky* čisté *sacharosy* známé koncentrace, nebo

pomocí *normálních desek křemenných*. Ty jsou vsazeny do kovové trubice, na níž je vyryto, kolika dílkům na polarimetru odpovídá jejich otáčivost. Je velmi důležité míti alespoň jednu takovou desku polarisace 96—100%; kontrolujeme jí škálu před analysou surového cukru. Příslušnou odchylku, která vznikne třeba napětím způsobeným různou teplotou i při správném nulovém bodu, zavedeme jako korekci.

Konečně máme polarimetry s *pravotočivým klínem*, kterým možno celou stupnici kontrolovati. Přístroj takový zove se *polarimetr s dvojitou kompensací*. Nutno však před každým odečtením podívati se na obě škály, abychom si byli jisti, že jsme náhodou kontrolním klínem nepohnuli.

III.

ROZBOR ŘEPY.

O složení řepy cukrovky se zmiňovati nebudu, pojednám hned o příslušných metodách analytických.

Braní vzorku. Řepa není materiál stejnorodý. Jednotlivé exempláře z téhož pole a semena vykazují odchylky v cukernatosti až do % jdoucí. Chceme-li nabýti pojmu o složení nějaké zásoby řepy, nestačí analysovati jeden nebo několik málo kusů, nýbrž musíme si upravit průměrný vzorek alespoň o 20 až 30 kusech řep; jedná-li se o zásoby zcela veliké, na př. hromady mnoha vagonů nebo velikého pole, tu ani tento počet nestačí, nýbrž upravujeme vzorku takových několik a bereeme průměr z výsledků analys. Žádá-li se na vás, abyste analysovali vzorky malé 5 až 6 kusů z celého pole nebo hromady, ohraďte se, že za výsledek nemůžete ručiti.

Z *hromad* bereeme vzorky z různých míst povrchu a i hloubek. Přichází-li řepa ve *vagonech* nebo *vozech*, tu bereeme z vagonu nejméně 40 řep, z vozu 6 a to jak se skládá postupně. V *továrnách* je nejlépe bráti řepy z transportéru na místě, kde padají do řezačky. Bereeme-li vzorky na *poli*, řídíme se tímto předpisem:

1. nebereeme řep ze souvratě,
2. vyhneme se místům s nápadně bujným chrástem,
3. řepy bereeme v pravidelných intervalech; na př. každou 20tou nebo 50tou, podle velikosti pole,
4. řepám dáme ihned uřezati chrást i hlavu.

Řepa z pole, vozů a hromad bývá silně *obalena zemí* a někdy se žádá znáti množství těchto *nečistot*. Určíme je takto: Řepu — asi 20 až 30 kusů — odvážíme co možno přesně na decimálce, dáme řepy umýti kartáčem nebo v malé pračce, pak dáme utřít do sucha a opět zvážíme; z rozdílu vypočteme množství nečistoty.

Analýse musí předcházeti *rozmělnění* řepy na kaši. Nejjednodušší a nejhorší způsob je strouhání na *ručním struhadle*. Užívají se struhadla velmi hrubá, asi 1 m vysoká.

Při značně velikém vzorku netřeba strouhati řepy celé, nýbrž vy-

řízneme z každé řepy $1/2$ i $1/4$ *podélně*. Nutno však *bedlivě dohlížeti*, aby byla *celá ta čtvrtka rozstrouhána*. Cukr není totiž v řepě stejnoměrně rozložen, nejvíce je ho v prostřední části kořene, nejméně v hlavě a ve špičce. Kdyby byla na př. hlava řepová odhozena, tu by byl vzorek řepový zcela bezcenný.

V některých závodech najdete rotační struhačky, které umožňují rozmělniti řepu celou poměrně rychle.

Nejčastěji je v užití struhačka Ing. A. Staňkem konstruovaná, která pomocí kužele posázeného noži a otáčejícího se velikou rychlostí vyřízne z řepy segment $1/8$ nebo $1/16$ obsahující a přemění ji v kaši velmi jemnou; pracuje tak rychle, že na jednu řepu je zapotřebí jen několika vteřin.

Dříve než dáme řepu strouhati, přesvědčíme se *na vlastní oči*, že struhadlo nebo struhačka neobsahuje *zaschlé části řepy* po předešlé operaci; tím by mohly vzniknout chyby velmi citelné!

Kaši takto získanou shromáždíme ve velké nádobě — nejlépe v hliněných krajáčích asi po 10 až 15 l obsahu a řádně rukama promícháme. Pak vezmeme do menší nádoby (rendlíku) vlastní vzorek z různých míst (asi $1/4$ kg), znovu promícháme, třeba lžicí, a tento vzorek použijeme ihned k určení cukru. (Analytika str. 330–336.)

Cukr v řepě určujeme třemi způsoby:

1. Nejstarší a nejméně přesný zakládal se na určení cukru ve *šťávě z řepy vytlačené* a pak se počítalo, že má řepa asi 93% šťávy v sobě a cukernatost šťávy se přepočítávala na řepu. To se dělá dnes jen zřídka.

2. Metoda zakládající se na úplném *vytlačení cukru vroucím alkoholem* byla dříve pokládána (neprávem) za nejpřesnější. Postup: Normální nebo 2normální množství kaše řepové odváží se na misce kovové, přileje se na ni 3 až 5 cm³ octa olovnatého a asi 50 cm³ lihu 96%, promíchá se tyčinkou, spláchne se lihem do extraktéru, nasadí se baňka 100 nebo 200 cm³, spojí se s chladičem a baňka se zahřívá ve vodní lázni. Kondensující se alkohol v chladiči kape na kaši a rozpouští cukr, stéká, znovu se vypařuje atd. Cukr jest úplně vytlačen po 2 až 3 hodinách; pak nasadíme novou baňku a asi $1/2$ hodiny se extrahuje, až již do této žádný cukr nepřechází. Doplníme první a eventuálně i druhou baňku po známku lihem, sfiltrujeme, polarisujeme v trubici 200, nebo lépe 400 mm dlouhé. Odečtené stupně jsou % cukru v řepě, případně, bylo-li použito 400 mm dlouhé trubice, nutno dělit dvěma.

Metoda tato je velice zdoluhavá, dost nákladná, proto zřídka se v cukrovaru provádí; výsledky nejsou přesnější, než výsledky, dosažené dále popsanými metodami digesčními.

3. Metoda, jež napodobí difusi ve velkém, *nazvaná metodou digesční*. Vhodíme-li kousek kořene řepového do studené vody, tu nejprve přejde do vody obsah buněk, které řezem byly otevřeny a potom

zvolna difusí přechází cukr z buněk neporušených. Je-li tkáň kořen-ná živá, je proces ten nad míru pomalý, avšak umrtvíme-li organis-mus řepy zahřevem alespoň na 65° , tu děje se difuze mnohem rych-leji a za krátko nastane vyrovnání mezi obsahem buňky a okolní te-kutinou, cukr je stejnoměrně rozdělen. Čím snáze může tekutina okolní ke každé z bunic, tím rychleji postupuje difuze.

Když bychom však odvážili na př. N/1 množství kaše do 100 cm^3 baňky, doplnili vodou a nechali cukr vydifundovat do vody a pak polarisovali, nenajdeme správnou cukernatost, jelikož řepa se skládá z části rozpustné (vlastní šťávy) a nerozpustné (dřeně). Dřeň vytla-čuje část vody, takže by nebylo 100 cm^3 tekutiny, nýbrž o objem dřeně méně a musili bychom zavésti příslušnou korekci. Abychom to obešli, užíváme baňek, jež jsou již korigovány. Pokusy bylo zjištěno, že v normálním množství kaše řepné obsažená dřeň vytlačuje asi 1.5 cm^3 vody a tudíž odměrná baňka pro určování cukru digescí měří pro každé N/1 množství kaše 101.5 cm^3 a jelikož užíváme baňky zpravidla pro vícenásobné N množství řepné kaše, příslušný násobek onoho čísla 101.5. Obyčejně jsou baňky obsahu 403 cm^3 , do nichž se odva-žuje 2 N množství a vznikne tak roztok N/2. Kdybychom chtěli při-pravit roztok normální a dáti do baňky $4 \times 26\text{ g}$ kaše, musel by obsah její obnášeti $400 \times 101.5 \dots 406.0\text{ cm}^3$ atd. (Dříve se po-užívalo korekce nižší, která však byla nesprávnou, jak vyplynulo z prací, provedených ve Výzkumném ústavě cukrovarnickém [Sta-něk-Vondrák], a byla příčinou části neznámých ztrát. Nyní se smí používat výhradně hodnot uvedených.)

Digesce se provádí buď *za horka*, kde zahřevem nad 65° C umrtvíme tkáň a přivodíme rychlou digesci (kaše hrubá), nebo *za studena*, kdy užijeme kaše tak jemné, že skoro všechny buňky jsou porušeny a kde nastane vlastně jen smíšení obsahu buněčného s vodou.

Postup pro studenou digesci:

Kaši řepovou, rozmačkáme pomocí *Herlesova lisu*, který se skládá z válečku bronzového, uzavřeného dole sítkou s jemnými otvory, do které přesně zapadá píst, pohybovaný mocnou pákou. Je dovoleno použití výhradně originálních sít podle Herlesa, jinak se získá nižší výsledek. Kaše, protlačená velkou silou jemnými otvory, je dosta-tečně jemná. Kaši upravenou promícháme a odvážíme z ní 2 N množství na kovové lodičce. Spláchneme do baňky, jímající 403 cm^3 a přidáme 10 cm^3 roztoku zásaditého octanu olovnatého, který sráží barviva a mnohé opticky činné necukry, které by svojí otáčivostí způsobovaly chyby v určení sacharosy. Pak promícháme, přilejeme vody asi do $\frac{3}{4}$ baňky, otáčíme chvilku, aby bublinky vyběhly, při-dáme trochu lihu k odstranění pěny, doplníme ke známce, promí-cháme důkladně, sfiltrujeme a polarisujeme. (Při 400 mm trubici odečítáme přímo % cukru v řepě, při trubici 200 mm nutno údaj znásobiti dvěma.)

Metody této se zřídka užívá, jelikož je těžko vypuditi bublinky vzdušné v kaši obsažené a tím vznikají chyby; cukru se najde víc, jelikož část tekutiny je vytlačena vzduchem a po doplnění máme v baňce méně, jak 400 cm³ tekutiny.

Postup pro horkou digesti (vypracovanou českým chemikem Ing. Dr. Herlesem) :

Předpis Herlesův: 2 N množství hrubé kaše řepové odváží se na argentanové misce, spláchne trochou horké vody alespoň 95° C teplé do baňky 403 cm³, doplní touže horkou vodou na dvě třetiny a přidá se 10 cm³ roztoku zásaditého octanu olovnatého, kroužením se promíchá. Pak se přidá něco lihu (k sražení pěny), doplní se vroucí vodou asi 1/2 cm nad známku a ostaví za občasného kroužení na 20 minut. Pak se ochladí, přesně doplní, důkladně promíchá, filtruje a polarisuje za použití 200 mm trubice, odečtené stupně násobí se dvěma a obdrží se procenta cukru.

Užití 4 N množství se nedoporučuje (pro 400 cm³), jelikož příliš hustá směs zadržuje tvrdošíjně pěnu a tím se dostanou vysoké výsledky.

Metoda tato je velice rozšířena. Vadou její jest obtížné vpravování řepové kaše do baněk a nepříjemná manipulace s vroucí vodou.

Metoda Staňkova-Urbanova pro horkou digesti.

2 N množství kaše odváží se na váze citlivé alespoň na 2 až 3 ctg přímo do tárované baňky na mléko (máme-li k dispozici jen analytické váhy, odvážíme kaši na argentanové misce a tuto vhodíme do baňky), připustíme z automatické pipety 356·4 cm³ směsi octanu olovnatého a vody (1/4 l čeridla na 10 l vody). Baňka se zavře, protřepe a vloží do lázně 80 až 85° C teplé, kde se ponechá 1/2 hodiny; během té doby se jednou protřepe; potom se ochladí na obecnou teplotu, filtruje a polarisuje. Teplota 80—85° C musí se udržovat dosti přesně, jelikož při teplotě příliš nízké nedocílili bychom dostatečného vyloužení a při uvaření se rozpustí pektinové hmoty, které zdánlivě zvyšují obsah sacharosy, protože jsou pravotočivé.

Při každém určování cukru v kaši řepové musíme dbáti, aby nám nevysýchala. Necháme-li ji nějakou dobu v teplé laboratoři stát, tu za 1/2 hodiny vyschne tolik vody, že najdeme až o 1/2% cukru více.

Určování vápnem zrušitelné polarisace provádí se metodou Staňkovou-Vondrákovou podle Vondrákových Jednotných metod: Do 1/2 l baňky se naleje asi 1/4 l lisované řepní šťávy nebo difusní šťávy, zčechá se malým nadbytkem zásaditého octanu olovnatého (20—25 cm³), doplní se a sfiltruje.

Z filtrátu se vysráží přebytečné olovo práškovitým šťováním sodným (o dokonalém odstranění Pb se přesvědčíme přidáním roztoku šťovanu sodného k části sfiltrované tekutiny) a po opětovné filtraci se pipetou odměří po 75 cm³ do dvou přesně kalibrovaných baněk 100 cm³. Do jedné baňky přidá se 10 cm³ roztoku octanu sodného (roz-

tok I., přípravu viz níže), přileje se destilovaná voda téměř po známku, vytemperuje se, doplní a polarisuje (P_1). Do druhé baňky přidá se 5 cm³ 20%ního roztoku hydroxydu sodného (roztok II.), baňka se vloží na 15 min. do vroucí vodní lázně, načež se ochladí ve studené vodě. Po ochlazení se přidá kapka lihového roztoku fenolftaleinu a přikapává se 50%ní kyselina octová až do mírného okyselení (asi 2 až 3 kapky po zneutralisování), pak se přileje destilované vody téměř po známku, vytemperuje, doplní a polarisuje (P_2).

Obsah pravotočivých necukrů vápnem zrušitelných (x) se přepočte na digesci (D) podle vzorce:

$$x = D \cdot \frac{P_1 - P_2}{P_1}$$

Poznámky: Určení možno provést též s digesční šťavou dvounormální koncentrace (8 N množství kaše, t. j. 208 g se odváží do plechové digesční baňky, přidá se 30—40 cm³ zás. octanu olovnatého a 185 až 195 cm³ vody, baňka se uzavře, vloží do digesční lázně na 1/2 hodiny, pak se ochladí a zfiltruje. Z filtrátu se odstraní olovo šťováním sodným atd.).

S výhodou možno použití pipety o obsahu 76.8 cm³ (pro určování invertu v surových cukrech). Obě baňky 100 cm³ musí mít přesně stejný objem.

Většinou bývají roztoky dostatečně čiré; v případě potřeby nutno filtrovati oba roztoky a použití filtru zakrytého skleněnou deskou, jak bude uvedeno u surového cukru.

Při alterovaných řepách bývá roztok zahřátý s louhem příliš temný; v tom případě se po zneutralisování přidá 10—20 mg hydrosulfitu (blankitu) a pak se doplní atd.

Nedoporučuje se určovati pravotočivé necukry podle Clergeta, poněvadž k dosažení správného výsledku je třeba velmi přesného polarimetru a dokonalého temperačního zařízení.

Používané roztoky:

Příprava šťovanu sodného: Neutralisací za horka nasyceného roztoku kys. šťavelové louhem sodným (na fenolftalein) i ochlazením vykrystalovaný šťovan usušíme a jemně rozetřeme. Louh sodný a octan sodný: použijeme čerstvě připraveného z tyčinek opláchnutých destilovanou vodou. 200 g NaOH se rozpustí v destilované vodě a doplní se na 1 litr. Tímto roztokem naplníme odměrnou baňku 500 cm³ po známku (roztok II.) a zbylou polovinu tekutiny v litrovce zneutralisujeme kyselinou octovou a doplníme po známku (roztok I.).

Analýsa řízku řepových.

a) Kromě v řepě samotné, určujeme cukr také v řízkách řepových, jak jdou do difusní baterie od řezačky (řízky sladké).

Jelikož na základě určení cukru v řízkách děje se celý výpočet výroby a ztrát, musíme tato určení prováděti nejen velmi často (v mnohých závodech každé 2 hodiny), ale i s největší péčí!

Vzorek řízku bere se nejlépe tak, že při plnění difusérů odejme dělník lopatku řízku při počátku a hrstku řízku při konci plnění (ne špetkovat!) a vhodí je do nádoby s těsně přiléhajícím víkem. (Neřipusíte, aby se používalo košíků!!) Po 2 hod. dopraví se do laboratoře, vysype se na velký táč plechový, asi $\frac{3}{4}$ m² velký. Promíchá se a alespoň 1 kg se rozmělní na strojku „Keystone“, „Max“ nebo „Rekord“, kde šroub protlačuje řízky otáčející se deskou s 8—10 otvory, jejichž ostré hrany je přesekávají. Při všech strojích jest naprosto nezbytno osobně se přesvědčiti, že jest strojek před použitím úplně čistý, beze zbytků od předešlé operace.

Ihned po rozsekání vzorku se strojek rozebere, vypláchne vodou, utře a rozložený nechá oschnout. Čištění strojeku „Keystone“ je mnohem jednodušší, než strojku s noži. Plechová nádoba na řízky se po vyprázdnění a vymytí uvnitř čistě vytře, rovněž tak plechový táč.

Kaše řepová z rozmělněných řízku ihned se promíchá a ihned se použije k určení cukru.

b) Podobně jako řízky sladké, analysují se řízky již vyslazené, vycházející z difusérů. Vzorek bere se z transportéru, který řízky odnáší do lisu. Vezme se jich najednou asi 5 kg, vloží se do nádoby plechové s dírkovaným dnem, nechají se asi $\frac{1}{4}$ hod. okapat, promíchají se na tácu a rozmělní. Nesmí se nikdy užít strojku, na němž se rozmělnují sladké řízky. Aby nenastala záměna, označíme jeden strojek, baňku i táč hodně nápadně, třeba červeným nátěrem.

Postup: Odvážíme do digesční baňky plechové třeba na obyčejné váze 4 N množství řízku, odměříme válečkem 300 cm³ zředěného octanu olovnatého (asi 100 cm³ čeridla na 10 l), provedeme digesti jako u řízku sladkých a polarisujeme. Užijeme-li kaše hrubé, digerujeme za horka. Při kaši rozmělněné předem na Herlesově lisu digeruje se 5 min. za studena. Při 200 mm trubici stupně odečtené jsou procenta cukru.

V některých závodech se určuje cukernatost vyslazených řízku z polarisace jejich šťávy:

Řízky se rozsekají na strojku, kaše se vylisuje a odměří do baňky 100 cm³ s druhou známkou 110 cm³; čerí se 10 cm³ octanu olovnatého, filtruje a polarisuje. Cukr se vypočítá podle známé vám tabulky pro roztoky čerené a předpokládá se, že je v řízkách 100% šťávy; chyba není veliká, ale někdy může býti přece dosti značná a proto raději používejme správné metody digesční. Metoda sama je zatížena chybou, vzniklou nestejným lisováním a proto je nespolehlivá.

Nejlépe je použití strojeku „Kosmos“, s nímž se pracuje takto:

1. *Úprava přístroje:* Pro lepší čištění je radno spojit obě šroubovice, což se provede tak, že po nasazení malé šroubovice na trn větší vrtá se asi 10 mm od okraje otvor 3—5 mm, který prochází trnem. Prostrčí se přiměřeně silný drát a na obou koncích roznýtuje, nebo opatří závitem a zašroubuje. Šterbina mezi oběma šneky se zaletuje bílou pájkou.

2. *Příprava šťávy:* Asi $\frac{1}{2}$ — $\frac{3}{4}$ kg dobře promíchaných řízku se pro-

žene strojkem. Otvor na konci lisovacího kužele, kterým vycházejí výtlačky, se přivře šroubem nepatrně (nejvýše do $\frac{1}{4}$).

Štáva odtékající ze sítka jímá se v podstavené nádobce. První podíl — asi 50 cm^3 — se vylije. Dalších asi 100 cm^3 se čerí přímo v misce asi $\frac{3}{4} \text{ g}$ suchého čeridla, nalije se na filtr a polarisuje. Cukernatost řízku se vypočítá násobením výsledku 0.26 (při 200 mm trubici), nebo podle tabulky pro nečeřené roztoky.

Strojek netřeba po každé analýze rozebírat, děje-li se každou hodinu. Nutno ale po přípravě šťavy točiti klikou, dokud odcházejí výtlačky, otřítí sběrací objímku, kterou vytéká štáva, jakož i sítku mokrou utěrkou a strojek pokrýti mokrou plachetkou, aby zbytky kaše nezaschly.

3. *Příprava suchého čeridla*: 1 díl čerstvého páleného vápna jemně práškovitého a prosátého jemnou sítkou nebo plátýnkem smíchá se s 25 díly obyčejného krystalovaného octanu olovnatého nejlépe poněkud zvětřalého, dobře se rozetře a chová v lahvičce s vhodně ohnutou lžičkou. (O analýze řízku viz Analytika 336–339.)

Analýsa odpadní vody od difuserů:

Vzorek bere se přímo z difuseru při vystřelování alespoň 1 litr za 2 hod. Asi 100 cm^3 čerí se několika kapkami zás. octanu olovnatého nebo suchým čeridlem, filtruje a polarisuje. Cukr počítá se podle tabulky Schmitzovy pro roztoky nečeřené; chyba zředěním octanem nepadá na váhu, obsahují voda difusní kol 0.1 % cukru.

Přehled metod k určování cukernatosti řepy, resp. řízku:

1. Určování cukernatosti šťavy,
 - „ „ extrakcí lihem,
 - „ „ digescí:
 - a) studenou — doplňujeme do objemu, nebo užitím pipety,
 - b) horkou — Herlesův předpis.
 - c) staniční předpis. (Staněk-Urban.)

Kromě cukernatosti potřebujeme znáti často *jakost šťavy* v řepě obsažené, t. j. její *čistotu*.

Kvociënt čistoty. Cukr je v produktech i surovinách vždy provázen látkami jinými, t. zv. necukry, kterých je ohromná řada (částečně látky organické: dusíkaté i bezdusíkaté, organické kyseliny vázané na anorganické zásady — draslo, natron, vápno atd.). Čistotu šťavy a produktů cukrovarnických vyjadřujeme poměrem cukru k necukru. *Kvociëntem čistoty*, či krátce kvociëntem zoveme *poměr cukru a necukru v sušině*. Jedná-li se o *sušinu „skutečnou“*, mluvíme o *kvociëntu skutečném*; běříme-li do počtu *sušinu „zdánlivou“*, o *kvociëntu zdánlivém*, a to buď o *pyknometrickém* nebo *refraktometrickém*.

Kvociënt vypočítáme podle rovnice $Q = \frac{100 P}{S}$, kde Q je kvociënt, P polarisace, S sušina.

Takovýto kvocient čistoty stanovíme někdy ve šťávě řepové a zvláště chceme-li zjistiti, je-li řepa zralá, a mnohokrát denně ve šťávě difusní.

Šťáva řepová připraví se *lisováním kaše řepové*. Kaše se sbalí do *suché*, čisté plachetky, lisuje silným tlakem a šťáva se zachytí v podstavené nádobě. Tak, jak vytekla, *není schopna* zkoušení. Obsahuje spoustu bublinek, které se dlouho zdržují v tekutině a činí ji specificky lehčí. Sacharometrem nezíská se konstantní číslo a vychází vždy sacharisace příliš malá. Šťávu musíme *vypěnit*: šťáva se nalije do dělicí nálevky nebo silné láhve, spojí se s vodní vývěvou, nebo v kampani s potrubím, spojeným s posledním tělesem a nechá se asi 15 minut *vzduchoprázdnota* působit; odlije se do válce sacharisačního a zkouší se sacharometrem. Nemáme-li vakua k dispozici, necháme aspoň půl hodiny stát v mělké nádobě, avšak potom nikdy nemůžeme za správnost údaje v mezích $\frac{1}{2}\%$ ručiti.

Cukr ve šťávě stanovíme buď *odměrně* nebo *vážením* — druhá cesta je rozhodně přesnější a sluší jí dát přednost, zvláště když je šťáva málo odpěněna.

Odváží se 2 N množství, spláchne se do 100 cm³ baňky, čeří se 5 cm³ zás. octanu olovnatého, doplní, filtruje a polarisuje. Údaj dělený 2 značí % cukru.

Chceme-li pracovati odměrnou metodou, nalijeme do *suché* baňky se značkou 100, 110 cm³, 100 cm³ šťávy, t. j. po první známku, vytřeme filtračním papírem hrdlo, doplníme zásaditým octanem olovnatým do 110 cm³, promícháme a filtrujeme, polarisujeme. Cukr hledáme podle tabulky Schmitzovy pro čeřené roztoky a берeme ohled na sacharisaci.

U nezralých řep nestačí někdy 10 cm³ čeřidla na 100 cm³ šťávy, tu musíme použití metody odvažovací a dáti 7—10 cm³ čeřidla na 2 normální množství šťávy, doplnit do 100 cm³ atd. — Metoda odvažovací jest přesnější.

Z cukernatosti a sacharisace šťávy vypočteme množství necukrů a kvocient čistoty.

Množství necukrů je rozdíl mezi cukernatostí a sušinou. (Příklad: S — 20° Bg, P — 18%, necukry = 20 — 18 = 2%.)

Kvocient vypočítáme nebo vyčteme z tabulek pro řepové a difusní šťávy vypočítaných. Na jedné straně jsou polarisace a % cukru, na druhé sacharisace, ve sloupcích se odečte kvocient.

Stejně jako šťávu lisovanou zkoušíme i *šťávu difusní*. Vzorek se brává z odměrky (za 1—2 hod.); kde do surové šťávy dávají trochu vápna, dbáme toho, abychom do vzorku nedostali šťávu vápněnou. Šťávu ochladíme, vypěníme (5—10 min.), provedeme stanovení sacharisace. K určení polarisace užijeme buď metody odměřovací, nebo lépe odvažovací.

Ve většině továren žádá se znáti průměrný kvocient a cukernatost difusní šťávy za 6 nebo 12 hodin. Naproti tomu sacharisace musí se udávat každou, nebo každou druhou hodinu. Abychom se nezdržo-

vali, sléváme čerenu šťávu do láhve, uzavřené vždy dobrou zátkou; po 6—12 hod. protřepeme a zpolarisujeme. Z údajů sacharometrických vypočítáme pak průměr a na základě těchto dat určíme *průměrný kvocient*.

Šťáva čeraná zásaditým octanem olovnatým vydrží 12 i více hod. beze změny, kdežto šťáva surová kazí se již během krátké doby, počne houstnout, táhne se a hojná flora mikrobů rychle invertuje cukr.

V době, kdy se těžila šťáva lisováním, bylo velmi důležité vědět, kolik šťávy v řepě je obsaženo a i dnes soudí se z této hodnoty na zralost nebo vyschnutí řep.

Šťavnatost můžeme určit buď přímo určením dřeně (zvážením suché, vyprané dřeně), nebo ji vypočítat z poměru cukru ve šťávě a v celé řepě.

$$\text{Š. F.} = \frac{\text{P. Ř. polarisace řepy,}}{\text{P. Š. polarisace šťávy.}}$$

Šťáva obsahuje více cukru, než řepa. Jeť řepa vlastně šťáva dření zředěná. I vypočítáme množství šťávy, když množství cukru v řepě dělíme množstvím cukru ve šťávě. Číslo to kolísá mezi 0·90—0·96 a zove se *šťavním faktorem* (Š. F.). Takto vypočítané číslo není ovšem v souhlase se skutečným stavem, jelikož dřeň obsahuje různé množství vody koloidální.

IV.

O KONTROLE ČIŠTĚNÍ ŠŤAV SATURACÍ A O ANALYSE ŠŤÁVY SATUROVANÉ.

Šťáva vytékající po I. saturaci z kalolisu zkoumá se zpravidla jen na alkalitu, jejíž přesné udržování v mezích 0·06—0·1% vápna je pro další chod výroby velice důležité.

Vzorek bere se buď každou hodinu z reservoiru, kde se šťáva hromadí, nebo jsou v potrubí zvláštní kohouty, kterými se nechává šťáva vkapávat do vzorkové láhve. Kromě toho jest dobře, vzít si občas osobně vzorek od kalolisu.

Zkoušení alkality děje se titrací kyselinou na fenolftalein. K titraci užíváme buď kyselinu 1/10 normální, kde 1 cm³ odpovídá 2·8 mg vápna (CaO), nebo pohodlněji tak zředěné, že 1 cm³ neutralisuje přesně 1 mg vápna. Takovou kyselinu si připravíme zředěním 36 cm³ normální kyseliny sírové, solné nebo dusičné na 1 l destilovanou vodou.

Šťávu k titraci odměřujeme po úplném ochlazení buď pipetou, nebo pohodlněji malým válečkem kovovým na držadle přiletovaným. Takovou odměrku uděláte si sami z kousku mosazného válečku (trubice) asi 1—3 cm v průměru, které přiletujete dno a upravíte její délku tak, aby jí měla příslušný objem.

Pro titraci šťávy po I. saturaci odměřujeme 10 cm³ šťávy; nesmíme opomenout pipetu nebo váleček před použitím dobře šťávou vypláchnout.

Stejně jako šťávu od I. saturace zkoušíme i šťávu od II. saturace, jelikož ale mívá alkalitu, odpovídající 0·03—0·04% vápna, берeme k titraci 20—50 cm³ a konečně i šťávu po III. saturaci, která má alkalitu asi 0·01% i méně a té odměřujeme 50—100 cm³. Někde III. saturace se neprovádí a hned se při II. saturaci dosaturuje na definitivní alkalitu asi 0·01% CaO.

Po saturaci se filtruje, pak vyváří a cedí. Šťáva tato zove se *šťávou lehkou*. Určovány bývají sacharisace, polarisace, kvocient a mnohdy i barva a vápno ve formě organických solí vázané. Určovati kvocient šťávy I. saturace nemá smyslu, jelikož vápno v ní obsažené silně působí na sacharometr. Kdyby to bylo žádáno, je nutno šťávu v malém vysaturovat, vyvářit a po přecezení analyzovat jako šťávu lehkou.

Cukr ve šťávě lehké určujeme buď přímo polarisací bez čerění, nebo lépe metodou odvažovací. Pracujeme-li bez čerění, tu musíme kapkou kyseliny octové neutralisovati volnou alkalitu, jelikož přítomnost alkalií silně snižuje otáčivost cukru. Nález na polarimetru přepočítáme na cukernatost podle druhé tabulky Schmitzovy pro roztoky nečerěné, k čemuž ovšem musíme znáti sacharisaci.

Chceme-li určití cukernatost vážením, tu spláchneme do baňky 100 cm³ 2 N nebo 3 N množství šťávy, neutralisujeme kyselinou octovou, čeríme 1—2 cm³ octa olovného, doplníme do 100, filtrujeme, polarisujeme. Na přístroji odečtený údaj dělíme dvěma, resp. třemi; nalezená hodnota značí % cukru.

Sacharisaci šťávy stanovíme buď *sacharometrem* jako při šťávě difusní, nebo lépe *pyknometricky*, nejlépe Kovářovým pyknometrem, adjustovaným pro 15° Bg.

Často se žádá *zjištění vápna*, které *kvalitativně* provedeme, když přidáme k 50—100 cm³ šťávy asi 1—2 cm³ roztoku šťovanu amonného — zákalem prozradí se vápno, nebo *kvantitativně* titrací mýdlovým roztokem, o čemž promluvíme později. (Analytika 278.)

Konečně určuje se někdy *zabarvení šťávy*. K tomu slouží přístroj, konstruovaný *Stammerem*, zvaný *barvoměr* či *kolorimetr*.*) Pomocí něho zjišťujeme, jak vysoká vrstva šťávy jeví tak silné zabarvení, jako sklíčko určité barvy.

Skládá se z trubice široké, dole sklem uzavřené, do které nalije se kapalina zkoušená, v níž pohybuje se druhá užší trubice, rovněž sklíčkem uzavřená; na straně je měřítko a pohyblivý index udává, kolik mm jsou obě sklíčka od sebe vzdálena, čili jak tlustou vrstvou prochází světlo. Nahoře je dalekohled, kterým pozorujeme zvláštní systém hranolů, který rozděluje pole na dva stejné díly, jeden jest osvětlen světlem prošlým šťávou, druhý světlem obyčejným, prošlým t. zv. normálním sklíčkem, resp. dvěma půlnormálními. Postup:

Do široké trubice nalijeme šťávu a pozorujeme pole, při čemž posunujeme pomocí pastorku a ozubeného kola trubici nahoru a dolů, až docílíme jako v polarimetru stejného zabarvení obou polovin

*) S výhodou užijeme přístroje konstruovaného firmou J. J. Frič, Praha.

zorného pole. Pak odečteme na měřítku vrstvu šťávy, která vydá stejné zabarvení, jako sklíčko normální.

Čím tlustší vrstvu potřebujeme, tím jest barva světlejší, neodpovídá tedy měřená výška barvě přímo, ale naopak, je zabarvení obráceně úměrné měřené vrstvě. Abychom usnadnili výpočet, užíváme tabulky.

Tekutina zabarvená tak, že by 1 mm vrstvy odpovídal zabarvení sklíčka, má barvitost 100^0 barvy, kteréžto stupně zoveme stupni Stammerovými.

Když máme sledovati nějaký proces po stránce zabarvení, na př. určit odbarvovací efekt saturace, nebo naopak zabarvení šťávy při odpařování, musíme přepočítat na jednotnou sušinu nebo polarisaci. Příklad:

Šťáva I. saturace měla 10.4^0 Bg, barvoměr ukázal 22.5 mm — 4.45^0 St.

Šťáva III. saturace měla 9.05^0 Bg, barvoměr ukázal 40.0 mm — 2.5^0 St.

Přepočítáno na společnou sacharisaci 10.4^0 Bg, má I. šťáva 4.45^0 St, šťáva po saturaci III. 2.87^0 St, čili položíme-li první číslo rovno 100, obsahuje druhá šťáva jen 64% původního barviva, čili bylo 36% barviva odstraněno. Máme-li přesně porovnávat šťávy nestejně koncentrace, na př. lehkou a těžkou, doporučuji koncentrovanější šťávu zřediti přibližně na sacharisaci zředěnější, důkladně filtrovati a změřiti. (Analytika 190—194; též 185—190.)

Alkalitu šťav III. saturace zkoušíme co možno často, v některých závodech každou hodinu, *kvocient čistoty* za 12—24 hod. jednou v průměrném vzorku, který připravíme tím, že při určování alkality odlejeme si určitou odměrku, na př. 50 cm^3 , do láhve, večer promícháme a určíme sacharisaci, polarisaci a kvocient.

Aby se šťáva nekazila, desinfikujeme ji tím, že do ní vhodíme kousek *thymolu*, asi jako oříšek veliký, zde vydrží thymol velmi dlouho, jelikož se ho jen stopa rozpustí.

V.

ANALYSA KALU SATURAČNÍHO.

Vzorek bere se buď z vozíků, kterými se kal z továrny vyváží, nebo z hromady. Kal vzorkujeme vzorkovačem, dlouhou trubicí, nebo žlábkem, který se do hromady zarazí a v dutině uvázlý kal vytlačí se do nádoby. Takový vzorek se bere asi za 2—3 hod.; za 12—24 hod. se celý vzorek (několik kg) dobře promísí a určuje se v něm *cukr, někdy i sušina*. Mimo to je účelno vzorkovati kal namátkou z vozíku 1—2krát za směnu (bez ohledu na přání a námitky dozorce nad kalolisy!)

Cukr určujeme tímto způsobem:

Odvážíme buď na plechu měděném, žlábkovitě stočeném, nebo přímo do skleněné lahvičky širokohrdlé asi $\frac{1}{4}$ litrové, 30 nebo 60 g, kalu přileje se 100, resp. 200 cm^3 , asi 8%ního roztoku dusičnanu

zinečnatého, neb 5⁰/₀ního roztoku chloridu zinečnatého, vhodí se do lahvičky několik kousků olova nebo kamének jako třesně velikých, nebo nejlépe kousek řetízku,*) uzavřeme lahvičku zátkou, nejlépe kaučukovou a silně protřepáme, až se kal zcela rozptýlí a kousky ze dna zmizí, filtrujeme, polarisujeme ve 200 mm trubici, údaj jsou přímo % cukru v kalu. Zde užíváme k rozkladu sacharátů solí kovových — při tom se tvoří hydrát zinečnatý a dusičnan, resp. chlorid vápenatý; cukr vázaný na vápno se pak uvolní.

Sušinu kalu určíme sušením 3—5 g kalu při 100—110° C, do konst. váhy v misce kovové, nebo na hodinkovém sklíčku. (Analytika 344.)

VI.

ANALYSA ŠTÁVY TĚŽKÉ A CUKROVINY.

Těžká šťáva vzorkuje se každou druhou hodinu z reservoiaru, kam z odparky odtéká a určuje se *ihned* pouze alkalita titrací 10—20 g šťávy, zředěné neutralisovanou vodou na misce porculánové; neutralisuje se na fenolftalein, někde na lakmus. Přibližná *sacharisace* se určí sacharometrem nebo lépe refraktometrem. Jednou denně určujeme *kvocient* a případně barvu; shromažďujeme si vzorek v láhvi dobře uzavřené, při každé titraci odlijeme do láhve určitou odměrku těžké šťávy. Promícháme a analyzujeme.

Sacharisaci určujeme pyknometrem, nejlépe *Kovářovým* se zabroušenou zátkou, k němuž taru upravíme pro střední hutnoty 55° Bg, t. j. 1·26. (Určování sušiny sacharometrem má velkou chybu pozorovací a má smysl jen tam, kde se jedná o rychlou informaci.) S výhodou se určuje *sacharisace* těžké šťávy refraktometrem.

Cukr určujeme odvážením N/1 množství, spláchneme do baňky 100 cm³, neutralisujeme zředěnou octovou nebo titrační kyselinou na stanovení alkality, čeříme 1—2 cm³ octanu olovnatého a polarisujeme. Neutralisujeme-li titrační kyselinou, určíme současně alkalitu.

Vápno a barvu určujeme někdy; je-li šťáva neutrální, nebo dokonce kyselá, hledáme také invertní cukr, o němž promluvíme později.

Svařením těžké šťávy vzniká I. cukrovina. Určování *kvocientu* čistoty cukrovin, které se často žádá, je vlastně zbytečné, jelikož nemůže mít jiný kvocient než šťávy těžké, nebylo-li do vakua přitaženo zeleného syrobu. Kromě toho je přesné vzetí vzorku průměrného u hmot tak nehomogenních téměř nemožné. Velmi často žádá se znáti *sušinu cukroviny* za účelem výpočtů manipulačních.

Vzorek bere se z každého varu, t. j. 1—2krát za 24 hod., a to nejlépe z michadla. Není-li michadla, nebo přidává-li se do něho syrub, tu vezmeme vzorek přímo při spouštění varu a v době, kdy asi $\frac{1}{3}$ již z vakua vytekla. Vzhledem k nehomogenosti hmoty bereme vzorek veliký alespoň 10 kg, do nějakého kbelíku, důkladně za horka

*) Řetízek připevníme výhodně k zátce hřebíkem.

promísíme dřevěnou lopatkou, ihned z něho odejmeme vzorek k analýze. Jelikož stáním velmi rychle osakuje sirup a na povrchu zbývají čistší krystalky, musíme vzorek bezprostředně před analýsou dokonale promísiti.

Sušinu určujeme buď:

a) *Skutečnou*; odvážíme asi 10 až 100 g hmoty do kádinky, rozpustíme v 10 až 100 g vody, opět zvážíme a určíme sušinu v odváženém podílu pomocí písku nebo methyllalkoholu.

b) *Zdánlivou*; nejvhodnější a nejrozšířenější je t. zv. *metoda celní německá*, která je úředně zavedena pro zdaňování zadních produktů v Německu. Postup:

Odvážíme na příklad 250 g na váze citlivé na 2—3 ctg do plechové nádoby, hrnku nebo kádinky, rozpustíme za tepla ve vodě, ochladíme a dovážíme vodou do 500 g (užili-li jsme menšího množství do dvojnásobné váhy odvážení cukroviny). Roztok promícháme a analyzujeme jako těžkou šťávu a výsledky zdvojnásobíme. Přednost této metody záleží ve velikém množství vzorku použitého.

Jednotné metody československé předpisují tento postup:

Plechová baňka digesční po sejmutí víčka se vytáruje na váze o citlivosti 0.02 g pro zatížení 250 g a nosnosti 1 kg. Pak se odváží přesně 200 g teplé, rozmíchané cukroviny (k tomu je nejlépe užiti železných lopatek), přileje opatrně 200 cm³ studené vody, odměřené v baňce 200 cm³ obsahu, a vše dováží se vodou z kapací lahvičky přesně na 400 g. Po vložení několika kousků olova se baňka uzavře neprodyšně víčkem, ponoří do vroucí vodní lázně a protřepává se v pětiminutových přestávkách. Za 25 minut je obsah úplně rozpuštěn. Nato vloží se baňka do studené proudící vody a několikrát se protřepe. Po ochlazení se otevře a veškerý obsah se vyleje do skleničky, při čemž nutno se vždy přesvědčiti, zda všechna cukrovina jest již rozpuštěna. Nyní určí se zdánlivá sušina buď pyknometricky nebo refraktometrem. Na určení pyknometrické hodí se nejlépe přesný pyknometr s kapilární zátkou. Pyknometr dlužno vždy dvakrát vypláchnouti zkoušeným roztokem; naplní se pak po okraj hrdla, temperuje na teplotu studené vodní lázně (asi 20° C), načež se teprve vloží do hrdla kapilární zátku, rychle otře tekutina přeteklá kapilárou, pyknometr vyjme z vody, opláchně, osuší ručníkem a váží. Zjištěná specifická váha převede se pomocí tabulek na stupně Ballingovy. Po vyjmutí zátky z pyknometru ponořením krátkého teploměru do tekutiny stanoví se teplota a podle korekce z příslušných tabulek opraví se definitivně stupně sacharisační. Výsledná sacharisační násobí se dvěma, čímž se obdrží zdánlivá sušina původní cukroviny. — K určení refraktometrickému slouží cukerní refraktometry Zeissův nebo Goerzův pro normální teplotu 20° C. Roztok cukroviny ochlazuje se ve vodní lázni na přibližně tutéž teplotu, jakou právě ukazuje teploměr refraktometru. Nato vpraví se pomocí dobře zakulacené skleněné nebo lépe kaučukové tyčinky několik kapek roztoku na mdlý hranol refraktometru a dvojitý hranol se ihned opatrně uzavře. Po

1 až 2 minutách nařídí se hraniční čára úplného odrazu, jeví se v zorném poli jako rozhraní světla a stínu tak, aby procházela středem nitkového kříže nebo kroužku, načež se údaj na stupnici odečte. Současně zjistí se údaj teploměru v přístroj zasazeného, podle korekčních tabulek tepelných opraví se pak refraktometrický nález, kterýž zdvojnásoben — udává sušinu původní cukroviny. (Viz též str. 8.)

Jelikož zdánlivá sušina zpravidla nesouhlasí se sušinou skutečnou a kromě toho nastává též kontrakce při zředování 1:1, stanoví se v průměrném týdenním vzorku cukroviny rozdíl mezi sušinou skutečnou a zdánlivou, určenou po zředění 1:1 a takto zjištěná korekce se zavádí při jednotlivých rozborech. Korekci dlužno určovati zvlášť pro I. a II. cukrovinu.

Máme-li určit *pouze cukr* v cukrovině, tu hledíme bráti vzorek *co možno největší* a odvažujeme pětkrát norm. množství do baňky $\frac{1}{2}$ l, čeríme 10 až 15 cm³ zás. octanu olovnatého atd.; na polarimetru odečítáme procenta. Nemáme-li přesné pullitrovky, tu берeme alespoň 2 N množství na 200 cm³.

Kromě kvocientu určujeme také *alkalitu*: rozpustíme 10 g hmoty v *neutrální* vodě a titrujeme v porculánové misce na fenolftalein; někdy stanovíme též *barvu* v roztoku 10 až 20% ním, načež přepočítáváme na původní hmotu nebo na 100 cukru a případně *cukr invertní*.

Stejně jako cukrovinu první analyzujeme *cukroviny zadní*, pokud možno přidržíme se německé celní metody.

Někdy je žádoucno znáti vlastnosti — polarisaci, sušinu a kvocient syropu, který lpí na krystalu cukru v cukrovině. Jedná-li se o cukrovinu I., musí se odloučení dít na centrifuze, při cukrovinách zadních, které jsou tekutější, stačí odkapávání, nebo lépe odssávání nučí.

Velmi vhodný přístroj k získání syropu je váleček z centrifugového síta obsahu asi $\frac{1}{2}$ až $\frac{3}{4}$ l, opatřený nahoře malou přírubou plechovou. Váleček tento naplníme cukrovinou a ponoříme do druhého většího plechového válce a tento do lázně s vroucí vodou, kdež ponecháme, až se nahromadí dosti syropu na dně. Tento syrop analyzujeme jako melasu. (Analytika str. 345—350.)

VII.

ANALYSA SUROVÉHO CUKRU.

Zkušebním kamenem vašeho chemického umění a také někdy kamenem úrazu jest *analýsa surového cukru*. Kdežto ostatní stanovení jsou pro kontrolu továrny, jest analýsa cukru základem, na kterém se platí zboží. Kromě vás analyzuje též cukr kolega v rafinerii a obyčejně ještě dva chemikové obchodní. Nedocílí-li se souhlasu, je z toho nemilé tahání a proto musíte analýse surového cukru věnovati péči co největší, užívati nádobek překalibrovaných, dbáti správnosti vzorku atd.

Vzorek bere se buď z každého varu po vytočení a sice při plnění do pytlů; vhodí se na př. při každém pytli 2 hrstky do plechové, dobře uzavíratelné nádoby, nebo z hromad vzorkovačem, o kterém jsem mluvil při analýze kalu, nebo případně z pytlů. Jedná-li se o velikou partii, otevřeme nejméně každý 10. pytel a vezmeme z něj vzorek.

Ve Výzkumném ústavu čsl. průmyslu cukrovarnického byl vypracován podrobný předpis na úpravu obchodního vzorku surového cukru tak, aby tento vyhovoval požadavkům naň kladeným.

Navržené pomocné zařízení je zcela jednoduché a sestává z okrouhlé mísy a drátěného síta. Okrouhlá mísa o průměru 50 až 60 cm a výšce stěn 15 až 25 cm může býti zhotovena na př. z mosazného plechu, nebo ze železného plechu pozinkovaného anebo pocínovaného. Možno též použítí nádobu emailovanou, ovšem vrstva emailu musí býti naprosto neporušená, neboť odloupnuté částečky mohly by se dostat do vzorku a zvyšovati obsah popela. Rozměry udané nejsou ovšem závazné, neboť stejné služby prokáže jakákoliv okrouhlá nádoba, kterou koupíme u obchodníka nádobím (na př. umyvadlo nebo mísa na zadělávání těsta), pokud je dostatečně prostorná, tak aby cukr v ní netvořil příliš silnou vrstvu a aby při promíchávání nepřepadával ven z nádoby. V zájmu snazšího čištění dáme přednost nádobě se zaoblenými hranami, bez ostrých koutů. Síto budiž zhotoveno z mosazného drátu (na př. 1 mm silného), o velikosti otvorů 4 až 5 mm. Velikost síta volíme tak, aby je bylo možno prostě nasaditi na okrouhlou nádobu; lub může býti dřevěný nebo lépe plechový. Jak nádoba, tak i síto budtež používány výhradně pro vzorkování cukru, neboť jinak by se snadno mohly do vzorku dostat cizí hmoty.

Při úpravě vzorku doporučuje Výzkumný ústav čsl. průmyslu cukrovarnického tento postup, který je v souhlase s Jednotnými metodami a vyhovuje usancím Pražské bursy pro zboží a cenné papíry: Asi z 50 pytlů odejmou se vzorky cukru pomocí vzorkovače; cukr takto získaný se vysype na síto, jež se postaví na míchací nádobu. Cukr na sítu se míchá rukou nebo dřevěnou lopatkou a event. přítomné hrudky se při tom mírným tlakem rozmělní, což se provádí tak dlouho, až se veškerý cukr sítem protlačí. Na to se cukr zachycený v nádobě prohrabává důkladnými kruhovitými pohyby rukou nebo dřevěnou lopatkou a po 2 až 3minutovém míchání se naplní tři vzorkové krabičky podle dosavadních předpisů.

Celkový náklad na pořízení jmenovaných předmětů nepřekročí Kč 200.— (na př. vhodnou okrouhlou nádobu nabízí firma J. Neff, Praha I., Příkopy, za 100 až 150 Kč a mosazné síto stojí u firmy A. Wendler, Praha VII., Dělnická ul. 59, asi Kč 50.—).

Dostaneme-li cukr v krabici nebo láhvi, vysypeme jej do nějaké nádoby, na př. velmi dobře se osvědčuje malý rendlík, a lžící jej dokonale promísíme a naplníme opět do krabiček; veškerá *odvážení* se dějí *bezprostředně za sebou*, jelikož surovina rychle vysychá.

Na polarisaci odvažujeme 1 nebo 2 N množství cukru na kovové misce s přesností asi 5 mg, spláchneme opatrně do přesně kalibrované baňky 100 nebo 200 cm³, doplníme asi do dvou třetin a krouživým pohybem mícháme, až vše rozpustíme. Když nejsou na dně baňky *žádná zrnečka*, vyčeříme 1—2—4 cm³ roztoku zás. octanu olovnatého a vznikne-li příliš nepatrná jemná ssedlinka, přikápneme 1—2 kapky roztoku kamence, odstraníme pěnu lihem, doplníme po známku, důkladně promícháme a nalijeme pokud možno celý obsah baňky na filtr. Filtr nutno přikrýti sklem, jelikož vyschnutí roztoku způsobí chybu. Teče-li roztok kalný, přidáme špetku infusorní hlinky; prvních 5 až 10 cm³ odlijeme a když stekly asi $\frac{3}{4}$ filtrátu, naplníme úplně čirým roztokem trubku. Před polarisací kontrolujeme škálu buď pomocí křemenné desky nebo alespoň ustavením nuly.

Vodu v surovém cukru určujeme sušením 10 g cukru v misce kovové při 105° C. Podle úmluvy nesuší se do konst. váhy, nýbrž pouze 1½ hodiny a pak se nechá vychladnouti v exikatoru a váží, při čemž miska musí býti zakryta víčkem. Má-li cukr vody přes 3%, suší se dále 30 minut.

Velmi choulostivým úkolem je stanovení *popela cukru*. Postup: Do malé misky platinové nebo porculánové, případně křemenné odvažíme přesně na analytických vahách 3 g cukru, přikápneme asi 5 kapek lihu a pak z kapací lahvičky nebo pipety 10 až 20 kapek čisté, koncentrované kyseliny sírové; nakláněním a kroužením se promíchá a postaví na kraj mufle nebo podržíme v kleštích nad plaménkem, hmota zčerná, nadýmá se a pak se rozpadne v drobty. Pak se vsune do mufle, nejprve na méně horké místo při kraji, pak do plného žáru temně červeného a ponechá se tam, až veškeré černé částčky zmizí a vznikne bílý nebo načervenalý, lehký popel. Eventuálně můžeme opatrným promísením žhavého uhlí platinovým drátkem proces urychlit. Není-li popel zcela kyprý a obsahuje-li sklovité částčky, nebo náhodou přimíšená zrnka písku, musí se určení bezpodmínečně opakovat. Špalování trvá 2—3 hod. Popel skládá se ze síranů a zové se *popelem sulfátovým*. Kdybychom stanovili popel přímo, spálením cukru bez přísady, získali bychom popel skládající se z uhličitanů, hlavně alkalií, které pro snadnou tavitelnost by velice zabraňovaly přístupu vzduchu a celé určení trvalo by déle a krom toho by bylo méně přesné, jelikož uhličitaný alkalií snadno tékají v žáru. Proto převádíme je na netěkavé a velmi těžko tavitelné sulfáty. Jelikož ale kyselina sírová má větší molekulární váhu než uhličitan, obdržíme více popela ze stejného množství alkalií. Proto korigujeme údaj a to tím, že odečteme 1/10 od nalezeného množství.

Z polarisace a množství popele se vypočítá t. zv. *rendement*.

Cukr prodává se podle hodnoty, kterou má pro rafinéra. Zkušenosť ukázala, že 1 díl popela zabrání přibližně 5 dílům cukru krystalisaci, proto 1% popela v surovině tuto znehodnocuje o 5%.

Rendement = polarisace méně 5 × popel.

Příklad: $P = 95.0$, popel $= 2\%$.

$Rdt = 95 - 5 \times 2 = 85.0$.

Kromě toho vypočítáváme i množství organických necukrů odečtením popela a vody od sta, na příklad:

Cukr obsahuje vody 1.5% .

$P = 95.0\%$ (cukru),

popel $= 2\%$,

necukr $= 100 - (95 + 1.5) = 3.5\%$

popele $\quad \quad \quad - 2.0\%$

látek organických $\quad \quad \quad \underline{1.5\%}$

Vedle toho *kontroluje se* vždy, je-li cukr *alkalický*, což se děje *kvalitativně* takto: do misky porculánové dá se $50-60\text{ cm}^3$ vody, přikápně se fenolftalein a upraví se reakce právě neutrálná (přikapuje se kyselina nebo louh $n/10$, až je roztok jen slabě růžový). Pak se vhodí lžička cukru. Cukry alkalické tvoří kol hromádky červený kruh.

Kvantitativně se určí alkalita titrací roztoku 20 g cukru v neutrální vodě na fenolftalein, nebo lakmus, ovšem musí se do rozboru výslovně uvést, kterého indikátoru bylo užito. (Analytika 351–354.)

Cukry neutrální nebo kyselé zkoušejí se na *invert*.

Popel lze v surových cukrech (podobně jako v jiných cukrovarnických produktech) určit *z elektrické vodivosti (konduktometricky)*.*) Měření elektrické vodivosti roztoků v Šanderově konduktometru s vizuální indikací se děje takto: Přístroj spojíme přívodní šňůrou se zdrojem osvětlovacího nebo motorického elektrického proudu, takového druhu, pro jaký byl přístroj objedнан (120 nebo 220 V střídavý nebo stejnosměrný). Nálevkou se naleje k měření určený roztok (po předchozím vypláchnutí tímtež roztokem) do měrné nádoby a na teploměru se odečte teplota roztoku, podle které se nařídí korekční reostat. Ukazuje-li na př. 20.5° C , postaví se reostat tak, aby dílek označený 20.5 byl proti značce. Elektrody v měrné nádobce se posunou ozubeným kolečkem do vzájemné vzdálenosti asi 10 cm (kol dílku 50). Lehkým krátkým stisknutím prvního (horního) ramene zapojovacího klíče se přesvědčíme, zdali měřený roztok má větší nebo menší vodivost podle toho, zda levá polovice zorného pole je světlejší nebo tmavší než pravá půlka. Podle toho zmenšujeme nebo zvětšujeme výšku sloupce kapaliny mezi oběma elektrodami a při každém pootočení kolečkem se přesvědčujeme opětovným lehkým stisknutím klíče, oč jsme se přiblížili stejnoměrnému ozáření obou polovin pole. Když je zorné pole přibližně stejnoměrně osvětlené, stiskneme poněkud silnějším tlakem i druhé rameno klíče; při tom obvykle přeběhne zdánlivý stín z jedné polovice pole na druhou, což značí, že vyrovnání konstantního odporu s odporem sloupce kapaliny mezi elektrodami není ještě úplné. Malou změnou výšky sloupce kapaliny dosáhne se ob-

*) Analytika str. 150—162.

vykle potřebného jemného vyrovnání, takže při opětném stisknutí druhého ramene klíče zůstane zorné pole zcela klidné, což značí dosaženou rovnováhu v obou větvích přístroje a tím i rovnost obou porovnaných odporů. Při dosažení této rovnováhy se doporučuje překontrolovati teplotu, zda se snad během měření nezměnila. Změnila-li se teplota (při začátečnických měřeních), provedeme korekci a měříme znovu. Když zůstala teplota nezměněná, lze na stupnici cukrovarnických přístrojů odečísti přímo procenta (resp. setiny procenta, na příklad 126 značí 1·26%) uhličitánového, (t. j. korigovaného sulfátového) popela v roztoku. Je ovšem třeba měřiti dostatečně rychle, zejména zapínati elektrický proud vždy pouze na okamžik, aby se roztok průchodem proudů nezahřál.

Po měření se roztok vypustí odtokovou trubičkou (S) povolením příslušné tlačky, podobně jako u všech průtokových přístrojů načež se může měřiti roztok další. Jinak se přístroj ihned řádně propláchně vodou.

Kalibrace přístroje, respektive občasné překalibrování pro proud určitého napětí a počtu period, nebo při používání pro proud stejnosměrný, místo střídavého, se může snadno provésti roztokem o známé vodivosti. Doporučuje se $n/50$ a $n/100$ KCl, o specifické vodivosti 0·00250, resp. 0·00128 Ohm¹ cm¹, který se připraví odvážením 1·4910 g, resp. 0·7455 g KCl (1. č. „pro analýsi“) do 1 litru. Příslušný roztok se naleje do elektrodové nádobky a zavede tepelná korekce. Při určení vodivosti má přístroj ukazovati 158, resp. 81·5 dílek stupnice. Když přístroj ukazuje při opakovaném měření odchylku větší než 1 dílek, nařídí se elektrody do žádané polohy a jezdcem korekčního odporu (umístěného vzadu pod žárovkami) se posune napravo nebo nalevo, tak aby při zapnutí proudů byla dosažena rovnováha.

Při použití proudů stejnosměrného místo střídavého je porovnávací konstantní odpor menší o samoindukci, která se u střídavého proudů uplatňuje a zvyšuje odpor vinutých reostatů.

Stanovení popela v surovém cukru. Do 200 cm³ baňky (metrické) se odváží dvounormální množství surového cukru (nebo do 100 cm³ normální množství) a doplní se (bez čerání!) po známku destilovanou vodou a řádně promíchá. K měření připravený roztok surového cukru se naleje do měrné nádobky a měření se provede jak bylo výše uvedeno. Dílky značí přímo setiny procenta sulfátového popela korigovaného o 1/10. Analýza surového cukru z jednoho navážení se provede takto: Dvounormální množství (52 g) se odváží do baňky 200 cm³, rozpustí a doplní po značku. V části se stanoví popel konduktometricky a event. voda ponorným refraktometrem. Zbytek se vyčeří suchým zásaditým octanem olovnatým (podle Horneho, asi 0·2—0·5 g), sfiltruje se a polarisuje. Jelikož určení vody není nutné pro běžnou kontrolu a protože vyžaduje ponorný refraktometr, který nebývá v tovární laboratoři, upouštím od popisu. (Bližší podrobnosti viz v knize: Sázavský-Šandera: Cukrovarnická analytika, z níž je tato část vyňata.)

VIII.

ANALYSA MELASY.

Vzorky se berou z reservoirů pomocí dlouhé tyče, kterou namáčíme a do nádoby setřeme; vzorek, který má mít několik kg, promícháme, scedíme skrze hrubou sítku, odlejeme do lahvičky a určujeme:

1. *Sacharisaci*. Asi 150—200 cm³ melasy se dá buď do *odpěňovací nádoby Urbanovy*, nebo do skleněné nálevky, uzavřené tyčinkou s kouskem kaučuku a ohřívá se ve vodní lázni nebo sušárně, až veškeré bublinky vyjdou, což poznáme tím, že po odhrnutí pěny možno zřítí povrch melasy úplně lesklý. Nemáme-li odpěňovací zařízení, můžeme odpěnití také v lahvičce přímo, kterou pak zahříváme opatrně ve vodní lázni, postavíme ji ovšem na kousek sítky, ne přímo na dno, a zahříváme, až skoro voda vře.

Horkou melasou plníme pyknometry na melasu. Užívá se pyknometrů se širokým ústím, nejlépe pyknometrů Kovářových, které adjustujeme pro střední hodnoty hutnot asi 75° Bg — $h = 1.45$. Pyknometr naplníme úplně, počkáme chvilku, až vyjdou bublinky, případně jim drátkem pomůžeme, pak vstavíme do studené vody a schladíme na teplotu, což vzhledem k hustotě melasy trvá alespoň 1½ hod., pak pomocí tyčinky doplníme do roviny ochlazenou melasou, což poznáme nejlépe tím, že obraz tyčinky na hladině je rovný, pyknometr pečlivě očistíme, otřeme a zvážíme. Určíme hutnotu i ° Bg.

2. *Polarisaci* určujeme odvážením 1½ nebo N/1 množství melasy, spláchneme do 100 cm³ nebo 200 cm³ baňky, rozmícháme a čeříme 10, resp. 20 cm³ zás. octanu olovnatého, doplníme, filtrujeme a polarisujeme. Údaj se musí násobiti dvěmi. Je-li roztok příliš temný, musíme užítí trubice jen 100 mm a násobiti čtyřmi.

K obchodním účelům odvážíme 2 N množství do 200 cm³ a čeříme 40+40 cm³ Herlesova roztoku I. a II. jak bude popsáno dále při metodě Clergetově.

3. *Popel* musíme určovati jako popel *karbonátový*, přímým spálením, neboť množství uhličitánů alkalických z melasy dobytelných přímo zajímá lihovar, který spálením vykvašené melasy připravuje cennou potaš.

Postup: odvážíme asi 2—3 g melasy do platinové misky (zde nelze užítí ani porculánové, ani křemenné), opatrně za častého míchání drátkem platinovým nebo železným zuhelníme a když uhl začne již žhnouti, schladíme, ovlhčíme, rozetřeme tyčinkou, polejeme vroucí vodou, s filtrujeme bezpopelným filtrem a zbytek promyjeme horkou vodou, filtrát jímáme do kádinky (má ho být asi 100 cm³). Pak vložíme filtr s uhlím zpět do misky, zpopelníme a přiléváme k němu filtrát, kádinku vypláchneme, odpaříme na vodní lázni do sucha, mírně vyžiháme, po ochlazení zvážíme a určíme procento popela.

Konduktometricky se určí *popel* v melasách v roztoku 1·35 g ve 100 cm³. Dílky vyjadřují desetiny procenta korigovaného sulfátového popela. Na př. vodivost 107 dílků značí melasu s obsahem 10·7% popela.

Alkalitu kvalitativně stanovíme tak, že do neutrální vody s fenolftaleinem vkápneme melasu; je-li alkalická, utvoří se červený kroužek.

Kvantitativně titruje se melasa, t. j. roztok asi ve 200 cm³ za přísady lakmusu; usnadníme si titraci, když přimícháme neutrálního síranu barnatého, avšak stanovení přechodu indikátoru vyžaduje dosti cviku. (Analytika str. 354—360; o alkalitě str. 182—185.)

Barva melasy stanoví se kolorimetrem Stammerovým; asi 2—10 g melasy se rozpustí do 200 cm³; údaj přepočte se buď na melasu, sušinu, nebo necukr; s výhodou lze použití ke stanovení barvy roztok od konduktometrického určení popela, t. j. roztok 1·35 g ve 100 cm³.

IX.

URČENÍ CUKRU PODLE CLERGETA.

V některých případech určuje se cukr podle *Clergeta*. V melase je mnoho necukrů, z nichž některé jsou opticky aktivní. Mnohé z nich se sice srážejí octanem olovnatým, avšak právě nejaktivnější, t. zv. aminokyseliny (glutaminová, asparagová a kyselina levoglutiminová) se nesrážejí a zavinují chybu v polarisaci. Aby se tato chyba eliminovala, bylo navrženo určovat cukr ze dvou polarisací, jedné přímé a druhé po převedení cukru třtinového ve směs glukosy a levulosy, což se děje zahřevem s kyselinou podle reakce:



Levolusa má empirickou formuli stejnou jako glukosa; ale glukosa či dextrosa otáčí rovinu světla polarisovaného napravo, kdežto levulosa či fruktosa nalevo. Jelikož otáčivost levulosy je daleko větší nalevo, než glukosy napravo, převládá levotočivost a sacharosa po zahřetí s kyselinou či po hydrolyse změní, zvrátí svou polarisaci v levotočivost. Pochod ten zoveme *inverzí* a směs stejných dílů (molekul) dextrosy a levulosy *cukrem invertním*.

Normální množství cukru, rozpuštěného ve 100 cm³ polarisuje 100° V. Přeměníme-li toto množství na cukr invertní a zředíme na též objem, tu polarisuje roztok 32·66° V nalevo při 20° C; a necháme-li po inverzi a ochlazení ještě 20 minut stát, stoupne otáčivost na 33° V.

Součet přímé polarisace a polarisace po inverzi obnáší 132·66° V a zoveme jej *číslem Clergetovým* a pomocí něj vypočítáme cukernatost nějakého roztoku podle vzorce

$$C = \frac{P + J}{132 \cdot 66} \cdot 100$$

kde C je cukr podle Clergeta, P polarisace přímá, J polarisace na-
levo po inverzi. V cukrovarnickém kalendáři je psáno správně
matematicky $C = 100 \cdot \frac{P - J}{132.66}$, jelikož inverzní polarisace záporná,
tedy dvojí zápor dá klad; než to vede někdy k omylům. Vypočítáme
tedy cukernatost nějaké hmoty podle Clergeta, když součet polari-
sací (bez ohledu na znaménko) stejných množství hmoty ve 100 cm^3
před a po inverzi dělíme číslem 132.66. Číslo toto platí však jen pro
případ, že polarisujeme ihned po ochlazení přesně při teplotě 20°C ,
jelikož otáčivost levulosity je velice závislá na teplotě. Pro případ, že mu-
síme pracovat při teplotě vyšší nebo nižší, užíváme opravené hodnoty

$$C = \frac{J + P}{142.66 - t/2}$$

kde t = stupně podle Celsia; tedy na příklad pro 22°C bude Cler-
getovo číslo

$$\begin{array}{r} 22/2 \quad \frac{142.66}{11.00} \\ \hline 131.66 \text{ etc.} \end{array}$$

Necháme-li po ochlazení roztok státi asi 20 minut, použijeme čísla
133.0 místo 132.66. Metoda Clergetova je úplně oprávněná, když
je vedle sacharosy přítomen necukr, který inverzí otáčivost *nemění*
(na př. glukosa). Dejme tomu, že roztok nějaký obsahuje tolik sa-
charosy, že polarisuje 50° a tolik glukosy, že její polarisace obnáší
 10° , tedy nalezneme polarisaci 60° . Po inverzi však bude polarisace
sacharosy obnášet $-32.66 : 2 = -16.33$, glukosa však svou pravo-
otáčivost nezmění a zakryje nám část levotočivosti invertu, takže
směs bude otáčet $-16.33 + 10$, t. j. -6.33 .

Podle formule Clergetovy $P = 60$, $J = -6.33$

$$C = \frac{60 + 6.33}{142.66 - 20 \times 0.5} \times 100 = \frac{66.33}{132.66} \times 100 = 50\%$$

čili tolik, kolik obnáší skutečné množství sacharosy a nikoliv tolik,
kolika by nasvědčovala polarisace přímá. Je tedy chyba úplně vy-
mýcena.

Však v melase obsažené aktivní necukry mění svou polarisaci
přítomností kyseliny, na př. původně levotočivé soli kyseliny glutami-
nové; po okyselení stávají se pravotočivými a proto je cena metody
Clergetovy docela skrovná; abychom docílili správného výsledku,
musili bychom přidati před a po inverzi k roztoku totéž množství
kyseliny. Metody takové jsou vypracovány, ale dosud nejsou zave-
deny*). U nás jest obvyklá metoda *Herlesova*.

Podle něho čeríme roztokem zásaditého dusičnanu olovnatého,

*) Analytika str. 137.

kterýž je skoro nerozpustný a proto jej přímo vytváříme v roztoku samém. Kyselina dusičná je skoro stejné inverzní hodnoty jako solná a proto nám nepřekáží. Roztoky k čerání jsou dva:

1. 340 g dusičnanu olovnatého se rozpustí v destilované vodě a zředí na 1 litr;

2. 32 g hydrátu sodného se rozpustí v destilované vodě na 1 litr roztoku.

Postup: 2 N množství melasy se spláchne do baňky 200 cm³, zředí na $\frac{3}{4}$ obsahu, rozmíchá a přidá 40 cm³ roztoku dusičnanu olovnatého a pak po kapkách 40 cm³ roztoku hydrátu sodného a promíchá, jelikož se obvykle tekutina ohřeje, schladí se, doplní po známku a filtruje. Filtrát se buď přímo polarisuje, nebo, abychom vymýtili chybu pipety, odměří se 50 cm³ do baňky 100 cm³, doplní a polarisuje.

Toutéž pipetou odměříme do baňky na 100 cm³ druhých 50 cm³ filtrátu, přidá se buď 25 cm³ vody a 5 cm³ dýmavé kyseliny solné sp. v. 1·18, nebo 30 cm³ předem připravené směsi. Vloží se teploměr do baňky a provede inverse *přesně* podle předpisu a to: baňka vloží se do vodní lázně vyhřáté na 71° za stálého míchání se nechá dostoupit teplota v baňce až po teplotu 69° a pak se teplota udržuje ponořováním a vyndáváním baňky z horké vody na teplotě 68—69° C přesně 5 minut a stále se míchá. Po 5 minutách se rychle schladí, teploměr opláchne a po ochlazení doplní. Polarisace provede se v Clergetově trubici, která je opatřena pláštěm, v němž protéká voda, jejíž teplota se změří, nebo přímo teplota roztoku. Clergetova trubice se zkouší vždy na polarisaci, protože veliká sklíčka často jeví otáčivost. Je-li roztok příliš temný, přidá se na špičce nože (asi 0·3 g) krevního uhlí (carbo animalis) nebo lépe karborafinu nebo noritu a pak filtrujeme. Uhlí adsorbuje barvivo, ale také část necukrů a kdybychom ho dali mnoho, nastala by citelná chyba. Jelikož přítomnost dusičnanu sodného zvyšuje otáčivost cukru a značná ssedlina zvyšuje koncentraci roztoku, zavede se korekce a to zvýšením dělitele v rovnici, která pro metodu Clergetovu-Herlesovu jest:

$$C = 100 \cdot \frac{P + J}{143 - 0.5 t}$$

Výsledek tak získaný násobíme 2, neboť jsme pracovali s roztokem $\frac{1}{2}$ normálním, zředíme 50 cm³ N/1 roztoku na 100 cm³. (Analytika 131—147.)

Na základě určení cukru před a po inverzi můžeme vypočítati také rafinosu podle formule, kterou naleznete v cukrovarnickém kalendáři. To se však obvykle nedělá, leda v lihovarech, a následkem přítomnosti otáčivých necukrů dává výsledek zcela chybný.

CHEMICKÉ URČOVÁNÍ CUKRU INVERTNÍHO.

Při analysách surového cukru, melasy atd. jsem se několikrát zmínil o určování cukru invertního.

Invertní cukr, který vzniká hydrolysou sacharosy a skládá se ze směsi stejných dílů dextrosy a levulosity, se ve zdravých alkalických produktech nemá vyskytovat a vznikne-li někdy, je to velmi nebezpečný úkaz a musí se ihned zřídlo jeho vypátrat a energicky zakročit. V řepě a šťávě se sice něco invertního cukru vyskytuje, asi 0·1% ve zdravých řepách; tento invert se úplně zruší účinkem vápna při saturaci.

Určení invertu zakládá se na jeho schopnosti redukovat soli měďnaté v alkalickém mediu, při čemž se vylučuje Cu_2O , t. j. kysličník měďný, červený, který můžeme filtrací zachytit a jeho množství určit. Při analýze užíváme alkalického roztoku měďnaté soli, zvaného tekutinou *Fehlingovou*. Je to v principu roztok měďnatý v louhu sodném. Jelikož takový roztok není stálý a během času by nám vylučoval kysličník měďný, připravujeme si jej *bezprostředně* před použitím, a sice mícháním dvou tekutin o sobě stálých: síranu měďnatého a alkalického vinanu sodno-draselného.

Roztok I.: 34·639 g překrystalované modré skalice osušené na vzduchu se rozpustí ve vodě a zředí na 500 cm³.

Roztok II.: 173 g vinanu sodno-draselného (Seignetovy soli) rozpustí se asi v $\frac{1}{4}$ litru teplé vody, dále rozpustí se 50 g hydrátu sodného asi ve 100 cm³ vody, roztoky se po ochlazení slíjí a doplní na $\frac{1}{2}$ litru.

Vedle roztoku *Fehlingova* užíváme ke kvalitativnímu určení invertu ještě druhého roztoku, *Soldainiho*, který je kyselý uhličitán měďnato-draselný a připraví se takto:

297 g kyselého uhličitánu draselného se vsype do litrovky, přileje se 750 cm³ vody, ohřeje na vodní lázni až se vše rozpustí a přidá se 100 cm³ měďnatého roztoku *Fehlingova* a směs se vaří ve vodní lázni 1 hod., po zchlazení se doplní na 1 litr. Postup:

Kvalitativně určíme invertní cukr tak, že do kádinky odměříme 100 cm³ *Soldainiho* roztoku, přidá se přibližně 10 g surového cukru, resp. melasy nebo šťávy, vaříme 5 minut od početí varu počítáno a necháme chvilku stát. Pozorujeme-li na dně kádinky červený prášek, pak přikročíme k určení *kvantitativnímu*: buď odvážíme 20 g cukru, spláchneme do 100 cm³ baňky, čeříme 1–2 cm³ zás. octanu olovnatého, filtrujeme a k filtrátu přidáme suché sody, až veškeré olovo se vysráží — opět filtrujeme a 50 cm³ filtrátu = 10 g cukru použijeme k určení. Nebo můžeme použití filtrátu, který nám zbyl od polarisace, toho odměříme 76·8 cm³ do baňky 100 cm³, srazíme olovo sodou, doplníme na 100, filtrujeme a 50 cm³ filtrátu = 10 g původního

cukru odměříme k určení invertu a to do baňky $\frac{1}{4}$ až $\frac{1}{2}$ l tvaru Erlenmeyerova, kam jsme předem odpipetovali 25 cm^3 alkalického a 25 cm^3 měďnatého roztoku Fehlingova. Baňku postavíme na sítku kovovou, podloženou asbestovou deskou s vyříznutým kruhovým otvorem o průměru 6.5 cm . Zahřejeme silným plamenem k varu (var musí nastat během 3 minut). Pak plamen trochu zmírníme a vaříme přesně 2 minuty od počátku varu počítáno, odstavíme od ohně, přilejeme 100 cm^3 destilované vody a filtrujeme vyloučený Cu_2O . Nejlépe k tomu užijeme porculánového tyglu Goochova s dírkovaným dnem, na kteréž dáme kotouček jemné měděné sítky kolektorové a na tuto $\frac{1}{2}$ až 1 cm vysokou vrstvu asbestu (t. zv. římský, nejlépe Merckův). Asbest předem vyvaříme zředěnou kyselinou solnou a promyjeme vodou, vyvaříme louhem a promyjeme. Asbest chováme v zásobě s vodou rozmíchaný. Tyglík s vrstvou asbestu předem rozpálíme mírně nad plamenem a vstavíme do kádinky, v níž je postaven triangl a na dně jest asi 50 cm^3 methyllalkoholu ($50\text{--}70\%$ ního). Alkohol se předem uvede do varu a tyglík se v parách ponechá po několik minut, pak se dá do sušárny a po 5 minutách nechá vychladnout v exikatoru a zváží se.

Tyglíkem takto upraveným sfiltrujeme za současného odssávání kysličník měďný, promyjeme horkou vodou a případně trochou lihu, vysušíme malým plamenem, rozžhavený (nejlépe v muflí) dáme do par methyllalkoholických, načež postupujeme jako dříve udáno. Zvážením určíme, oč přibyl tyglík. Methyllalkohol vyredukuje kysličník na měď kovovou a příbytek na váze je tudíž měď. Z tabulky Herzfeldovy přímo odečteme procenta invertu. Navážíme-li pod 50 mg mědi, považujeme roztok zkoušený za invertu prostý, jelikož sacharosa sama trochu redukuje.

Kdybychom však náhodou při cukru silně invertovaném s tabulkami nestačili, tu musíme vzítí roztoku méně, jen 25 cm^3 nebo jen 12.5 cm^3 a doplniti do 50 cm^3 vodou. Pak užijeme buď tabulky Baumannovy, která platí pro 5 g hmoty, nebo Schrefeldovy pro 2.5 g hmoty, nebo tabulky Urbanovy, rovněž pro 2.5 g cukru sestavené. Tabulky jsou v cukrovarnickém kalendáři.

S výhodou možno pro provozní účely určovati invertní cukr podle *Picka* a stanoviti množství vyloučeného kysličníku měďného titrací podle *Schoorla* takto: Máme-li k dispozici vodní vývěvu nebo vakuové vedení, upravíme na Wittově deštičce průměru asi 20 mm , vložené do odssávací nálevky, filtrační vrstvu z asbestu nejméně 5 mm silnou a promyjeme ji. K směsi roztoku zkoušené látky s Fehlingovým roztokem přidáme na špičku nože talku, pak uvedeme směs do varu jako při Herzfeldově metodě, v Erlenmeyerově baňce, postavené na asbestové desce s kruhovým výřezem, zahřetí do varu během 3 min. , vaření přesně 2 minuty, ochlazení 100 cm^3 vyvařené ochlazené vody. Kysličník měďný, vyloučený varem, odfiltrujeme asbestovým filtrem. Když veškerá tekutina již prošla filtrem, vypláchneme baňku asi 50 cm^3 vyvařené vody, již použijeme zároveň

k promytí ssedliny. Při tom není nutno vpraviti veškerý vyloučený kysličník na filtr. Po promytí dalšími 20 cm³ vody vpravíme asbest i s kysličníkem pomocí skleněných tyčinek zpět do Erlenmeyerovy baňky a zbytky ssedliny, lpící na stěnách filtrační nálevky, spláchneme do baňky vodou. Pak přidáme 25 cm³ 10%ního roztoku síranu železito-amonného a po úplném rozpuštění Cu₂O (ne dříve), jež se podporuje kroužením, okyselíme směs 10 cm³ 4 N kyseliny sírové (110 cm³ konc. kys. sírové na 1 litr), načež ihned počneme titrovati roztokem manganistanu draselného (nejlépe tak upraveným, aby 1 cm³ odpovídal asi 2 mg Cu, t. j. asi 1 g krystalovaného KMnO₄ na litr). Přejít ze zeleného zbarvení přes šedivé do růžového je ostrý, takže titraci provádíme asi na 0.1—0.2 cm³ přesně, což odpovídá 0.2—0.4 mg mědi. Ze spotřeby manganistanu vypočteme ekvivalentní množství mědi a k tomu vyhledáme v Pickově tabulce příslušný obsah invertu (viz Cukrovarnický kalendář 1930, str. 40).

Nemáme-li možnost provésti filtraci odssáváním, sfiltrujeme kysličník mědný papírovým filtrem, který po promytí vhodíme i se ssedlinou do Erlenmeyerovy baňky a provedeme titraci jak výše uvedeno. Doporučuje se v tomto případě provésti slepý pokus s titrací promytého pouhého filtru a za event. spotřebu manganistanu zaváděti opravu.

Poznámky: Upotřebeného asbestu možno po promytí znovu použiti.

Použitý roztok síranu železito-amonného (100 g do 1 litru) nesmí obsahovati ani stopy solí železnatých, o čemž se přesvědčíme takto: 50 cm³ roztoku síranu železito-amonného se zředí asi 100 cm³ vody a přidá se 20 cm³ kyseliny sírové 4normální; event. přítomné železnaté sloučeniny pak titrujeme manganistanem až do slabě růžového stálého zbarvení. Z údaje titrace vypočteme množství roztoku KMnO₄, které máme přidati k celé zásobě kamencového roztoku, aby všechny železnaté soli v něm obsažené byly převedeny na železité.

Titr použitého manganistanu kontrolujeme roztokem 1.981 g nejčistší nezvětralé krystalované kyseliny šťavelové v 1 litru, jehož 1 cm³ odpovídá přesně 2 mg Cu. Stálost tohoto roztoku značně zvýšíme, když před doplněním přidáme 50 cm³ konc. kys. sírové (předem zředěné) a po ochlazení doplníme na 1 litr.

Při stanovení invertu v cukrovarnických produktech musí být odstraněny vápenaté i olovnaté soli (nejlépe sodou nebo šťováním sodným), jinak se mohou získati falešné výsledky.

V *melase a syrobech* určujeme invert stejně jako v cukru surovém, pouze však užijeme polovičního zředění, takže pak počítáme podle tabulky Baumannovy pro 5 g hmoty. Odvážíme 10 g hmoty, spláchneme do 100 cm³ baňky, čeříme 10 cm³ octanu olovnatého, filtrujeme, filtrát srazíme suchou sodou a 50 cm³ tekutiny užijeme k redukci.

*) Analytika str. 241—260; tabulky na str. 261—269.

XI.

O URČOVÁNÍ CO_2 V PLYNU SATURAČNÍM.

Do trubice, jímající 50 cm^3 a dělené v $1/10 \text{ cm}^3$ odměříme 50 cm^3 plynu tak, že trubicí naplněnou nasyceným roztokem soli kuchyňské postavíme otvorem dolů do nádoby tímž roztokem naplněné, načež vpustíme zahnutou trubicí plyn z potrubí. Naplněnou trubicí ucpe-me ukazovákem chráněným kaučukovým prstem a přeneseme do druhé nádoby, kdež je louh sodný nebo draselný 10—20%ní, oddá-líme prst, načež obsah vnikne do trubice, pak opět ucpe-me, pro-třepáme, vstrčíme znova do louhu, vpustíme kapalinu a opakujeme to, dokud objemu ubývá — pak postavíme do válečku s vodou a po-noříme tak hluboko, jak sahá plyn a odečteme, kolik cm^3 bylo po-hlceno a znásobíme dvěma; vyjdou procenta.

Pohodlnější je t. zv. trubice *Stammerova*, opatřená na konci nálev-kou a kohoutem. Trubicí naplníme přiváděním plynu, vstavíme do válečku s vodou a pouštíme kohoutkem silný louh z nálevky, dokud se objem plynu mění; ponoříme a odečteme. Po každém určení se musí trubice dokonale vymýt, neb zbytky louhu by absorbovaly při plnění CO_2 a způsobovaly by chyby; kohoutek vyjmeme, otřeme a namažeme vaselinou, sice účinkem louhu se přilepí v objímce.

Přístrojky automatické jsou dosti časté. Nejrozšířenější je ze star-ších *Netopilův*. (Analytika str. 322—325; kouřové plyny, str. 325—328.)

XII.

URČOVÁNÍ VÁPNA CLARKOVÝM ROZTOKEM.

Metoda zakládá se na zjevu, že mýdlový roztok pění jen tehdy, když je mastná kyselina ve vodě rozpuštěna jako sůl sodná nebo draselná. Přísadou soli vápenaté nebo i hořečnaté tvoří se neroz-pustné mýdlo a to nepění.

Mýdlový roztok připraví se takto: odváží se 10·08 g chemicky čisté kyseliny olejové, rozpustí se v litrovce v 500 cm^3 lihu 96%ního a vedle toho se připraví roztok 2·6 g čistého hydrátu draselného ve 100 cm^3 lihu; k roztoku olejové kyseliny přidá se najednou 80 cm^3 roztoku drasla a něco fenolftaleinu, načež se přidává po 1 cm^3 dále, až tekutina nabude barvy trvale červené a zředí se na 1 litr alkoholem 96%ním. Při neutralisaci smí se míchat jen krouživě, aby tekutina nevzpěnila. 1 cm^3 takového roztoku odpovídá 10 mg CaO . Nutno kontrolovat roztokem BaCl_2 .

Postup: Do lahvičky asi 200 cm^3 odměříme 10—20 g i více šťávy a doplníme destilovanou vodou na známku 100, kterou na lahvičce

vyryjeme, a přikápneme 2—3 kapky amoniaku a přidáme po 1 cm³ mýdlového roztoku, po každé uzavřeme a silně třepáme. Když je veškeré vápno sraženo, počne se tvořiti pěna, konec titrace poznáme, když pěna několik minut vydrží. Předem uděláme slepý pokus s destilovanou vodou s amoniakem a počet cm³, potřebný k vytvoření pěny, se odečte. (Analytika str. 278.)

XIII.

ALFANAFTOLOVÁ REAKCE.

Voda určená k napájení kotlů parních (je to obyčejně voda brydová) nesmí obsahovati cukr, neboť by kyseliny rozkladem vzniklé poškodily stěny parního kotle. Občas zkoušíme vodu pomocí *alfa-naftolové reakce* takto: Do zkumavky, vodou zkoušenou vypláchnuté, dá se asi 5 cm³ vody předem ochlazené a několik kapek asi 10%ního roztoku alfa-naftolu. Pak se opatrně přileje po stěně konc. kys. sírová, stopa cukru jeví se jako temně fialový kroužek na styku obou kapalin.

Máme-li cukr v takových vodách určití kvantitativně, tu odpaříme 1—2 l takové tekutiny za přísady stopy magnésie asi na 50 cm³, neutralisujeme kyselinou octovou, zředíme na 50—100 cm³, čeríme a polarisujeme. (Analytika str. 311.)

To by byly asi veškeré analytické výkony, které budete v laboratoři surovarny potřebovati. Musím vás ještě upozorniti, že nej-svědomitější analyza není nic platna, nejsou-li vzorky správně vzaty. Braní vzorků svěruje se obyčejně laborantce a pohříchu chemik bývá příliš zaměstnán, než aby mohl k vzorkování stále dohlížet. Přece však je vaší povinností alespoň občas se osobně přesvědčiti o svědomitosti vzorkování (že nedává laborantka vzorky již analysované, že bere dostatečné množství vzorku a z předepsaného místa, že nebere vzorky podle pokynů předáků atd.). Odpovědnost za správnost analys spadá na vás a proto nedovedete-li si udržeti respekt a disciplinu v laboratoři, uděláte lépe, když zvolíte jiné povolání.

XIV.

OHŘÍVACÍ ZAŘÍZENÍ.

V málokteré továrně naleznete zavedený svítiplyn. Kromě *uhelným plynem* můžeme v principu trojím způsobem vytápěti a ohřívati v laboratoři.

Nejrozšířenější je t. zv. *aerogas*, čili plyn benzinový — vedete-li vzduch přes lehký benzin, tu se nasytí jeho parami a směs obsahující asi 15% benzinových par hoří podobně jako plyn kamenouhelný. Od množství benzinu je závislá výhřevnost plynu a tato je tím větší,

čím vyšší tensi par benzin použitý má. Užíváme obyčejně t. zv. *gasolinu*, benzinu o hutnotě 0·65—0·69 a o b. v. mezi 50—70° C. Vzduch získáme různými způsoby (vodním dmychadlem, čerpadlem, poháněným hodinovým strojem neb elektrickým motorem, pomocí gazometru). Gazometr byl u nás velice rozšířen, ale vynikal zrovna zlomyslností; když jste byli v nejlepší práci, vzduch došel a všechny kahaný zhasly.

Konstruoval jsem přístroj automatický, vyráběný firmou Kreidlovou v Praze. Skládá se ze strojků horkovzdušného, který je vytápěn malým kahanem a pohání měch, jímž se žene vzduch do karburátoru, nádržky plechové, v níž jsou polštářky nacpané infusorní hliníkem, které se polijí benzinem. Ten se pak vypařuje a nasycuje vzduch benzinovými parami. Benzin vlévá se uzavřitelným otvorem, který je uzavřen bezpečnostní zátkou se zámečkem. Při nalévání benzinu musíme si počínati opatrně, vzdáliti veškeré plameny, cigarety, atd. a nesvěřovati tento výkon služebnému personálu!!!

Strojek uvede se do chodu takto: Nejprve točíme kličkou motorku, tím vznikne tlak v karburátoru a je možno zapáliti malý kahanek pod motorkem. S počátku upravíme velký plamen a udržujeme tlak otáčením motorku asi 2 minuty, než se strojek ohřeje a sám dále pracuje. Když se byl motorek rozběhl, zregulujeme otáčením šroubu u kahanu plamen pod motorkem do té míry, aby se motorek právě udržoval v chodu, načež můžeme zapáliti kahaný. Obyčejný kahan Bunsenův se pro tento plyn nehodí, má příliš velký přístup vzduchu, používáme proto kahanů se šroubovou regulací.

Nemáte-li benzinového plynu, musíte si často vypomoci lihem. Pro vaření vody na digesti stačí obyčejný kahan lihový s knotem nebo kuchyňské lihové vařidlo, avšak pro určení popela v cukru s plamenem takovým nevystačíme a používá se kahanu *Barthelova*.

Láh přichází obyčejně z nádrže plechové na zdi nebo stojanu pověšené, nejlépe dobrým kaučukem (kovové roury často ucházejí a mohou způsobiti i požár). Napřed se nalije trochu lihu do mističky kahanu a zapálí. Když skoro vyhořel, pustí se otočením šroubu něco lihu do dutiny kahanu, kde se promění v páry, které unikají malým otvůrkem a mohou se nahoře zapálit a plamen již sám udržuje teplotu potřebnou k zplynění lihu. Nad otvůrkem je síťka kovová, bez níž kahan dobře nehoří; když se časem propálí, musí se nahraditi novou. Jelikož denaturovaný láh obsahuje látky pevné (fenolftalein), usadí se tyto během času v kahanu a ucpou jej. Nutno jej občas propláchnouti lihem asi $\frac{1}{4}$ l, který pak můžeme spáliti v kahanu s knotem. (Mějte vždy jeden kahan v záloze!!)

K ohřívání vody na digesti výborně se osvědčil *petrolejový hořák Primus*. Kdo z Vás četl Nansenovu „Cestu k severní točně“, vzpomene si, jak skoro s úctou o něm autor mluví. Je to kotlík mosazný, z něhož pomocí vzduchu stlačeného malou hustilkou se žene petrolej do křížové trubice, v níž se vypařuje, pára se mísí se vzduchem a hoří. Křížovou trubici ohřejeme předem lihem, na misce spáleným, pak

natlačíme vzduch. Závadou je, že musíme občas pumpovati (vydrží asi $\frac{1}{2}$ hod.). Dále mu schází regulační kohout, i musíme tudíž regulovat teplotu vody tím, že nádobu umístíme ve vhodné výši, nebo zachytíme část tepla kruhy z asbestu. V době kampaně můžete se dobře bez plynu obejít, dáte-li si zavést *páru a elektřinu*.

Parní lázeň zhotovíme zcela prostě tím, že do nádoby z plechu nebo v nejhorším případě z vaničky dřevěné; páru zavedeme dírkovanou trubicí na dno sahající, opatřenou ventilem, kterým regulujeme přístup páry a tím i teplotu. Asi 10 cm od kraje připevníme trubicí alespoň 2 cm světlosti, kterou do výlevu odchází voda z páry kondensovaná. Aby lázeň příliš nepářila, opatříme ji víkem plechovým nebo dřevěným. Dnes jest nejvýhodnějším zdrojem tepelným elektřina, pokud není plyn zaveden. Pícky, mufle a ohřívadla, zejména s nichromovým drátem, jsou v obchodě ve velkém výběru a dnes dosti levné. Doporučuji však, opatřit si vždy záložní topná tělesa pro případ propálení, které v kampani při častém kolísání proudu často se přihodí. (Analytika str. 40—44; též str. 31 a 32.)

VYTISKLA
PRŮMYSLOVÁ TISKÁRNA
V PRAZE

CUKROVARNICKÁ ANALYTIKA

LABORATORNÍ PŘÍRUČKA A NÁSTIN
FYSIKÁLNÍ A CHEMICKÉ KONTROLY

NAPSALI

Ing. V. Sázavský a Dr. Ing. K. Šandera

NÁKLADEM ÚSTŘEDNÍHO SPOLKU
ČESKOSLOVENSKÉHO
PRŮMYSLU CUKROVARNICKÉHO
V PRAZE

I 9 3 0

Stran 406. Obrazů a diagramů 44, tabulek 35. Cena Kč 140.—
brožované, Kč 150.— vázané. Cukrovarnickým úředníkům a
studentům zvláštní sleva. Objednávky vyřídí obratem: Redakce
Listů Cukrovarnických, Praha II, Havlíčkovo nám. 32, knih-
kupec Fr. Řivnáč, Praha II, Příkopy 24 a každý řádný knihkupec