

ЕДНА ПРОСТА АПАРАТУРА ЗА МЕРЕЊЕ АДСОРПЦИЈАТА НА ОРГАНСКИ СОЕДИНЕЊА ПРИ РАЗНИ ПРИТИСОЦИ И ТЕМПЕРАТУРИ

Б. Топузовски Г. Флумиани

(Примено на 11. 6. 1963)

Во едно соопштение од Г. Флумиани и Ј. Руждик, во кое се дава студија на интрамолекуларните односно капиларните сили кај појавата адсорпција, каде што се потврдува Гурвичевото правило, употребена е една едноставна апаратура конструирана од авторите.¹⁾

Меѓутоа, во понатамошните испитувања каде што се бараше систематски да се определи адсорпцијата на една поголема низа органски супстанции за да се утврди можната врска помеѓу градбата на молекулите и нивната способност за адсорпција и се обидуваше да се определи електро-статичната, дисперзионата и одбивната компонента на адсорпционата енергија, се покажа дека таа апаратура треба да претрпи нужни измени како би можела да ги задоволи барањата на новопоставените услови во експериментирањето.

Овде ќе се истакнат некои тешкотии кои се јавуваат користејќи ја споменатата апаратура, при новопоставените услови на експериментирањето.

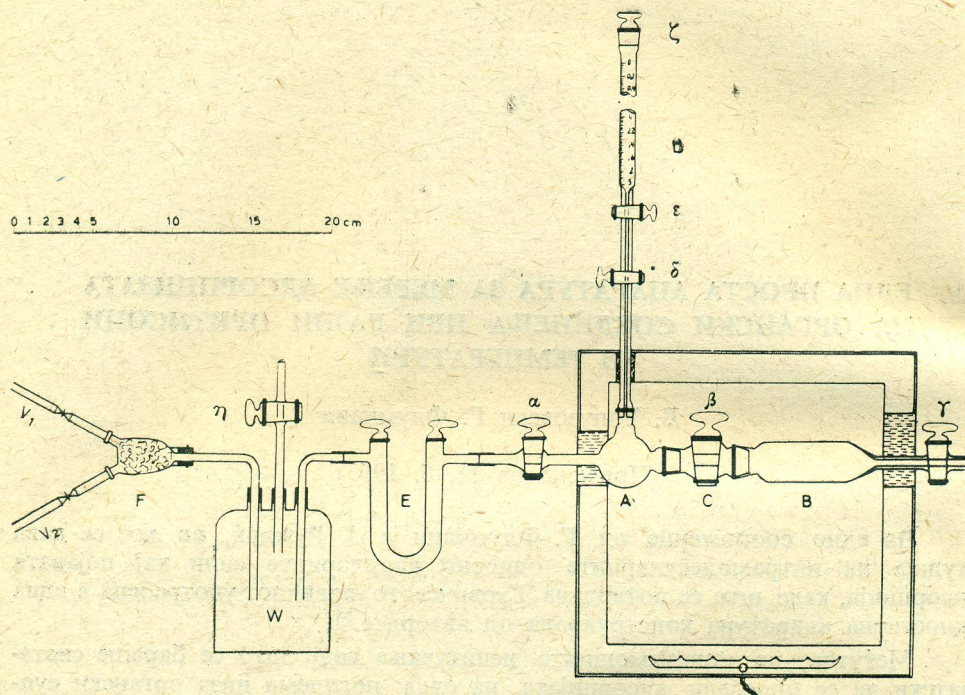
Пред сè треба да се напомене дека со ова апаратура може да се вршат мерења на адсорпцијата само на заситени пари од адсорбендумот, при определена температура, а не можат да се вршат мерења при пониски притисоци.

Адсорпциониот сад *B* поради својата цилиндрична форма оневозможува адсорбенсот да се рашири на што поголема површина, а со тоа времето на адсорпцијата станува пократко а самата адсорпција потполна.

На славината што лежи надвор од термостатот, доаѓа до кондензација на парите, ако се поголеми разликите помеѓу температурата на термостатот и температурата на собата.

На сл. 1 е дадена апаратурата употребувана од Г. Флумиани и Ј. Руждик.

¹⁾ Г. Флумиани и Ј. Руждик; Прилог појавама адсорпције у отопинама. Рад Јого-словенске академије знаности и умјетности, — књига 261(81) 1938



Сл. 1

Течноста на која ѝ се испитува адсорпцијата на заситени пари при определена температура се пренесува капка по капка од микро-биретата *D* во садот *A*.

Со *B* е обележен адсорпциониот сад во кој се става определено количество од адсорбенс. Садот *B* после евакуирањето се исполнува со заситени пари од адсорбендумот. Во продолжение на адсорпциониот сад *B* се вклучува вакууметар.

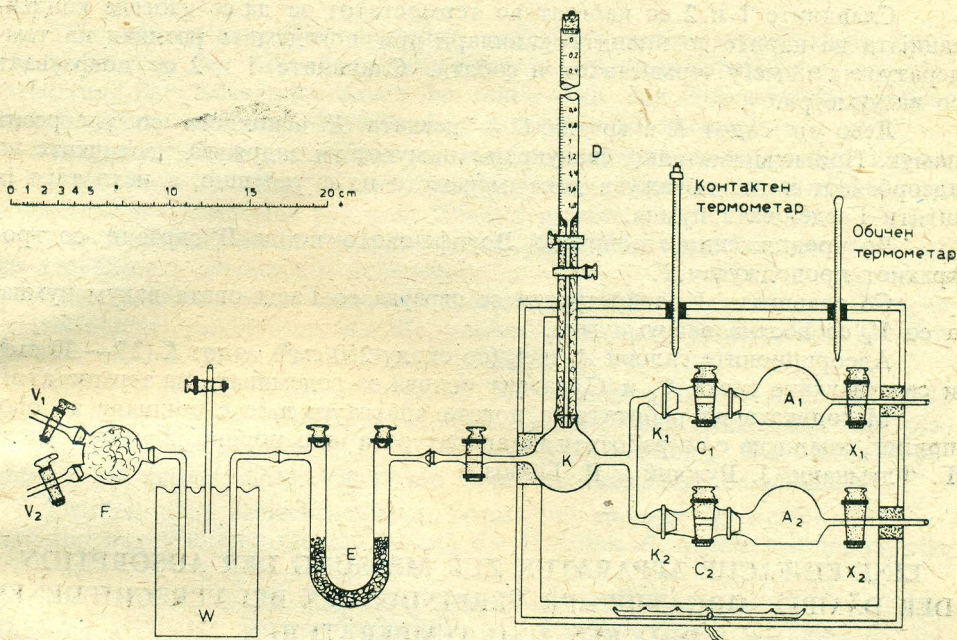
Преку трокракиот продолжувач *F* апаратурата се поврзува со Гаедеовата пумпа со славината *V*₁, а со водена вакуум пумпа со славината *V*₂.

Меѓу продолжувачот *E* и апаратурата вклучено е Волфе-ово шише *W* и *U* цевката *E*, исполнета со памук.

Евакуирањето на апаратурата се врши преку продолжувачот *F*, растресито исполнет со чист памук, Волуфе-овото шише *W* и *U* — цевката *E*.

Пробано е да се конструира нова апаратура, која би одговарала на дадените услови на поставената проблематика и најпосле би овозможувала да се извршат мерења на адсорпцијата, не само на заситени пари, туку и на **ЗАСИТЕНИ ПАРИ ПРИ РАЗЛИЧНИ ПРИТИСОЦИ**.

Таа апаратура што треба да е направена од јенско стакло и чии славини треба да бидат внимателно брушени е дадена на сл. 2,



Сл. 2

И во оваа нова апаратура (види ја сликата 2) течноста на која ѝ се испитува адсорпцијата на незаситени пари при определена температура се пренесува капка по капка од микробиретата D во садот K , во поголема или помала мера според тоа, дали при експериментирањето се работи при понизок или повисок притисок, или со заситени пари.

Сврзувачките цевки C_1 и C_2 се снабдени со внимателно брушени славини со цилиндрични отвори чии дијаметар е $0,4 - 0,6$ см.

Парите од течноста што се испитува се распростираат од садот K во адсорпционите садови A_1 и A_2 .

Во садот A_1 се наоѓа определено количество од адсорбент. Садот A_2 служи пред сè да се определи притисокот на парите кој владее над адсорбентот во садот A_1 . Исто така садот A_2 може да служи и за евентуално паралелни мерења.

Поради поголем допир помеѓу парите чија адсорпција се испитува и адсорбентот, садите A_1 и A_2 имаат равно дно.

За да може со достатна точност да се измери количеството на определени супстанции чии пари се поразредени, волуменот на садите A_1 и A_2 треба да изнесува околу 250 см³.

Вкупната тежина на сврзувачката цевка C_1 со адсорпциониот сад A_1 треба да изнесува околу 180 г. поради мерењата што се изведуваат на аналитичка вага. Истото се однесува и за садот A_2 .

Славините 1 и 2 се наоѓаат во термостатот за да се избегне кондензацијата на парите во нивните капилари при поголемите разлики на температурата помеѓу термостатот и собата. Славините 1 и 2 се поврзуваат со вакууметри.

Лево од садот K е врзана U — цевката E исполнета со растресит памук. При невнимателно евакуирање памукот ги задржува частичките на адсорбенсот и тоа покажува дека мерењето не е успешно, а исто така ја штити Гаеде-овата пумпа.

Во продолжение е поврзано Воулфе-овото шише W сврзано со трокракиот продолжувач F .

Со славината V_1 апаратурата се сврзува со Гаеде-овата вакуум пумпа, а со V_2 со водена вакуумпумпа.

Адсорпционите садови A_1 и A_2 (со околу 250 cm^3), садот K ($25 - 30 \text{ cm}^3$) и сврзувачките цевки C_1 и C_2 даваат основа за големината на термостатот.

Методиката на работата на новата апаратура што е опишана во овој прилог, аналогна е со работата на апаратурата што порано ја употребувале Г. Флумиани, Ј. Руждиќ и В. Белија.²⁾

EINE EINFACHE APPARATUR ZUR MESSUNG DER ADSORPTION DER DÄMPFE ORGANISCHER VERBINDUNGEN BEI VERSCHIEDENEN DRÜCKEN UND TEMPERATUREN

B. Topuzovski, G. Flumiani

In einer Mitteilung³⁾ gebrauchen die Autoren G. Flumiani und I. Ruždić, um eine Bestätigung für die Gurnische Regel zu finden, eine einfache Apparatur mit der sie die Adsorption gesättigter Dämpfe gewisser organischer Verbindungen bei bestimmter Temperatur messen.

Indessen hat es sich bei weiteren Verlauf der Untersuchungen, als es notwendig war die Adsorption einer Reihe von organischen Substanzen zu bestimmen, wie man *einen Zusammenhang* zwischen dem Aufbau von Molekülen und Ihrer Adsorptionskraft finden könnte, und als man die elektrostatische, disperse und abstossende Komponente der Adsorptionsenergie zu sondern suchte, gezeigt, das die erwähnte Apparatur den neu gestellten experimentellen Anforderungen nicht Genüge leistete.

Hier wollen wir noch auf einige Schwierigkeiten hinweisen, die sich bei der Benützung der erwähnten Apparatur in den Weg stellen.

Vor allem muss erwähnt werden, dass mit dieser Apparatur nur die Adsorption gesättigter Dämpfe des Adsorbendums gemessen werden kann, wogegen Messungen bei verschiedenen Drücken nicht vorgenommen werden können.

²⁾ Г. Флумиани, Ј. Руждиќ, В. Белија; Адсорпција на заситени пари на различни адсорбенти. Зборник на Филозофскиот факултет во Скопје, книга 6 (1952) №5.

³⁾ G. Flumiani, I. Ruždić; Beitrag zu Adsorptionserscheinungen in Lösungen, Jugosl. Akademie der Wiss. u. Künste, Zagreb, Bd, 261/81.1938

Das Adsorptionsgefäss verhindert angesichts seiner zylindrischen Form die Ausbreitung des Adsorbens auf einer je grösseren Oberfläche was eine Verkürzung der Adsorptionsdauer bis schliesslich das Gleichgewicht zwischen dem Adsorbens und dem Adsorbendum erreicht wird erschwert.

In der Kapillare des Hahns, die ausserhalb des Thermostats liegt, kommt es zur Kondensation der Dämpfe jedesmal, wenn der Temperaturunterschied zwischen dem Thermostat und dem Zimmer grösser wird.

Die Appratur, die G. Flumiani und I. Ruždić verwendet haben, wird auf der Abbildung 1 schematisch dargestellt.

Die Tropfflüssigkeit, deren Adsorption bezüglich ihrer gesättigten Dämpfe bei bestimmter Temperatur geprüft werden soll, lässt Tropfen für Tropfen aus dem Gefässe *D* in das Gefäss *A* tröpfeln.

Unter *B* ist das Adsorptionsgefäss zu verstehen, in welchem sich eine bestimmte Menge des Adsorbens befindet. Nach erfolgter Evakuierung füllt sich das Gefäss *B* mit gesättigten Dämpfen des Adsorbendums. Das Adsorptionsgefäss *B* ist mittels eines Hahns mit dem Vakuummeter verbunden.

Zwischen dem dreischenkeligen Vorsatz *F* und der Apparatur sind eingeschaltet das Wulfsche Gefäss *W* und die U-Röhre *E*, welche mit Baumwolle gefüllt ist.

Die Evakuierung der Apparatur erfolgt vermittels des Vorsatzes *F* (welcher mit reiner schüterer Baumwolle gefüllt ist), des Woulfischen Gefässes *W* und der U-Röhre *E*.

Nun wurden Versuche unternommen eine neue Apparatur zu konstruieren, die Erlangung solcher Experimentierungsbedingungen zum Ziele hatten, die die Arbeit an der Lösung gestellter Problematik ermöglichen wurden, vor allem aber die Messung der Adsorption nicht nur gesättigter, sondern auch ungesättigter Dämpfe bei verschiedenen Drücken ermöglichen würden.

Die Apparatur, die aus dem Jenaer Glas hergestellt und deren Hähne sorgfältig geschliffen werden müssen, ist auf der Abbildung 2 dargestellt.

Beim Verfahren mit dieser neuen Apparatur wird die Flüssigkeit, deren Adsorptionsbestimmung ihrer ungesättigten Dämpfe zu erfolgen hat, Tropfen für Tropfen aus der Mikrobirette *D* ins Gefäss *K* übertragen, und dies in grösserem oder geringerem Ausmasse, je nachdem die Messungen unter grösserem oder geringerem Druck erfolgen. Wenn es sich jedoch um gesättigte Dämpfe handelt, dann ist es verständlich, dass im Gefäss *K* nach erfolgter Gleichgewichtsherstellung eine flüssige Phase zurückbleibt.

Die Verbindungsrohre C_1 und C_2 sind sorgfältig mit geschliffenen Hähnen und zylindrischen Öffnungen vom Durchmesser 0.4 — 0.6 cm versehen.

Die Dämpfe der Tropfenflüssigkeit, die geprüft werden, verbreiten sich aus dem Gefässe *K* in die Adsorptionsgefässe A_1 und A_2 .

Im Gefässe A_1 befindet sich eine abgemessene Menge Adsorbens. Das Gefäss A_2 dient jedoch vor allem zur Bestimmung des Druckes der Dämpfe über dem Adsorbens im Gefässe A_1 .

Das Gefäss A_2 kan auch zu eventuellen Parallelmessungen dienen. Um eine womöglich noch bessere Berührung zwischen den Dämpfen und dem Adsorbens zu erreichen ist der Boden von A_1 und A_2 eben.

Damit das Gewicht der Dämpfe in den Gefässen A_1 und A_2 mit einer genügenden Genauigkeit bestimmt werden könnte, muss ihr Volumen um 250 cm betragen.

Das Gewicht der Röhre C_1 und des Adsorptionsgefässes A_1 beträgt ca 180 g, so dass ihr Gewicht auf einer analytischen Waage gemessen werden kann. Das gleiche gilt für die Verbindungsrohre C_2 und das Adsorptionsgefäß A_2 .

Die Glashähne x_1 und x_2 befinden sich im Inneren des Thermostates, wodurch eine Kondensation der Dämpfe in ihren Kapillaren verhindert wird, wenn der Temperaturunterschied zwischen dem Thermostat und dem Zimmer bedeutender wird. Die Hähne x_1 und x_2 sind mit einem Vakuummeter verbunden.

Das Gefäß K ist mit der U-Röhre verbunden, welche mit verstreuter Baumwolle gefüllt ist. Die U-Röhre hält bei wegen zu rascher Evakuierung der Apparatur misslungenen Messung Teilchen des Adsorbens zurück und schützt die Gaede-Pumpe.

Das Woulsche Gefäß ist mit dem dreischenkigen Vorsatz F verbunden, Vermittels des Hähnes V_1 wird die Apparatur mit der Gaede-Pumpe, vermittels des Hähnes V_2 mit der Wasser-Vakuum-Pumpe verbunden.

Bezüglich der Adsorptionsgefäße A_1 und A_2 , des Gefäßes K und der Verbindungsrohren C_1 und C_2 sind die Thermostatsdimensionen bestimmt.

Die Methodik⁴⁾ des Verfahrens mit dieser Apparatur unterscheidet sich keineswegs von der Methodik deren sich G. Flumiani, I. Ruždić und B. Belia bei ihrem Verfahren mit der zu Beginn dieser Beilage erwähnten Apparatur bedient haben.

⁴⁾ G. Flumiani, J. Ruždić, B. Belia; Adsorptionsergebnisse an verschiedenen Adsorbenten. Annuaire de la Faculté de Philosophie de l'Université de SKOPJE, Tome 6 (1952), No 5.