

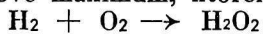
1. *Neubauer*: Zeitschr. angew. Ch. S 439 (1896).
Järvinen: Zeitschr. anal. Ch. 44, 333 (1905).
2. *E. Browning a W. Druschel*: Handbuch der analytischen Chemie III Quant. Analyse B II 194 (1940).
3. *Fresenius*: Handbuch der anorg. Chem. III Quat. Analyse B II S. 194 (1940).
4. a) *Schaffgot*: Pogg. ann 104, 482 (1857).
b) *F. A. Gooch a E. A. Eddy*: Z. d. anorg. Chem. S 4114 (1908).
5. *Fresenius* 63 S. 456 (1923).

Polarografické stanovenie kyseliny p-aminosalicylovej

NOR · ŠARPYOVÁ

V rámci chemických a mikrobiologických prác ukázala sa u nás potreba zaoberať sa otázkou kvantitatívneho stanovenia kyseliny p-aminosalicylovej za najrozličnejších podmienok. Zpomedi mnohých analytických možností polarografické stanovenie sa nám osvedčilo do tej miery, že považujeme za potrebné opísať nami vypracovanú metódu. Je síce pravda, že fyzikálno-chemické analytické metódy, napr. kolorimetrické (Newhouse a Klyne, Rindi atď), či biologické (Lewis, Smith, Ponamalle, Erdei atď) sú značne spoľahlivé, nie sú však také rýchle ako nami vypracovaná polarografická metóda.

Na polarografických krivkách vzniká pravidelne ostré, tzv. kyslíkové maximum, ktorého vznik sa vysvetľuje takto:



Výška maxima závisí na množstve absorbovaného kyslíka v roztoku. Pri normálnych polarografických stanoveniach treba toto kyslíkové maximum odstrániť, lebo môže spôsobiť analytické chyby. Robí sa to prebublávaním indiferentného plynu, napr. CO₂, H₂, najlepší je dusík. Keď chceme len potlačiť kyslíkové maximum, stačia na to bielkoviny, alkaloidy, tylóza, vysoko molekulárne organické látky a koloidy.

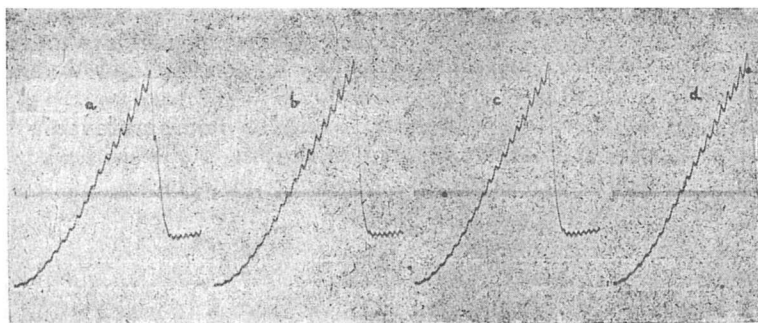
Jednou z týchto látok je aj kyselina salicylová¹⁾ a to dáva predpoklad, že jej deriváty sa budú chovať podobne. Pokúsili sme sa teda zistiť, či aj kyselina p-aminosalicylová potlačuje kyslíkové maximum a či táto závislosť sa dá analyticky zužitkovať. Ukázalo sa, že náš predpoklad bol správny. Experimentálne sme zistili, že potlačenie kyslíkového maxima je úmerné koncentrácii kyseliny p-aminosalicylovej.

Polarografické stanovenie kyseliny p-aminosalicylovej sa robí vo vodnom roztoku KCl pri pH=6. Pri tomto sa určí najprv normálne kyslíkové maximum a potom sa pravidelne pridáva ur-

číté množstvo skúmaného vodného roztoku PAS-Na. Pred každým meraním stanoví sa kalibračná krivka so známym obsahom PAS-Na.

Pri stanovení nezáleží na množstve roztoku KCl, o čom svedčí táto tabuľka:

Koncentrácia	V	citlivosť	označenie na polarograme
15 cm ³ 10 ⁻³ n KCl	4	1/40	a
20 cm ³	„		b
15 cm ³ 10 ⁻³ n KCl (zatvorená kapilára, roztok 10 min. stál)			c
15 cm ³ 10 ⁻³ n KCl (roztok s'ál 10 min. vzduch mal voľný prístup.			d



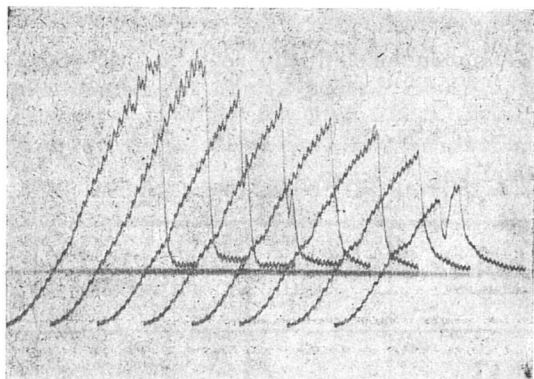
Obraz 1.

Vlastné pokusy s PAS-om:

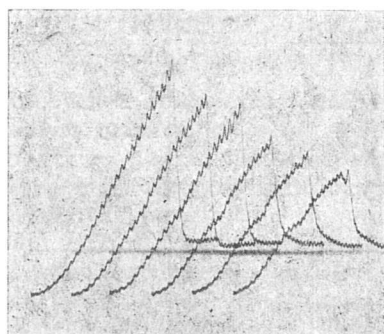
Základné kyslíkové maximum sme pozorovali v 0,001% roztoku Na-soli kyseliny p-aminosalicylovej.

V polarograme I. je prvá krivka kyslíkové maximum, ostatné sa získaly prídavkami po 0,1 cm³ 0,001% Na-PAS.

V polarograme II. je prvá krivka opäť kyslíkové maximum, ostatné sa získaly prídavkami po 0,2 cm³ 0,001% Na-PAS.



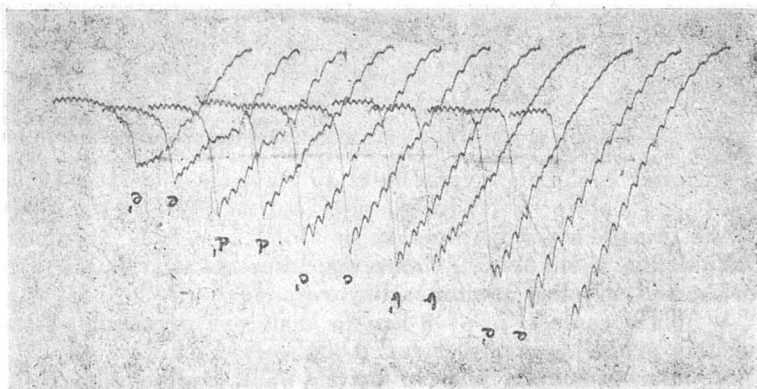
Obraz 2.



Obraz 3.

V obidvoch prípadoch je pokles kyslíkového maxima úmerný koncentrácii PAS-u. Pokusné podmienky boli rovnaké (4 V akum., 1/40 citl.)

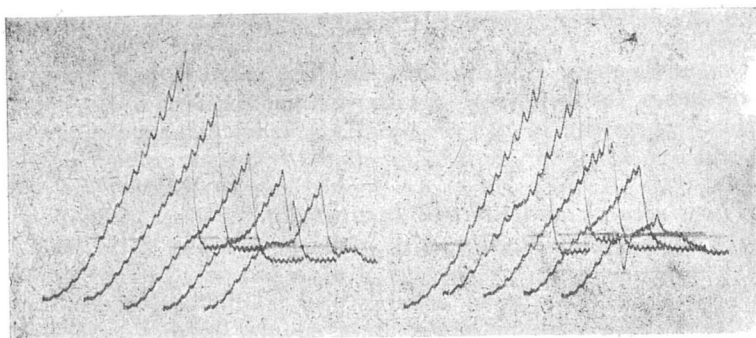
Pokusne sa zistilo, že nezáleží na dobe polarografovania t. j. či sa polarografuje ihneď po pridaní PAS-u, alebo až neskoršie.



Obraz 4.

Na polarograme vidieť, že maximá kriviek sú rovnaké (napr. bb', cc', dd', ee',) hoci b, c, d, e, atď. sa stanovily ihneď po pridaní, b', c', d', e', atď. po 5—10 minútach.

Nakoniec sme kontrolovali obsah kyseliny p-aminosalicylovej injekciách



Obraz 5.

Zriedenia sú také, aby v skúmanom i kontrolnom roztoku boli kyslíkové maximá rovnaké. Rozdiel obsahu je cca 3 mm = 6.67%.

Ako všetky analytické metódy, ani táto nie je bez metodické chyby (chyba: \pm 5—8%). Výhodou metódy je rýchlosť, jednoduchosť a najmä, že nie sú potrebné veľké množstvá skúmanej látky. Inou výhodou je, že okrem roztoku PAS-Na nepotrebuje nijaké iné chemikálie, ako je to napr. pri kolorimetrických stanoveniach. Nevýhodou metódy je, že nie je charakteristická, lebo sníženie kyslíkového maxima spôsobujú hocktoré oxydácie schopné látky (napr. kys. askorbová atď.) Merania sú spoľahlivé len

čistých preparátoch (injekcie alebo tabletky), ktoré neobsahujú nijaké povrchové aktívne látky. Stanovenie v krvi alebo v inom biologickom materiále nie je v tejto úprave možné a potrebuje ešte ďalšie štúdium.

Súhrn.

Pokusne sa zistilo, že:

1. výška kyslíkového maxima nezávisí na množstve roztoku KCl ani na tom, ako dlho tento roztok stojí,
2. prídavok PAS-Na do roztoku KCl snižuje úmerne výšku kyslíkového maxima,
3. potlačovacia schopnosť roztoku PAS-Na nezávisí na dobe.

Došlo 19. decembra 1944.

Výskumný a kontrolný ústav Lučobných a farmaceutických závodov, n. p. Bratislava.

S u m m a r y

N. Šarpyová: *Polarographic determination of p-aminosalicylic acid.*

It has been found experimentally, that:

1. the height of the oxygen maximum does not depend either on the amount of the KCl solution, or how long this solution stands.
2. The addition of PAS-Na into the KCl solution proportionally decreases the height of the oxygen maximum.
3. the suppressing ability of the PAS-Na solution does not depend on time.

Received December 9, 1949.

*The Research and Control Institute of
the Chemical & Pharmaceutical Works,
National Corporation, Bratislava.*

Literatúra:

1. *Heyrovský J.: Polarographisches Praktikum (1949), str. 78.*

Výroba syntetických korundů a jejich použití v praxi*

JAN KAŠPAR

Již na úsvitu lidské civilizace, v době kamenné, byl kámen nepostradatelnou součástí existence člověka. Tato doba, trvající mnoho tisíciletí, umožnila vývoj až ke stupni poznání kovů. Časový odstup, který nás odděluje od konce doby kamenné, je celkem nepatrný ve srovnání s celým vývojem člověka, neboť v hrubých rysech skončila tato doba na naší zemi až v 16. století, kdy na obou pevninách amerických zastihli španělsí dobyvatelé v plném rozkvětu kulturu kamennou. Přísně vzato, lze ještě dnes najít u některých primitivních národů stopy doby kamenné.

Počátek nového uvědomělého zájmu o kameny s hlediska technického spadá do doby začínajícího rozvoje exaktního myšlení ve vědách přírodních, t. j. do začátku 18. století. Tehdy, r. 1744, byly použity po prvé nekovové průvlaky pro tažení drátů, o nichž se lze domnívat, že byly základem pro vznik hodinkových ložisek, která v polovině 18. století (mezi 1757—1770) byla sestrojena Harrisonem. Od té doby prudce stoupá zájem o technické kameny a sklo. Počátek moderního používání ložisek byl dán v r. 1821 Coulombem, který sestrojil ložiska z granátu, achátu, křišťálu a skla. I když tyto prvopočátky užití kamenů v technické praxi jsou velmi zajímavé, je nemožné v této přednášce se jimi zabývatí dopodrobna.

* Přednesené 24. januára 1950 na členskej schôdzke Čs. keramickej a sklárskej spoločnosti v Bratislave.