

heranreifen, legen davon Zeugnis ab, wie wertvoll diese Verbindung von Wissenschaft und Industrie ist.

Umfassender Blick, rasches Zugreifen bei neuen Ideen und Initiative sind die notwendigen Grundlagen, die einen Mann in dieser verantwortungsreichen Stellung auszeichnen müssen. Ammelburg besitzt sie in reichem Maße. Und so wünschen wir ihm, daß es ihm vergönnt sein möge, noch lange Zeit an der Genesung der Heimat von den Schlägen des Schicksals mitzuwirken und sich mitzufreuen am Neuaufbau des großen deutschen Vaterlandes, das ihn mit dankbarem Stolz als einen wertvollen Sohn sein eigen nennt. Lautenschläger.

Nachtrag des Schriftleiters: Aus eigener mehrjähriger Erfahrung kann ich bestätigen, wieviel die pharmazeutische und chemotherapeutische Industrie Direktor Dr. med. h. c. Dr. Ammelburg zu verdanken hat. Prof. Dr. Lautenschläger, als einer seiner Mitarbeiter, gibt in vorstehendem Aufsatz ein Bild, das nicht nur als eine persönliche Ehrung des Gefeierten, sondern auch als ein willkommener Beitrag zur Geschichte der deutschen chemischen Industrie zu werten ist, weil daraus hervorgeht, wie sehr der Bestand unserer Industrie von dem Wirken der Männer abhängt, die wie Ammelburg nach Veranlagung, Vorbildung und Lebensgang aus der besten Zeit deutschen chemischen Schaffens stammen.

A. Binz.

## Neue Ultrafiltergeräte.

Von H. BECHHOLD und L. GUTLOHN.

Aus dem Institut für Kolloidforschung zu Frankfurt a. M.

(Eingeg. 15./5. 1924.)

Die Ultrafiltration ist ein Verfahren, welches weder im Laboratorium noch in der Industrie bisher die Anwendung erfahren hat, deren es in Anbetracht seiner zahlreichen Verwendungsmöglichkeiten fähig wäre. Die Ultrafiltration wurde ursprünglich zu rein wissenschaftlichen Zwecken geschaffen<sup>1)</sup>, um Kolloide von ihrem Lösungsmittel und von Kristalloiden zu trennen, sowie um Kolloide verschiedener Teilchengröße zu fraktionieren. Sie erbrachte damals den Nachweis, daß auch Lösungen solcher Stoffe, die man später als hydrophile Kolloide bezeichnete, wie z. B. Albumin, Kieselsäure usw., die im Ultramikroskop homogen erscheinen, zweiphasische Systeme sind.

Der Grund für die nur geringe Anwendung der Ultrafiltration liegt darin, daß die bisherigen Methoden entweder zu wenig leistungsfähig oder viel zu umständlich sind; dies gilt sowohl für die Niederdruck- wie die Hochdruckultrafiltration. In die Kritik der bisherigen Einrichtungen für Ultrafiltration will ich nicht eintreten; jedem, der damit zu tun hat, sind die Mängel bekannt, und die andern wurden meist durch die Unhandlichkeit der Apparatur abgeschreckt.

Gäbe es einfache, leistungsfähige Vorrichtungen, so würden sie sich zahlreiche Anwendungsgebiete erobern: im analytischen Laboratorium würden die zahlreichen Fälle vermieden, in denen der Niederschlag trotz gehärteter Filter durch das Filter läuft oder infolge der schleimigen Beschaffenheit der Filtration die größten Schwierigkeiten bereitet. In der präparativen Praxis könnte die Einengung von Kolloiden ohne Vakuumverdampfung erfolgen, die zeitraubende Dialyse, welche besonders für keimempfindliche Substanzen eine ständige Gefahrenquelle bildet, würde vermieden, eine viel feinere Fraktionierung komplizierter Substanzgemische wäre

möglich. All dies gilt nicht nur für den Kleinbetrieb. Aber nicht bloß ausgesprochene Kolloide, sondern auch flüssige Emulsionen lassen sich leicht durch Ultrafiltration trennen. Sie ist ferner keineswegs auf die wässrigen Lösungen beschränkt. — Noch ein Vorteil sei angedeutet: haben die abzufiltrierenden Stoffe eine Dispersität, welche sich den Dimensionen der Filterporen nähert, so verstopfen sich die Filter sehr rasch; dies wird häufig vermieden, wenn man Filter mit geringerer Porenweite verwendet: nämlich Ultrafilter.

Ein besonderer Vorzug wäre es natürlich, wenn es möglich wäre, Vorrichtungen zu schaffen, welche diese Vorzüge auch dem Großbetrieb zugute kommen lassen. Auf eine wichtige wirtschaftliche Seite der Frage sei hier hingewiesen: Zur Trennung einer Substanz von ihrem Lösungsmittel bedient man sich heute meist der Destillation, d. h. man führt Wärme (das ist Kohle) zu, die man nur in den seltensten Fällen bei der Kondensation der Destillate wiedergewinnt. Auch bei der Vakuumdestillation müssen wir Energie zum Maschinenbetrieb aufwenden, die verloren ist. Gäbe es Filter, welche die gelöste Substanz vom Lösungsmittel trennen, so wäre die Trennung theoretisch ohne praktischen Energieverlust erreicht. Filtration ist theoretisch die wirtschaftlichste Trennung einer Substanz von ihrem Lösungsmittel. Das Verfahren ist nur durchführbar bei Lösungen von Kolloiden und bei Emulsionen. Es handelt sich also darum, zu prüfen, inwieweit dieses theoretische Verfahren durchführbar ist.

Seit mehreren Jahren hat sich daher das „Institut für Kolloidforschung“ zu Frankfurt a. M. die Aufgabe gestellt, eine einfache und leistungsfähige Methode zu schaffen, welche die gekennzeichneten Forderungen erfüllt und vielseitiger Anwendung fähig ist.

Dazu waren zwei voneinander unabhängige Aufgaben zu lösen:

1. Eine einfache und allen Erfordernissen entsprechende Apparatur zu schaffen;
2. ein geeignetes Imprägnationsmittel zu finden.

### Ultrafiltergeräte nach Bechhold-König.

Als geeignete Geräte schwebten dem ersteren von uns poröse keramische Massen vor, die der Ultrafiltermembran als Unterlage dienen sollten. Für die Laboratoriumspraxis konnten diese die Form von Tiegeln, Schalen, Nutschen, Ballonfiltern bekommen, für den Großbetrieb mußte man an Platten und ballonförmige Filter denken, die in beliebigen Dimensionen herstellbar wären und in Serien geschaltet werden könnten.

### Laboratoriumsgeräte.

Für die analytische Praxis erschien es als besonderer Vorteil, wenn sich die Geräte den gebräuchlichen Formen anschließen. Die Tiegel usw. sollten als Wägebälter dienen, in dem alle vorbereitenden Behandlungen der Wägesubstanz (Auswaschen, Trocknen, Veraschen) vorgenommen werden konnten. Das Material wußte auch beim Druck der Wasserstrahlluftpumpe die genügende Stütze zu bieten; seine Durchlässigkeit war von entscheidender Bedeutung, da von ihr die Filtriergeschwindigkeit weitgehend abhängig ist; Unlöslichkeit in den üblichen Lösungsmitteln, sowie Widerstandsfähigkeit gegen hohe Temperaturen sind weitere selbstverständliche Bedingungen, zu denen noch möglichste Unempfindlichkeit gegen mechanische Insulte kommt, wie man sie von einem geeigneten Wägebälter fordern muß.

<sup>1)</sup> Bechhold, Kolloidstudien mit der Filtrationsmethode, Z. phys. Ch. 60, 257—318 [1907].

Vorversuche von Bechhold und Hebler zeigten, von welcher Wichtigkeit es ist, die aktive Filterfläche möglichst groß zu gestalten, d. h. die Ultrafiltermembran auf einer möglichst großen, porösen Unterlage auszubreiten. Wir ließen Tiegel mit porösem Boden in der Art der Goochtiegel anfertigen, die mit einer Ultrafiltermembran bedeckt wurden. Die Ultrafiltration gelang an der Wasserstrahlpumpen, doch war die Geschwindigkeit ungenügend. Als wir dann die ganze innere Tiegelfwand mit einem porösen Gipsolster auskleideten, dem wir die Ultrafiltermembran auflagerten, ergaben sich auch in bezug auf Filtrationsgeschwindigkeit überraschend gute Resultate.

Natürlich war nicht daran gedacht, bei Gips oder dgl. zu bleiben; diese Vorversuche zeigten uns nur den Weg, den wir zu gehen hatten: Wir brauchten auf Grund derartiger Versuche poröse Tiegel, Schalen usw., die innen unglasiert und außen glasiert sind, soweit sie aus dem Vakuum herausragen. Trotzdem wir mit mehreren Fabriken in Verbindung traten, gelang es uns nicht, Geräte hergestellt zu bekommen, die unseren Forderungen genügten: teils waren die Gefäße zu dickwandig, so daß sie zu viel Flüssigkeit aufsaugten, teils zu unbeständig gegen hohe Temperaturen oder gegen Druck usw. Erst als Prof. Dr. König, der technische Direktor der Staatl. Porzellanmanufaktur, Berlin, es unternahm, die Geräte anzufertigen, wurden unsere Bedürfnisse erfüllt. Wir müssen Herrn Prof. König besonders dankbar sein für das unermüdliche Interesse, mit dem er auf alle unsere Wünsche einging<sup>2)</sup>. Die Masse ist, wie die späteren Daten ergeben, sehr porös, hält den Druck an der Wasserstrahlpumpen (also fast eine Atmosphäre) bei den üblichen Formen aus und ist unempfindlich gegen Temperaturen. Gewisse Vorsichtsmaßnahmen wird man natürlich beachten müssen: Auf die Tulpe oder den Trichter an der Saugflasche soll das Gerät nicht schief aufgesetzt werden, damit der Druck gleichmäßig ist, und beim Glühen soll der Tiegel usw. vorgetrocknet sein, auch ist kalter Luftzug zu vermeiden.

Von solchen Geräten sind hergestellt: Tiegel. Sie haben die Form der üblichen Glühtiegel und dienen hauptsächlich analytischen Zwecken. Sie werden auf eine „Tulpe“, wie ein Goochtiegel, auf die Saugflasche gesetzt und abgesaugt. — Schalen. Diese haben die Form der üblichen Porzellanabdamfeschalen und besitzen eine große aktive Filterfläche. Wie jene zum Einengen von Lösungen auf die Flamme oder das Wasserbad gesetzt werden, so setzt man unsere „Ultrafilterschalen“ auf einen Glastrichter, dichtet mit einem Gummiring (Weckring) ab und saugt das Lösungsmittel in die Saugflasche. — Als sehr praktisch erweisen sich zylindrische Schalen (Nutschen), ähnlich dem Oberteil eines Büchner-Trichters, die man auf einen Porzellantrichter setzt, gegen den sie mit Gummiring abgedichtet werden. Sie dienen ebenfalls für präparative Zwecke. — Von den Ballonfiltern kommen mehrere Formen in den Handel (solche mit längerem und kürzerem Hals). Sie lassen sich in allen Dimensionen herstellen: Wir haben solche von wenigen Kubikzentimetern Inhalt bis zu etwa 1,6 l; auch sollen solche bis zu 50 l Inhalt angefertigt werden. — Sie werden wie ein Pukall-Filter in ein Gefäß getaucht, welches die zu filtrierende Lösung enthält; durch den Hals wird mit einem Glasrohr abgesaugt. Ab-

<sup>2)</sup> Die Geräte kommen in den Handel unter dem Namen „Ultrafiltergeräte nach Bechhold-König“. Sie werden hergestellt von der Staatlichen Porzellanmanufaktur, Berlin NW 23, Wegelystraße.

gesehen von dem bekannten Vorzug einer besonders großen Filterfläche bieten sie den Vorteil, daß man bei jeder gewünschten Temperatur filtrieren kann; das äußere Gefäß, welches die zu filtrierende Flüssigkeit enthält, kann von außen beliebig erhitzt oder gekühlt werden.

Es bietet natürlich keinerlei Schwierigkeit, durch geeignete Rührer die Flüssigkeit während der Ultrafiltration zu bewegen.

Besonders leicht läßt sich mit allen diesen Geräten steril arbeiten.

#### Die Ultrafiltermembran.

Um eines der genannten Geräte zu einem Ultrafilter zu machen, muß es mit einer Membran überzogen werden, dies kann mit Collodium oder Eisessigcollodium (Collodiumwolle gelöst in Eisessig; zu der Lösung kommt am besten ein Zusatz von 25 g  $K_2CO_3$  auf je 100 g Collodiumwolle) geschehen<sup>3)</sup> oder man benutzt eine Ultrafilterlösung, die auf Grund später zu veröffentlichender Untersuchungen hergestellt und den beiden erstgenannten Lösungen überlegen ist.

#### Die Imprägnation.

Wir wollen sie an einem Tiegel beschreiben. Bei den anderen Geräten geschieht es mutatis mutandis ebenso.

Der Tiegel wird mit der „Imprägnierlösung“ gefüllt (Luftblasen sind zu vermeiden) und diese gleich wieder in das Aufbewahrungsgefäß zurückgezogen. Den Überschuß läßt man unter Neigen und ständigem Drehen des Tiegels gut abtropfen. Dann taucht man den Tiegel mit einem Ruck in Wasser, wodurch die Imprägnierlösung koaguliert wird. Hat man mit Eisessigcollodium oder unserer „Ultrafilterlösung“ imprägniert, so kann man den Tiegel sofort benutzen, wenn man — sofern es nötig ist — die Essigsäure entfernt. Dies geschieht, indem man einige Male Wasser durchsaugt, dem man beim drittenmal einige Tropfen Ammoniak oder Natronlauge beifügt.

Je konzentrierter die Imprägnierlösung ist, um so dichter ist das Ultrafilter, d. h. um so kleiner ist, unter sonst gleichen Verhältnissen, die Durchlaufgeschwindigkeit für Wasser, und um so geringer ist die Durchlässigkeit für Kolloide.

Bei Änderung der Konzentration des Imprägniermittels unter sonst gleichen Bedingungen wurden mit verschiedenen Geräten z. B. folgende Durchlaufgeschwindigkeiten für Wasser erzielt:

Durchlaufgeschwindigkeit pro Stunde:

Tiegel imprägniert mit Eisessigcollodium von:

Nicht imprägniert	1%	2%	2,5%	5%	6%
2000 ccm	660 ccm			140 ccm	110 ccm
760 "	690 "		400 ccm		
870 "	680 "	280 ccm		120 "	

Maßgebend für die Durchlaufgeschwindigkeit ist also vor allem die Ultrafiltermembran und nur in geringerem Maße die Porosität des Geräts.

Die Durchlaufgeschwindigkeit für eine 1‰-Collargollösung betrug pro Stunde:

Nicht imprägniert für Wasser	1%	2%	2,5%	5%	6%
2000 ccm	700 ccm rbr			140 ccm fbl	150 ccm fbl
760 "	500 " hbr		460 ccm fbl		
870 "	540 "	" 240 ccm fbl			
	rbr = rotbraunes Ultrafiltrat				
	hbr = hellbraunes "				
	fbl = farbloses "				

<sup>3)</sup> Die Chemische Fabrik auf Aktien vorm. E. Schering, Berlin N 39, Müllerstraße 170/171, liefert die fertige Lösung.

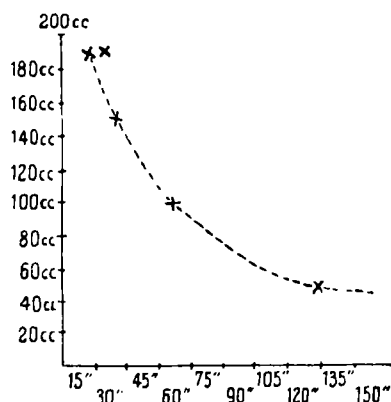
Nun zeigt sich, daß die Durchlaufgeschwindigkeit und die Durchlässigkeit der imprägnierten Geräte nicht nur von der Konzentration oder sonstigen Beschaffenheit des Imprägniermittels abhängig ist, sondern auch von sonstigen Umständen, von denen hier einige angeführt seien.

Von erheblichem Einfluß ist es, wenn man den Tiegel mit dem Imprägniermittel nicht bloß ausgießt, sondern das Imprägniermittel verschieden lange Zeit durch den Tiegel durchsaugt und erst dann koaguliert.

Bei einem mit 5%igem Eisessigcollodium imprägnierten Tiegel betrug die Durchlaufgeschwindigkeit für Wasser pro Stunde:

Imprägnier- lösung	15"	30"	60"	120"	lang durch gesaugt
	195 ccm	144 ccm	100 ccm	60 ccm	

Die Gesetzmäßigkeit des Einflusses der Durchsaugzeit auf die Durchlaufgeschwindigkeit wird durch die kurvenmäßige Darstellung der vorstehenden Tabelle verdeutlicht:



Die Durchlaufgeschwindigkeit und die Durchlässigkeit eines Ultrafilters läßt sich unter sonst gleichen Bedingungen auch dadurch beeinflussen, daß man die Geräte vor der Imprägnation mit Wasser tränkt. Am besten saugt man vor dem Imprägnieren durch das Gerät, etwa den Tiegel, so lange Wasser durch, bis der letzte Tropfen abgetropft ist; dann befinden sich in den Tiegelporen feine Wasserhäutchen, die das eindringende Imprägniermittel teilweise koagulieren und so eine schwammig strukturierte Unterlage für die an der inneren Tiegelwand erzeugte Membran bilden.

Durchlaufgeschwindigkeit für Wasser pro Stunde:

nicht imprägniert	trocken	feucht	imprägniert
770 ccm	33 ccm	96 ccm	

Bei sehr verdünnten Imprägniermitteln kann jedoch dieser Unterschied in der Durchlaufgeschwindigkeit verschwinden, dafür aber der Unterschied in der Durchlässigkeit deutlich hervortreten.

Ein mit 1%igem Eisessigcollodium imprägnierter Tiegel zeigte für eine 1‰-Collargollösung folgende Durchlaufgeschwindigkeit pro Stunde:

nicht imprägniert für H <sub>2</sub> O	trocken	feucht	imprägniert
770 ccm	550 ccm farblos	540 ccm hellbraun	

Statt des vorherigen Tränkens mit Wasser kann man die Geräte aber auch mit einem Lösungsmittel der Membranmaterials vorher benetzen, etwa Durchsaugen von Eisessig. Die Resultate sind ähnlich wie die beim Durchsaugen mit Wasser geschilderten.

Die Zeitdauer zwischen Imprägnation und Koagulation ist ebenfalls von Bedeutung für die Beschaffenheit des Ultrafilters. Ebenso wie man erst aus der Erfahrung lernt, welches Filter für einen bestimmten Zweck das geeignetste ist, so weiß man auch

sehr bald, wie man sich ein bestimmtes Ultrafilter rasch ausgießt.

Wichtig ist ferner die Nachbehandlung des imprägnierten Geräts. Je länger man es nach dem Koagulieren in Wasser liegen läßt, um so dichter wird die Membran.

#### Anwendungen.

Einige Beispiele mögen die Leistungsfähigkeit der Tiegel erläutern.

Durch einen imprägnierten porösen Tiegel von 50 ccm Inhalt konnten in einer Stunde folgende Mengen kolloider Lösungen ultrafiltriert werden:

	Ultrafiltrat:
Berlinerblausol 1‰	1700 ccm Farblos
Collargollösung 1 pro mille	1500 „
Hämoglobinslösung 5‰	80 „

Diese Zahlen erweisen am besten die außerordentliche Leistungsfähigkeit der verwendeten Ultrafilter.

Das analytische Arbeiten mit einem Tiegel gestaltet sich folgendermaßen: Der Tiegel wird nach dem Ausglühen gewogen, hierauf in beschriebener Weise imprägniert und die zu analysierende Lösung durchultrafiltriert. Da die Membran überall auf der porösen Masse aufliegt, wird die gesamte Innenfläche des Tiegels zur Filtration benutzt, wodurch erhebliche Filtrationsgeschwindigkeiten erreicht werden können. Nach Beendigung der Filtration wird nachgewaschen und schließlich der Rückstand trocken abgesaugt. Hierauf wird der Tiegel noch kurze Zeit im Trockenschrank getrocknet und nach Bedarf gegläht, wobei die von uns verwendete Ultrafiltermembran aschefrei, allmählich und ruhig verbrennt. Nach dem Ausglühen wird der Tiegel samt Inhalt wieder gewogen und ergibt das Analysenresultat. So können alle notwendigen analytischen Operationen in ein und demselben Tiegel vorgenommen werden, nach dem Ausglühen des Tiegels und Entfernung des geglähten Rückstandes kann der Tiegel sofort wieder gewogen, imprägniert und benutzt werden. Abgesehen von der Filtration sonst schwer filtrierbarer Niederschläge wie Bariumsulfat, mit Schwefelwasserstoff gefällter Metallsulfide usw. können alle kolloid gelösten Stoffe durch Ultrafiltration von ihrem Lösungsmittel getrennt und sofort im selben Tiegel die Menge quantitativ analytisch bestimmt werden.

Selbstverständlich müssen für die Ultrafiltration verschiedener Lösungen auch verschiedene Ultrafiltermembranen verwendet werden, die sich untereinander durch verschiedene Dichte unterscheiden.

Einige Analysen seien hier zur Orientierung angeführt. In einer Bariumsalzlösung wurde das Barium mit Natriumsulfatlösung gefällt, durch einen imprägnierten Tiegel filtriert, gewaschen und im Tiegel gegläht. Das Filtrieren und erschöpfende Auswaschen nahm 8 Minuten in Anspruch. Da die Membran ohne Verpuffen und vollkommen aschefrei verbrennt, genügen zwei Wägungen.

leerer Tiegel	19,2226 g
+ BaSO <sub>4</sub>	19,2318 g
BaSO <sub>4</sub>	<u>0,0092 g (gef.) 0,0093 g (ber.)</u>

Eine sehr verdünnte alkalische Lösung von Aluminiumhydroxyd wurde durch einen Tiegel ultrafiltriert und das vorhandene Aluminium durch

\*) Bisher nahm man an, daß für die Ultrafiltration von Albumin, Hämoglobin, Glutin und dergleichen hydrophilen organischen Kolloiden nur die Hochdruck-Ultrafiltration in Betracht komme. Die Versuche haben erwiesen, daß mit den neuen Ultrafiltergeräten sich auch diese Kolloide rasch und sicher an der Wasserstrahlpumpen ultrafiltrieren lassen. Einige Arbeiten aus dem Institut für Kolloidforschung werden dies noch eingehender erweisen.

Glühen im Tiegel als  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bestimmt. Das Filtrieren und Auswaschen nahm 6 Minuten in Anspruch.

leerer Tiegel	19,0056 g	
+ $\text{Al}_2\text{O}_3$	10,0076 g	
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,0020 g (gef.)	9,0021 g (ber.)

Bei Lösungen von Ferrichlorid und Aluminiumchlorid konnte die durch Hydrolyse gebildete, aktuell vorhandene Menge von  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  oder  $\text{Al}(\text{OH})_3$  leicht und rasch festgestellt werden, indem man die  $\text{FeCl}_3$ - oder  $\text{AlCl}_3$ -Lösungen durch eine für die Hydroxyde undurchlässige Membran ultrafiltriert und gleich im Tiegel die Menge des zurückgehaltenen Fe oder Al bestimmte. Zur Kontrolle wurde eine Eisen- oder Aluminiumbestimmung im Ultrafiltrat vorgenommen und die Summe stimmte stets gut mit den Werten überein, die die Gesamtanalyse in der ursprünglichen Lösung ergab.

$\text{Fe}(\text{OH})_3$ Fe am Ultrafilter	0,0023 g	
$\text{FeCl}_3$ Fe im Ultrafiltrat	0,2537 g	
Gesamt Fe	0,2560 g (gef.)	0,2562 g (ber.)
$\text{Al}(\text{OH})_3$ Al am Ultrafilter	0,0027 g	
$\text{AlCl}_3$ Al im Ultrafiltrat	0,3131 g	
Gesamt Al	0,3158 g (gef.)	0,3155 g (ber.)

Wie aus diesen Beispielen ersichtlich, läßt sich auch bei ziemlich konzentrierten Lösungen die Hydrolyse rasch und bequem mit genügender Exaktheit feststellen.

In einer sehr verdünnten Collargollösung wurde das Ag quantitativ bestimmt. Die Lösung wurde in zwei gleiche Teile geteilt, ein Teil wurde am Wasserbade abgedampft, im Trockenschrank getrocknet und geglüht; der andere Teil wurde durch einen Ultrafiltertiegel von 50 cm Inhalt bis zur Trockene abgesaugt, im Trockenschrank getrocknet und geglüht. Da das Trocknen und Glühen in beiden Fällen gleiche Zeit in Anspruch nimmt, wurde nur die Zeit des Abdampfens oder Ultrafiltrierens bestimmt.

Probe A: zur Trockne ultrafiltriert in 18 Min. 0,3320 g Ag  
 „ B: „ „ abgedampft in 4 Std. 50 Min. 0,3317 g Ag

Die gefundenen Analysenwerte stimmen gut überein. Neben der enormen Zeitersparnis bei der Ultrafiltration muß aber auch die erhebliche Ersparnis an Gas bei der Analyse in Betracht gezogen werden.

Am Beispiel des Collargols wollen wir noch die Möglichkeit erörtern, auch dispersoidanalytische Trennungen auf einfache Weise vorzunehmen. Wählt man ein Imprägniermittel, das die kolloiden Ag-Teilchen des Collargols zurückhält, aber den Eiweißschützer durchläßt, so kann man in kurzer Zeit (einige Minuten) den Schützer soweit auswaschen, daß die kolloiden Silberteilchen nunmehr ohne Schützer in Wasser unlöslich am Boden des Tiegels bleiben, während der Schützer im Ultrafiltrat leicht analytisch bestimmt werden kann.

Häufig ergibt sich die Aufgabe, an größeren Mengen kolloider Lösungen Verunreinigungen durch Ultrafiltration möglichst rasch zu entfernen, so z. B. Eisenhydroxydsol von Eisenchlorid oder Eiweißlösung von Elektrolyten zu befreien. Alle diese präparativen Ultrafiltrationen lassen sich sehr rasch und einfach mit den verschiedenen Geräten ausführen.

Welche Mengen sich mit den Ballon-Ultrafiltergeräten bewältigen lassen, ergibt sich aus folgendem:

Durch ein Ballon-Ultrafilter von 1,6 l Inhalt wurden in einer Stunde 15 l farblores Filtrat erzielt.

Über Ultrafiltrationen von Kolloiden in wässrigen und nichtwässrigen Lösungsmitteln, sowie über Elektro-Ultrafiltration wird in einer Reihe

von Untersuchungen aus dem „Institut für Kolloidforschung“ später berichtet werden.

### Die Reinigung der Geräte.

Alle verwendeten Modelle sind leicht zu reinigen. Man trocknet sie zuerst und glüht dann vorsichtig aus unter Vermeidung von kaltem Luftzug. Unverbrennbare Bestandteile (Eisenoxyd, Silber usw.) sind mit einem geeigneten Lösungsmittel herauszulösen. Hat man nur organische Substanzen auf dem Gerät, so erwies sich das Einlegen in Chromschwefelsäure als recht zweckentsprechend.

Wir möchten nicht versäumen, der „Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft“ für die Unterstützung zu danken, welche die Durchführung dieser Untersuchung ermöglichte.

**Zusammenfassung.** Es werden die Ultrafiltergeräte nach Bechhold-König beschrieben. Es sind dies Tiegel, Schalen, Nutschen, Ballonfilter aus einer porösen, in bestimmter Weise glasierten keramischen Masse. Sie werden durch Übergießen mit einer Ultrafiltermembran versehen, auf einer Saugflasche vermittels der Wasserstrahlluftpumpe angesaugt und dienen für Ultrafiltrationen zu analytischen und präparativen Zwecken; die Ballon-Ultrafiltergeräte vermögen große Flüssigkeitsmengen zu bewältigen. [A. 99.]

## Miszellen aus meiner explosiv-chemischen Tätigkeit der letzten Jahre.

Von LOTHAR WÖHLER, Technische Hochschule Darmstadt.

(Eingeg. 17./6. 1924.)

### 2. Die Oppauer Explosion von Ammonsulfatsalpeter<sup>1)</sup>.

Bekanntlich ist am 21. September 1921 ein Lagerraum des Oppauer Werkes der Badischen Anilin- und Soda-Fabrik mit 4000 t Ammonsulfatsalpeter explodiert, wobei ein großer Teil des Werkes, besonders im Südwesten, wo sich der Silo befand, und ein gut Teil des Dorfes Oppau, soweit es, nach Nordosten gelegen, den Explosionsstoß aufzufangen hatte, zerstört wurde. Insbesondere sind dabei 565 Personen umgekommen, zahlreiche verletzt. Der explodierte Lagerraum, der eine Fläche von  $60 \times 30$  m bedeckte, hatte einem ungeheuren Trichter Platz gemacht von  $125 \times 90$  m und 19 m Tiefe. Ein See ist durch das eindringende Grundwasser hier entstanden. Der explodierte Silo Op. 110 war übrigens nur relativ klein, ein anderer Silo hat  $165 \times 30$  m bei 40 m Höhe, ein Leunaer Silo hat gar  $345 \times 55$  m Grundfläche. Sie bergen demgemäß riesenhafte Mengen an Stickstoffdünger, weil er im allgemeinen nur zweimal im Jahr, im Frühjahr und Herbst, angefordert wird, wie das in der Natur der Sache liegt, und dafür während des Produktionsjahres aufgespeichert werden muß.

Die Landwirtschaft braucht Salpeter als leichtest assimilierbare Stickstoffform, nicht nur weil sie vielleicht etwas zu sehr gerade an Salpeter gewöhnt ist. Die Herstellung von Natronsalpeter, etwa nach dem im Kriege notwendig gewesen Verfahren aus Soda, wird man bei der Knappheit an Soda als zweckwidrig ablehnen. Andererseits ist sowohl die Herstellung von Ammonsalpeter aus den Rohstoffen, Luft und Wasser, wie die von Ammonsulfat aus Gips relativ einfach und unserer wirtschaftlichen Lage gemäß, so daß in dem hälftig Sulfat und Nitrat enthaltenden Ammonsalz der Wirtschaft am besten gedient war.

<sup>1)</sup> 1. Abhandlung Z. ang. Ch. 36, 85 [1923].