

Analytisch-technische Untersuchungen.

Zur Bestimmung des Wassergehalts in Leim und Gelatine.

Von E. SAUER und H. DILLENIUS,

Laboratorium für anorgan. Chemie und anorgan.-chem. Technologie der Techn. Hochschule Stuttgart.

(Eingeg. 3. April 1929.)

Der Wassergehalt der Leimsubstanz in lufttrockenem Zustand erreicht beträchtliche Werte, er steht im Gleichgewicht mit dem Wasserdampfdruck der umgebenden Luft und ändert sich mit letzterem. Diese Erscheinung ist auf die Art des Feinbaus des Leimgels zurückzuführen.

Eine zuverlässige Bestimmung des Wassergehaltes der Leimsubstanz ist mit beträchtlichen Schwierigkeiten verknüpft, da die vollständige Wasserabgabe nur bei einer weitgehenden Zerkleinerung erfolgt, und da eben bei dieser Zerkleinerung schon ein Verlust wesentlicher Wassermengen zu erwarten ist. Außerdem ist zu beachten, daß der Wassergehalt auf den Querschnitt einer Leimtafel recht verschieden verteilt ist, so daß nur bei Entnahme einer guten Durchschnittsprobe brauchbare Werte erhalten werden.

Nach Schlesinger¹⁾ führt man die Wasserbestimmung in der Weise durch, daß man die zu untersuchende Leimtafel zerschlägt und von den Bruchstellen einige Gramm der Substanz abschneidet. Diese wird im Trockenschrank während mehrerer Stunden bei 105° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Von anderen Autoren werden weitere Methoden zur Bestimmung des Wassergehalts auf ähnlichem Wege angegeben, die sich meist nur in der Art der Vorbereitung der Probe voneinander unterscheiden. Von einigem Interesse ist das Verfahren von J. Fels²⁾, welches auf einer stufenweisen Entwässerung beruht. Zunächst wird eine größere Probe, am besten eine oder mehrere Leimtafeln, grob zerkleinert und einige Stunden bei 110° getrocknet, und die Wasserabnahme festgestellt. Von der vorgetrockneten Gesamtmenge wird ein Durchschnittsmuster entnommen und im Mörtel pulverisiert. Die Entwässerung läßt sich bei dem teilweise getrockneten Material wesentlich leichter erreichen als mit der ursprünglichen Substanz. Eine kleine Probe des fein pulverisierten Materials wird weiter bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Der Gesamtwassergehalt ergibt sich durch Addition der auf Prozent umgerechneten Gewichtsverluste der beiden Trockenoperationen. Auch dieses Verfahren wird keine völlig einwandfreien Ergebnisse liefern, da sich der Wassergehalt der Probe bei der zweiten Zerkleinerung durch Wiederaufnahme von Wasser aus der Luft sicherlich ändert.

Um von diesen unvermeidlichen Fehlerquellen unabhängig zu werden, wurde mehrfach der Vorschlag gemacht, aus einer größeren Durchschnittsprobe des zu untersuchenden Leims eine Lösung herzustellen und eine genau abgemessene Teilmenge dieser Flüssigkeit zur Bestimmung des Trockengehalts zu verwenden.

Ein solches Trockenverfahren, bei welchem die gelöste Leimsubstanz als Ausgangsmaterial dient, finden wir zum erstenmal von Woy beschrieben. Er löst 50 g der trockenen Leimsubstanz in heißem Wasser auf, spült die Lösung in einem Liter-Meßkolben und füllt schließlich mit warmem Wasser bis zur Marke auf. Mit einer

Pipette werden 25 ccm entnommen, in einer Platinschale eingedampft und bei 110° getrocknet. In drei Stunden soll die Gewichtskonstanz eingetreten sein.

Schlesinger³⁾ verfährt ähnlich, er mißt jedoch die Leimlösung mit einer Bürette ab, die von einem auf 30° erwärmten Heizmantel umgeben ist.

Auch F. Baum umgeht die Schwierigkeiten, die sich bei der Zerkleinerung der Leimtafeln einstellen, indem er aus dem zu untersuchenden Material eine Leimlösung bzw. ein Leimgel herstellt und von diesem entsprechende Teile für die Bestimmung des Trockengehalts entnimmt.

2. Ermittlung eines zuverlässigen Verfahrens zur Bestimmung des Wassergehalts im Leim.

Auf Grund der bisherigen Erfahrung erscheint es ausgeschlossen, unter Anwendung der kompakten, festen Leimsubstanz als Ausgangsmaterial den Wassergehalt in zuverlässiger Weise zu bestimmen.

Dagegen konnte von einem Entwässerungsverfahren, welches von der gelösten Substanz ausgeht, eher ein günstiges Ergebnis erwartet werden. Aus diesem Grunde wurde in vorliegender Arbeit näher untersucht, ob die Wasserbestimmung nach vorheriger Auflösung der Substanz praktisch durchführbar ist und zuverlässige Resultate liefert.

Das Prinzip des Verfahrens ist folgendes: Man wägt eine bestimmte Menge der festen Substanz ab, löst in Wasser auf und stellt ein genau abgemessenes Flüssigkeitsquantum her; von der homogenen Lösung entnimmt man eine gewisse Teilmenge, trocknet dieselbe in einer möglichst dünnen Schicht und berechnet daraus den Trockengehalt der Gesamtlösung; die Differenz gegenüber dem Gesamtgewicht stellt den Wasserverlust dar, der in Prozent umgerechnet wird.

3. Versuchsanordnung.

Als Ausgangsmaterial diente teils Tafelleim, teils Leimpulver, Leimflocken und Gelatinepulver.

Zur Ausführung der Versuche wurde je eine größere Menge, 25–100 g, abgewogen und in einem Meßkolben zur Lösung gebracht. Sehr wesentlich ist die Art des Abmessens einer Teilmenge. Dies kann nicht in der üblichen Weise mit Pipetten oder Büretten geschehen, da die Lösung schon bei 25–30° erstarrt. An sich ist es nicht notwendig, daß die Lösung bei derselben Temperatur abgemessen wird, auf welche die Meßgefäße geeicht sind; erforderlich ist jedoch, daß die Stammlösung und die entnommene Teilmenge genau die gleiche Temperatur besitzen. Die Teilmenge braucht nicht eine bestimmte Kubikzentimeterzahl darzustellen, sie muß jedoch ein ganz bestimmter Anteil der Gesamtmenge sein.

Bei allen später beschriebenen Versuchen wurde eine Temperatur von 40° angewandt; zur Einstellung dieser Temperatur diente ein Thermostat, bestehend aus einem größeren Blechtopf, der in mittlerer Höhe mit einem Siebboden versehen und mit einem Filzmantel

¹⁾ Schlesinger, Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden 7. A., Bd. IV, S. 461.

²⁾ Chem-Ztg. 31, 500 [1907].

³⁾ Ztschr. öffentl. Chem. 4, 759 [1898].

⁴⁾ loc. cit.

isoliert war; die konstante Temperatur wurde mittels Gasflamme und Quecksilber-Thermoregler eingehalten.

Zum Abmessen der Lösung sind Pipetten ungeeignet, da sie wegen der Dickflüssigkeit der heißen Lösung nur unvollständig auslaufen; eher kommen Büretten in Frage. Die Schwierigkeit besteht darin, daß die Bürette mit einem Heizmantel umgeben werden muß, der ebenfalls auf 40° zu halten ist. Besonders besteht die Gefahr, daß die Lösung im Hahn erstarrt. Bei der Ausführung mehrerer Versuche ist die Reinigung solcher Büretten umständlich und zeitraubend. Die besten Ergebnisse ließen sich mit kleinen Meßkölbchen erreichen; es wurden solche von 25 und 10 ccm benutzt, die also $\frac{1}{40}$ bzw. $\frac{1}{100}$ des Inhalts eines Literkolbens darstellen.

Es ist unbedingt notwendig, die betreffenden Kolben durch Auswägen nachzuprüfen, um festzustellen, ob das Verhältnis 1:40 bzw. 1:100 tatsächlich besteht, evtl. ist ein Korrektionsfaktor anzubringen.

Es ist leicht, den Inhalt der kleinen Kolben auf gleiche Temperatur zu bringen wie die Stammlösung und sie quantitativ, d. h. durch Nachspülen mit Wasser, zu entleeren.

Die Gefäße, die zum Trocknen der Lösung dienen, müssen folgenden Anforderungen genügen:

1. Die Trocknung muß in sehr dünner Schicht erfolgen, die Trocknungsgefäße müssen daher breit und flach sein und einen vollkommen ebenen Boden besitzen.

2. Der trockene Leimkörper darf nicht an der Wand des Gefäßes haften.

3. Die Gefäße müssen zur Wägung möglichst luftdicht verschließbar sein, da die entwässerte Leimsubstanz sehr hygroskopisch ist.

Auf Grund eingehender Versuche erwiesen sich am zweckmäßigsten als Trockengefäße flache Wägegläser von 70–80 mm Durchmesser mit gut eingeschliffenem Deckel. In dieselben wurden flache Schalen aus dünnem Aluminiumblech eingesetzt, da an diesem Material die Leimsubstanz beim Trocknen nicht haftet; ein ganz schwaches Einfetten des Aluminiumeinsatzes ermöglicht später ein leichtes Herauslösen der Leimschicht. Die Trocknung wurde in einem Trockenschrank vorgenommen, der zwecks Konstanthaltung der Temperatur mit einem Quecksilber-Thermoregler versehen war. Zur Abkühlung wurden die Wägegläser gut geschlossen in einen mit konzentrierter Schwefelsäure gefüllten Exsikkator gestellt. Über die Ausführung der Versuche im einzelnen siehe Abschnitt 8.

4. Nachprüfung an Hand der direkten Entwässerungsmethode.

Nach Festlegung der Einzelheiten für die Ausführung des neu anzuwendenden Trockenverfahrens war es vor allem notwendig, auf Grund vergleichender Messungen zu ermitteln, ob die so gefundenen Werte für den Wasserverlust dem tatsächlichen Feuchtigkeitsgehalt des Leimes entsprechen.

Es war immerhin denkbar, daß wohl bei den einzelnen Versuchsreihen unter sich übereinstimmende Werte gefunden wurden, daß jedoch diese Werte etwa infolge einer in der Methode liegenden konstanten Fehlerquelle nicht den tatsächlichen Wassergehalt wiedergaben. Eine Kontrolle wurde erreicht durch gleichzeitig vorgenommene Trockenversuche, bei welchen das Ausgangsmaterial in lufttrockenem Zustand direkt entwässert wurde, und zwar wurden diese Parallelversuche jeweils gleichzeitig im gleichen Trockenschrank durchgeführt.

Bei diesen Vergleichsproben mußten natürlich die früher erwähnten Mißstände, die bei der Zerkleinerung und Probenahme der trockenen Leimsubstanz hervortreten, vermieden werden. Dies geschah durch Verwendung äußerst fein zerkleinerter Leimsorten in Form von Leimpulver und Leimflocken. Durch gutes Durchmischen und längeres Stehenlassen der Proben in geschlossenen Gefäßen konnte mit einer Entnahme vollkommen homogener Proben gerechnet werden; ein Wasserverlust vor Beginn der Trocknung war ebenfalls nicht zu befürchten, da hier eine weitere Zerkleinerung der Substanz nicht vorgenommen werden mußte.

5. Einfluß der Trockendauer auf den Vorgang der Entwässerung.

Bei den folgenden Versuchen wurden durchweg die beiden oben angegebenen Verfahren gleichzeitig nebeneinander angewendet. Die Methode, die sich der Vermittlung der gelösten Substanz bedient, wird nachstehend bezeichnet als „Verfahren I“, die direkte Entwässerungsmethode als „Verfahren II“.

Versuchsreihe 1.

Ausgangsmaterial: Gelatinepulver I und II, je 2 Parallelversuche a und b.

Verfahren I: 25 g zu 500 ccm gelöst, entnommen 25 ccm = 1,25 g Ausgangsmaterial.

Verfahren II: 1,000 g abgewogen und getrocknet.

Temperatur: 110° C.

Tabelle 1.

Nr.	Zeit Std.	Gelatine I				Gelatine II			
		Gewichtsabnahme bei der Trocknung				Gewichtsabnahme bei der Trocknung			
		Verfahren I		Verfahren II		Verfahren I		Verfahren II	
		%	%	%	%	%	%	%	%
1	5	—	—	—	—	—	—	—	—
2	7	14,80	14,78	15,60	15,56	14,25	14,00	14,90	14,85
3	9	15,12	15,10	15,72	15,70	14,50	14,46	15,12	14,90
4	12	15,20	15,19	15,75	15,72	14,62	14,60	15,20	15,20
5	15	15,32	15,30	15,82	15,76	14,75	14,76	15,20	15,20
6	18	15,32	15,30	15,82	15,76	14,75	14,76	15,20	15,20
7	45	15,32	15,30	15,82	15,76	—	—	—	—

Als Ergebnis ist festzustellen, daß nach 12 bzw. 15 Stunden hier Gewichtskonstanz eingetreten ist. Nach den beiden Trocknungsmethoden zeigen sich jedoch trotz erreichter Gewichtskonstanz wesentliche Unterschiede im Wasserverlust.

6. Einfluß der Schichtdicke auf die Trocknung.

Es wurde vermutet, daß die ungenügende Wasserabgabe bei Verfahren I auf die zu hohe Dicke der Schicht des Trockenrückstandes zurückzuführen ist. Bei der nachfolgenden Versuchsreihe werden Lösungsmengen von geringerem Trockengehalt, und zwar von 1,0 g bis herab zu 0,2 g zur Wasserbestimmung verwendet. Dementsprechend erhält man Trockenschichten von abnehmender Dicke, da die Bodenfläche des Wägeschälchens immer die gleiche bleibt. Die aus dem Durchmesser der Schale, der Gewichtsmenge und dem spezifischen Gewicht des Trockenleims berechnete Schichtdicke ist in der nachstehenden Tabelle mit aufgeführt.

Versuchsreihe 2.

Ausgangsmaterial: Gelatinepulver Nr. III, Trockentemperatur 110°.

Trockendauer: 15 Stunden.

Tabelle 2.

Art der Trocknung	Teilmenge g	Schichtstärke mm	Gelatine III		Flockenleim I	
			Gewichtsabnahme nach 15 Stunden		Gewichtsabnahme nach 15 Stunden	
			a %	b %	a %	b %
Verfahren I (Lösungsverfahren)	1,0000	0,180	14,15	14,12	12,90	12,91
	0,9000	0,162	14,23	14,21	13,01	13,00
	0,8000	0,144	14,30	14,29	13,01	13,02
	0,7000	0,126	14,60	14,61	13,10	13,08
	0,6000	0,108	14,80	14,80	13,32	13,30
	0,5000	0,090	15,00	14,99	13,37	13,40
	0,4000	0,072	15,00	14,99	—	—
	0,3000	0,054	15,01	15,00	—	—
	0,2000	0,036	15,01	15,00	—	—
Verfahren II	1,0000	—	15,01	15,01	13,40	13,39

Der Einfluß der Dicke der Trockenschicht auf den Grad der Entwässerung ist deutlich feststellbar. Die Trocknung nach Verfahren I ist nur vollständig, wenn die Leimschicht einen Durchmesser von weniger als 0,09 mm besitzt. Dies entspricht bei der Größe der ausgewandten Wägeschälchen einer Teilmenge von 0,5 g.

Bei dieser Schichtdicke stimmt der nach Verfahren I gefundene Wassergehalt auch überein mit der durch direkte Trocknung der feinpulverisierten Substanz ermittelten Wassermenge. Setzt man die Schichtstärke noch weiter herab, so erhöht sich der Wasserverlust nicht mehr, ein Beweis, daß der tatsächliche Wassergehalt erfaßt ist.

7. Einfluß der Temperatur auf den Grad der Entwässerung.

Weiterhin wurde noch festgestellt, welchen Verlauf der Entwässerungsvorgang bei höheren Temperaturen besonders hinsichtlich Geschwindigkeit und Ausmaß der Wasserabgabe nimmt.

Versuchsreihe 3.

Ausgangsmaterial: Leimflocken I und Gelatinepulver.
Trockentemperatur: 120 und 150°.
Teilmenge bei Verf. I: 0,5000 g = Schichtdicke 0,090 mm.
Trockendauer: 6–16 Stunden.

Tabelle 3.

Trockentemperatur Grad	Trocknungsmethode	Zeit in Std.	Flockenleim I		Gelatinepulver	
			Gewichtsverlust		Gewichtsverlust	
			a %	b %	a %	b %
110	Verfahren I	15	13,37	13,40	—	—
	Verfahren II	15	13,39	13,40	—	—
120	Verfahren I	6	12,70	12,71	14,90	14,85
		8	12,80	12,75	15,31	14,96
		10	13,00	12,92	15,60	15,52
		12	13,41	13,32	15,66	15,62
		14	13,41	13,40	15,66	15,68
		16	13,41	13,40	—	—
	Verfahren II	8–16	13,40	13,40	15,68	15,68
150	Verfahren I	6	12,90	12,80	15,40	15,38
		8	13,41	13,41	15,72	15,70
		10	13,60	13,60	15,80	15,81
		12	13,60	13,60	15,80	15,81
	Verfahren II	6–16	13,60	13,60	15,80	15,80

Die Versuchsreihen lassen erkennen, daß eine Temperatursteigerung auf 120° die Wasserabgabe kaum erhöht. Nimmt die Trockentemperatur bis 150° zu, so wird noch eine geringe Zunahme des Wassergehalts festgestellt. Andererseits kommt jedoch eine derartig hohe

Entwässerungstemperatur nicht in Betracht, da bei dieser schon eine Veränderung der Leimsubstanz eintritt. Obige Ergebnisse haben insofern eine Bedeutung, als danach geringe Schwankungen der Trockentemperatur keinen Einfluß auf die Höhe des konstanten Endwerts ausüben. Die Geschwindigkeit der Wasserabgabe wird durch die Temperatursteigerung in allen Fällen wesentlich erhöht.

Weitere Versuche beschäftigten sich mit dem Einfluß höherer Temperaturen (120 und 150°) auf den Grad der Entwässerung bei verschiedener Schichtdicke des Trockenrückstandes.

Es konnte für mehrere Leimsorten übereinstimmend ermittelt werden, daß ähnlich wie bei 110° auch bei Temperaturen bis zu 150° erst bei Schichtstärken unterhalb von 0,09 mm der endgültige Wert für den Wassergehalt zu erreichen ist.

8. Zweckmäßige Ausführung des indirekten Verfahrens zur Bestimmung des Wassergehalts in Leim.

Unter Berücksichtigung der ausgeführten Versuche möchten wir nachstehende Form des Entwässerungsverfahrens für die Untersuchung technischer Leimsorten in Vorschlag bringen. Die zu untersuchende Leimtafel oder eine größere Durchschnittsprobe wird sorgfältig abgewogen (50–80 g) und in ein Becherglas von etwa 1 Liter Fassungsvermögen gegeben. Man füllt bis zur Hälfte mit kaltem Wasser auf und läßt 24 Stunden quellen. Nach dieser Zeit wird zur vollständigen Lösung des Leims das Becherglas in ein 70° heißes Wasserbad gebracht und einige Zeit ($\frac{1}{2}$ Stunde) darin stehen gelassen; war der Leim vorher gut gequollen, so geht die Lösung sehr schnell vor sich.

Die Leimlösung wird in einen 1000-ccm-Meßkolben übergeführt, das Becherglas gut ausgespült und das Waschwasser in den Meßkolben gegeben, bis die Leimlösung sich quantitativ im Meßkolben befindet (bei Verwendung von Leimpulver, Flocken oder Perlen wird direkt im Meßkolben aufgelöst). Der Meßkolben wird in einen Thermostaten von 40° gebracht und bis nahe zur Marke mit heißem Wasser aufgefüllt. Nach etwa einer Stunde hat der Meßkolben die Thermostaten-Temperatur angenommen und kann mit 40° heißem Wasser bis zur Marke aufgefüllt werden. Man schüttelt gut durch, um eine vollständig gleichmäßige Lösung des Leimes zu bekommen.

Etwa 9 ccm der Leimlösung werden mit einer Pipette entnommen und in ein 10-ccm-Meßkölbchen eingefüllt, das letztere ebenfalls in den Thermostaten eingestellt. Nach 10 Minuten hat das Kölbchen die Thermostaten-Temperatur angenommen und kann mit der Stammlösung bis zur Marke aufgefüllt werden. Die mit dem Meßkölbchen abgemessenen 10 ccm werden in ein flaches Wägegias mit Aluminiumeinsatz oder in eine Aluminiumdose mit dicht schließendem Deckel übergespült. Die dazu verwendeten Wägegläser bzw. Aluminiumschalen sollen einen möglichst großen Durchmesser (7–8 cm) haben, um eine Verteilung der Lösung in breiter Fläche auf dem Boden und eine möglichst geringe Schichtdicke des zu trocknenden Leimes zu erreichen.

Das Meßkölbchen wird gut ausgespült und das Waschwasser ebenfalls in das Wägegias gebracht, bis die Lösung quantitativ im Wägegias enthalten ist. Das letztere wird im Trockenschrank bei 110° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, die mit Sicherheit nach 15 Stunden erreicht ist. Da der Gehalt der Leimlösung an Leim genau bekannt ist und 10 ccm abgemessen werden, so kann auch die Gewichtsmenge an Leim in 10 ccm berechnet werden. Die Abkühlung der dicht geschlossenen Wägegläser erfolgt in einem Exsikkator über konzentrierter Schwefelsäure; man wiegt bei geschlossenem Wägegias, da die getrocknete Leimsubstanz sehr hygroskopisch ist.

Die Gewichtsabnahme gegenüber der berechneten Menge wird in Prozent ausgedrückt und als Wassergehalt angegeben.

9. Untersuchung einiger Handelsleime.

Es war noch von Interesse, festzustellen, ob der Wassergehalt von Tafelleimen, besonders bei sogenannten Dickschnittsorten, Unterschiede zeigt, je nachdem, ob die Wasserbestimmung durch direkte Trocknung oder nach dem oben beschriebenen Auflöseverfahren vorgenommen wurde. Wir führten die Untersuchung für zehn verschiedene Leimsorten nach beiden Methoden aus; die Durchschnittsproben für das direkte Verfahren wurden in der Weise entnommen, daß die betreffende Leimtafel mehrmals quer durchsägt, die Sägespäne schnell in ein geschlossenes Gläschen gesammelt und für die Wasserbestimmung benutzt wurden; die enthaltenen Werte finden sich in Tabelle 4.

Tabelle 4.

Vergleichstabelle von Verfahren I und II.

Nr.	Verw. Material	Stärke d. Tafeln	Gewichtsabnahme Verfahren I	Gewichtsabnahme Verfahren II
1.	Leimtafel	dünn	15,40%	15,30%
2.	"	"	14,90%	14,80%
3.	"	dick	15,20%	14,30%

4.	Leimtafel	dick	15,66%	13,60%
5.	"	mittel	13,80%	13,20%
6.	"	dick	15,20%	13,20%
7.	"	mittel	13,90%	13,30%
8.	"	dünn	14,30%	14,00%
9.	Leimperlen	—	14,70%	14,80%
10.	Leimtafel	mittel	13,30%	12,40%

Nach obiger Vergleichstabelle sind in einzelnen Fällen beträchtliche Unterschiede des Wassergehalts für die beiden Verfahren festzustellen, und zwar sind die Werte bei Methode I sämtlich höher; ganz besonders treten diese Unterschiede bei Untersuchung von Leimtafeln größerer Dicke hervor. Der Fehler bei Verfahren II rührt von den während der Zerkleinerung der Substanzen entstehenden Wasserverlusten her, die natürlich bei Verfahren I vermieden werden. Die Überlegenheit des neu vorgeschlagenen Verfahrens zur Bestimmung des Wassergehaltes in Leim gegenüber der direkten Trockenmethode ist somit klar ersichtlich.

[A. 56.]

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Verein österreichischer Chemiker, Wien.

Außerordentliche Hauptversammlung am 16. Februar 1929.

Dr.-Ing. H. Schmid: „Geschwindigkeitsmessungen an stürmisch verlaufenden Reaktionen.“

1923 wurde eine Arbeit veröffentlicht, die einen neuen Weg zur Messung von Reaktionsgeschwindigkeiten beinhaltet; ihr lag der Gedanke zugrunde, das Zeitmaß in Längenmaß zu transformieren, d. h. die Reaktionszeit durch den Abstand der Meßstelle von der Mischkammer (der eintretenden Stoffe) anzugeben. Vortr. bespricht die Ursachen für die Zweifelhaftheit der nach dieser und anderen Methoden erhaltenen Zahlen. Die Hauptschwierigkeit der Strömungsmethode lag bisher darin, daß die Reaktionen zu rasch verlaufen. Dr. Schmid suchte darum die Strömungsmethode so weit auszubilden, daß sie für die Ermittlung der Kinetik rasch verlaufender Reaktionen ausgenützt werden kann. Er verknüpfte daher diese Methode mit der in der Kinetik erfolgreich angewendeten Stockungsmaßnahme und nachträglicher chemischer Analyse. Diese Überlegung veranlaßte Vortr. zur Abänderung der für derartige Versuche bisher gebräuchlichen Apparatur. Sie besteht jetzt nur aus Glas, weil Metallteile eine Reaktion u. U. katalytisch beeinflussen könnten; überdies wird unter Luftabschluß gearbeitet. Die Apparatur besteht — wie Vortr. an vergrößerten Zeichnungen und an Modellen zeigt — aus dem Reaktionsrohr, drei parallelgeschalteten Strömungspipetten, drei Woulffschen Flaschen, zwei Druckhähnen mit dreifacher Bohrung, wodurch es möglich wird, die Strömung der beiden Reaktionsflüssigkeiten und der Stockflüssigkeit gleichzeitig zu unterbrechen, schließlich aus einem Reservegefäß. Beide Reaktionsflüssigkeiten treten aus zwei Düsen, die tangential an dem Reaktionsrohr angeordnet sind, in dieses ein: dadurch wird (infolge Wirbelbildung) eine momentane Durchmischung der Flüssigkeiten ermöglicht. Die entstehenden Flüssigkeitswirbel bewirken eine gleichmäßige translatorische Bewegung der Flüssigkeitsteilchen in jedem Querschnitte des Rohres. Sobald die Reaktion an einer Stelle B des Reaktionsrohres gestoppt wird — die Reaktionszeit ist ja gegeben —, läßt sich leicht die Zeit bestimmen, die die Flüssigkeitsteilchen brauchen, um von der Stelle A (beim Düsenansatz) nach B zu gelangen. Wenn während der Zeit t V_{ccm} durchfließen und v das Volumen des Reaktionsraumes ist, ist die Reaktionszeit $= \frac{v}{V} \cdot t$.

Damit die Flüssigkeitswirbel nicht zerstört werden, wendet Dr. Schmid bei seinem Apparat keine Mischkammer an. Da die Reaktionszeit eine Funktion des Reaktionsvolumens ist, andererseits die Reaktionsröhren selbst glasbläserisch leicht herzustellen sind, kann die Reaktionszeit erheblich variiert werden. Die Wirbel, die gut beobachtet werden können, bestehen aus

Schrauben, deren Gang sich um so mehr vergrößert, je weiter die Flüssigkeitsteilchen von der Eintrittsstelle entfernt sind. Die Bewegung ist gleichzeitig translatorisch und rotatorisch. Damit die Stockung an der Stelle B augenblicklich eintritt, muß die Stockflüssigkeit durch ein eigenes, senkrecht zur Reaktionsröhre angebrachtes Röhrchen den reagierenden Flüssigkeiten entgegengeworfen werden. Schließlich kommt die Lösung in einen Analysenkolben, wo der Fortschritt der Reaktion genau bestimmt werden kann. Die einwandfreie Bestimmung der zu untersuchenden Flüssigkeitsmenge ist Voraussetzung für das Gelingen der Versuche, weshalb die Einhaltung bestimmter Arbeitsvorschriften notwendig ist.

In der Diskussion betonte Prof. Abel, er halte die neue Methode für außerordentlich wichtig. Durch Jahre habe er die Schüttelmethode, die viele Schwierigkeiten bietet, ausgeführt; jetzt sei die Möglichkeit gegeben, diese Arbeit in Bruchteilen von Sekunden und auf einfachste Art durchzuführen. Die Methode des Dr. Schmid erleichtert die Homogenisierung und ist daher für heterogene Reaktionen besonders bedeutsam. Für die Bestimmung der Reaktionsgeschwindigkeiten ist dies die rascheste und zuverlässigste unter den gegenwärtig bekannten Methoden.

Notgemeinschaft der deutschen Wissenschaft.

Der Hauptausschuß der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft tagte in Berlin unter Beteiligung von Vertretern der Reichsressorts und der Länderregierungen. Es wurde über den Fortgang der Arbeiten, insbesondere über die großen Gemeinschaftsforschungen berichtet, die in den von der Notgemeinschaft gebildeten Kommissionen durchgeführt werden. Der uneingeschränkte Fortgang dieser Arbeiten wurde als unbedingte wissenschaftliche, wirtschaftliche und soziale Notwendigkeit bezeichnet.

Der Hauptausschuß stellte fest, daß die gesamte deutsche wissenschaftliche Forschung durch die im Reichshaushaltsplan vorgesehenen Kürzungen außerordentlich ernst betroffen sei. Die von der Notgemeinschaft übernommenen großen Aufgaben im Bereiche der experimentellen Forschung, der Wirtschaft einschließlich der Landwirtschaft, der Volksgesundheit und des Volkswohls, der Förderung des wissenschaftlichen Nachwuchses auf allen Forschungsgebieten, wissenschaftlicher Publikationen und des Bibliothekswesens werden bei Durchführung der beabsichtigten Streichungen unerträglich eingeschränkt erfahren müssen. Lebenswichtige Forschungen, deren Durchführung im Interesse des wirtschaftlichen Standards und des technischen Fortschritts, der Wettbewerbsfähigkeit und geistigen Geltung Deutschlands unabweisbar notwendig ist, müssen brachliegen. Besonders wurde betont, daß die Förderung der jüngeren aufstrebenden Kräfte auch durch Ermöglichung eigener, methodisch hochstehender Forschungen erfolgen müßte.