

Düsen, verschiedene Acetylen- und Preßluftdrucke angewandt werden.

Da es sehr günstig wäre, wenn man auch bei Anwendung der Acetylen-Flamme auf die Ausfällung des Kalks verzichten könnte, sind Untersuchungen darüber im Gange.

Die Versuche mit den verschiedenen Filtern haben außerdem gezeigt, daß es zwar für die Ausschaltung der Calcium-Linien gleichgültig ist, ob man die Filter RG 8 in 3 mm oder 6 mm Dicke verwendet. Filter RG 8 in 6 mm Dicke hält aber zumindestens bei der heißen Acetylen-Flamme

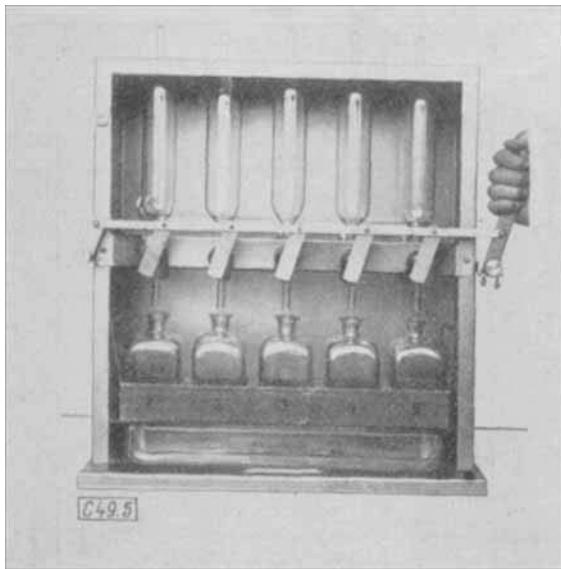


Abb. 5. Automat-Pipetten-Apparat für die Lactat-Lösung.

die Wärmestrahlen bedeutend besser zurück als nur in 3 mm Dicke. Das ist äußerst wichtig, da der Photostrom der Selen-Photoelemente mit der Erwärmung abnimmt.

Filter RG 9 hält die Wärmestrahlen nicht so gut zurück, weshalb es günstig ist, ein wärmeabsorbierendes Filter vorzuschalten. Als solches fanden wir Filter BG 17 und BG 20 besonders gut geeignet. Bei ihrer Anwendung kann auch mit der Acetylen-Flamme $\frac{1}{2}$ h ohne Neueinstellung gearbeitet

werden. Sie absorbieren zwar auch etwas Kalium-Linien, besonders Filter BG 17, doch ist die Reserve der Apparatur so groß, daß bei einigermaßen empfindlichen Selen-Photoelementen die Empfindlichkeit immer noch ausreichend ist.

Für die Untersuchungen wurden ferner folgende Geräte entwickelt: 1. ein Automatpipettenapparat, bei dem die Automatpipetten in Serien zu je 5 Stück mit einem einzigen Hahn bedient werden (Abb. 5); mit ihrer Hilfe erfolgt die Zugabe der Lactat-Pufferlösung, d. s. 250 cm^3 einer 0,04 n mit Kalk halb neutralisierten Milchsäure-Lösung. Und Abb. 6 zeigt 2. einen Schüttel- und Filtriertisch. Rechts werden gerade die Flaschenkästen zum

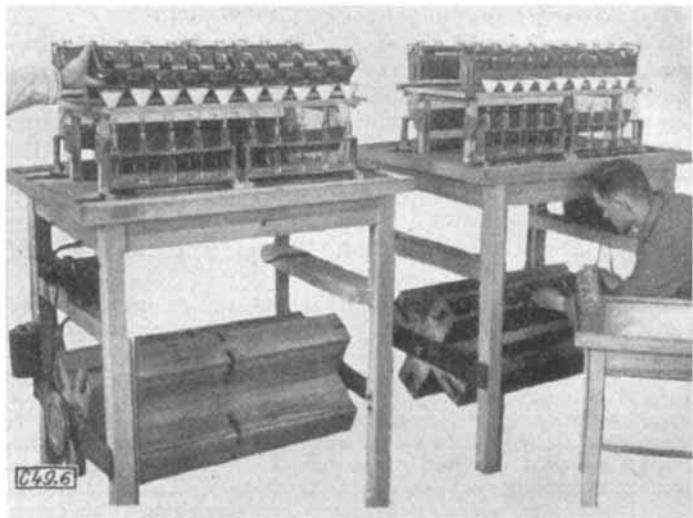


Abb. 6. Schüttel- und Filtriertisch nach Riehm-Aptila zur Untersuchung von ständig 40 Bodenproben auf Phosphorsäure- und Kali-Gehalt.

Schütteln eingesetzt, links 10 Flaschen mit einem Handgriff filtriert. Durch Capillarheber wird vermieden, daß die Lösung überläuft. Alles geht automatisch vor sich, ein Mann kann mehrere Tische gleichzeitig bedienen. Mit zwei solchen Tischen können ständig 40 Bestimmungen durchgeführt werden.

Eingeg. 13. Juli 1944. [A. 49.]

ZUSCHRIFTEN

Eine einfache Mikromethode zur Adsorptionsanalyse.

Von Doz. Dr. Gerhard Hesse, Chemisches Institut der Universität Freiburg i. Br.

A nordnungen zur chromatographischen Adsorptionsanalyse in kleinstem Maßstab sind mehrfach beschrieben worden^{1).} Einige von ihnen stellen einfach eine Verkleinerung der üblichen Anordnung dar, so das Mikrorohr von Becker u. Schöpf²⁾; es benötigt wie diese eine Saugeeinrichtung und verlangt das bei kleinsten Mengen verlustreiche Aufgießen der Lösung. Eine andere Gruppe, die vorwiegend in der „anorganischen Chromatographie“ benutzt wird, verwendet mit dem Adsorptionsmittel imprägnierte Filtrierpapierstreifen³⁾. Diese werden wie Reagenspapiere mit einem Ende in die Lösung eingetaucht und saugen sie auf; durch Nachziehen von Wasser kann die Trennung verfeinert werden. Leider ist diese bequeme Methode wegen der raschen Verdunstung organischer Lösungsmittel und der hohen Feuchtigkeitsempfindlichkeit der meisten wahren Adsorptionen i. allg. auf wäßrige Lösungen beschränkt; auch dann gibt sie nur gute Ergebnisse, wenn das Papier zwischen Glasstreifen eingeklemmt wird, um die Verdunstung zu verhindern.

Wir bedienen uns seit einiger Zeit bei Vorversuchen und Identifizierungen einer ähnlichen Methode. Hierzu wird das Adsorptionsmittel gut getrocknet in feine, etwa 15 cm lange und weniger als 1 mm weite Capillarröhrchen eingefüllt und diese beiderseits zugeschmolzen. Solche Röhrchen mit verschiedenen Adsorptionsmitteln können auf Vorrat hergestellt und beliebig lange aufbewahrt werden. Zum Gebrauch öffnet man beide Enden und taucht unmittelbar darauf eine Öffnung in die Prüflösung ein, von der ein Tropfen auf einem Objektträger genügt. Bei Adsorptionsmitteln, die wie zum Beispiel das Aluminiumoxyd leicht

aus dem geöffneten Röhrchen herausrieseln, hält man diese schräg, fast waagerecht, bis das untere Ende der Füllung feucht geworden ist. Durch Capillarwirkung zieht die Lösung ohne weiteres in das Adsorbens ein. Ist sie etwa 1 cm hoch aufgestiegen, so hebt man das Röhrchen heraus und taucht es mit demselben Ende in ein kleines Reagensglas mit reinem Lösungsmittel oder der beabsichtigten Waschlösung, die nun auch einzieht und die weitere Ausbildung des Chromatogramms bewirkt. Nach der Durchmusterung, die am besten unter einer Lupe stattfindet, wird das Capillarrohr zwischen den Zonen zerschnitten. Hierfür sind die bekannten Ampullenfeilen besonders geeignet. Die Teilstücke können unter dem Elutionsmittel zerdrückt werden oder zu irgendwelchen Reaktionen dienen.

Die neue Anordnung eignet sich natürlich auch für wäßrige Lösungen. Hier ist sie vielseitiger als die Adsorptionspapiere, da sich bei weitem nicht jedes Adsorptionsmittel auf Papier niederschlagen läßt.

Man kann auf diese Weise sehr rasch und bequem verschiedene Adsorptionsmittel auf ihre Eignung durchprobieren und auch noch Anhaltspunkte für die weitere Behandlung eines Ansatzes gewinnen.

Eingeg. 1. Februar 1945.

Über Austausch-Adsorptionen in nichtwässrigen Lösungen.

II. cis- und trans-Ostradiol.

Von Prof. Dr. Th. Bersin und Inge Loheyde, Physiologisch-Chemisches Institut der Universität Marburg.

Die verschieden starke Adsorbierbarkeit geometrisch isomerer Verbindungen ist im Schrifttum mehrfach beschrieben worden. cis- und trans-Dichloräthylen wurden von G. Hesse u. Tschachotin¹⁾, Maleinsäure und Fumarsäure von Freundlich u. Schikorr²⁾, cis- und trans-Azobenzol von Freundlich u. Heller³⁾, sowie Zech-

¹⁾ Naturwiss. 30, 387 [1942].

²⁾ Kolloid-Beih. 22, 1 [1926].

³⁾ J. Amer. chem. Soc. 61, 2228 [1939].

¹⁾ G. Hesse: Adsorptionsmethoden im chemischen Laboratorium. W. de Gruyter, Berlin 1943. S. 76.

²⁾ Liebigs Ann. Chem. 524, 124 [1936].

³⁾ H. Flood, Z. analyt. Chem. 120, 327 [1940]; C. 1943 II, 444. — W. G. Brown, Nature [London] 143, 377; C. 1939 II, 1130. — Ch. Lapp u. K. Erati, Z. analyt. Chem. 126, 103 [1943].