

Manche Fluoride mit komplex gebundenem Fluor, wie z. B. BeF_2 , NaBeF_3 müssen vor der Titration aufgeschlossen werden, da sonst viel zu niedrige F-Werte gefunden werden. Beim Aufschluß³⁾ entfällt die zeitraubende Abscheidung der Kieselsäure.

Beispiel der Analyse eines komplexen Fluorids

0,2 g Natrium-berylliumfluorid werden mit 0,6 g Quarzpulver und 3 g Natrium-kaliumcarbonat im Platintiegel aufgeschlossen. Man erhitzt zunächst langsam, um ein Übersäumen zu verhindern. Wenn die Gasentwicklung aufgehört hat, ist der Aufschluß beendet. Die Schmelze wird in einer Porzellanschale mit Wasser aus dem Tiegel herausgelöst, 1 h im 80–90° heißen Wasser (Becherglas) gerührt und filtriert. Das Filtrat enthält das Fluor und die Kieselsäure. Das Fluor wird unmittelbar (ohne daß die Kieselsäure abgeschieden wird) bestimmt, indem ein entsprechender Anteil (20,25 mg Fluor) des Filtrates auf 150 cm³ aufgefüllt und wie beschrieben titriert wird.

Substanz	Zirkonchlorid-Methode % F	Bleichlorofluorid-Methode (n. Starck) % F
Natriumberylliumfluorid	56,8	57,3
	57,1	
Natriumberylliumfluorid	56,9	56,9
	57,0	56,8

Für die Analyse von Kryolith eignet die Methode sich nicht ohne weiteres, da meist zu niedrige Fluor-Werte erhalten werden. Es sei denn, daß man durch eine der üblichen Methoden (Abdestillation des Fluors als H_2SiF_6) das Aluminium vom Fluor vor dem weiteren Analysengang abtrennt. Besonders geeignet ist die Methode dagegen zur Bestimmung sehr kleiner Mengen Fluor. So können Fluoride von geringer Löslichkeit, wie z. B. Kaliumsilicofluorid bequem analysiert werden.

Die geringste bestimmbare F-Menge ist durch die Ablesbarkeit der Mikrobürette (0,01 cm³) gegeben und beträgt ca. 0,15 mg Fluor. Da, wie aus den Tabellen hervorgeht, auch bei Abwesenheit von Fluor 0,02 cm³ Zirkon-Lösung zu einem Umschlag ver-

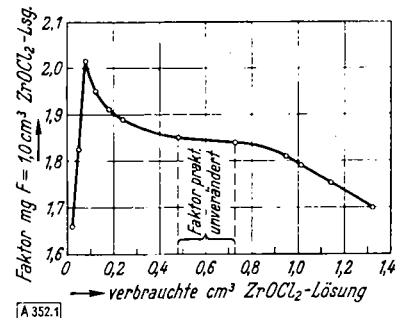
³⁾ F. P. Treadwell: Lehrbuch der analytischen Chemie, 11. Bd. [1927], S. 402.

braucht werden, ist es bei Mengen unter 0,5 mg Fluor nötig, von vornherein 0,5 mg Fluor (Abpipettieren einer sehr verdünnten NaF-Lösung) zuzusetzen, um den Schwellenwert von 0,03 cm³ verbrauchter Zirkonsalz-Lösung zu erreichen. Durch entspr. Änderungen wird die Methode speziell für die Bestimmung noch kleinerer Mengen modifiziert werden können. Man wird dann mit kleineren Mengen Indikator, kleineren Flüssigkeitsmengen

Angew. Menge F mg	Verbrauchte Menge ZrOCl_2 -Lösung cm ³	Faktor 1 cm ³ = mg F
0,00	0,02	0,00
0,50	0,03	16,6
0,66	0,04	16,6
0,90	0,05	18,1
1,81	0,09	20,1
2,71	0,12	19,5
3,61	0,19	19,1
4,52	0,24	18,87
9,05	0,49	18,47
13,60	0,74	18,35
18,10	1,01	17,92
19,90	1,14	17,5
22,62	1,33	17,0

Tabelle 1

Abhängigkeit des Faktors einer ZrOCl_2 -Lösung von der bei der Titration verbrauchten Menge



(Mikrogefäße) und verdünnter Zirkonsalz-Lösung arbeiten. Die so entwickelte Methode ist ein Mittel, um mit einem verhältnismäßig geringen Aufwand an Lösungen schnelle und genaue Fluor-Bestimmungen an zahlreichen fluor-haltigen Substanzen auszuführen.

Die Arbeiten wurden im Wissenschaftlichen Laboratorium der IG-Farbenindustrie A.-G., Bitterfeld, gemeinsam mit cand. chem. Seybold und R. Ziegler anlässlich der Analyse fluor-haltiger Verbindungen bis zum 15. Juni 1939 vorgenommen. Diesen Herren sei hier für ihre Mitarbeit gedankt.

Eingeg. am 2. März 1951

[A 352]

Versammlungsberichte

50. Hauptversammlung der Deutschen Bunsengesellschaft

Göttingen, 8. bis 6. Mai 1951

Prof. K. F. Bonhoeffer, Göttingen, begrüßte in seiner Eröffnungsansprache als erster Vorsitzender die Teilnehmer, insbes. die ausländischen Gäste und Vortragenden sowie die Vertreter von Staat und Behörden. Prof. W. Heisenberg, Göttingen, Präsident des Forschungsrates und der Göttinger Akademie der Wissenschaften sprach sodann gleichzeitig im Namen aller wissenschaftlichen Verbände. Es folgte die Verleihung der Bunsen-Denkmünze an Prof. H. v. Wartenberg, als „dem Meister physikalisch-chemischer Experimentierkunst, der mit einfachen Hilfsmitteln in die experimentell schwierigsten Gebiete vorgedrungen ist und uns durch seine Arbeiten insbes. die Chemie der hohen Temperaturen sowie die Thermochemie des Fluors zugänglich gemacht hat“. Ferner wurden Prof. Dr. M. v. Laue, Göttingen, und Prof. Hevesy, Kopenhagen, zu Ehrenmitgliedern der Bunsengesellschaft ernannt.

H. v. WARTENBERG, Göttingen: Metallhydroxyde im Oxydschmelzfluß.

Im vorsichtigen Schmelzen von Al_2O_3 , FeO oder La_2O_3 in einer Knallgasflamme erhält man klare Schmelzperlen, beim raschen Niederschmelzen aber Perlen, die beim Abkühlen blumenkohlartig aufquellen oder spratzen. Offensichtlich löst die Schmelze ein Gas, das beim Erstarren entweicht. Ähnliche Beobachtungen sind von der Herstellung synthetischer Rubine bekannt. Es kommt nur H_2O in Betracht. Das von der Schmelze absorbierte Wasser kann nicht Hydratwasser sein, sondern es muß eine Bindung vorliegen, die 2000° C aushält. Verständlich würde die Lösung von Wasser, wenn bei hohen Temperaturen durch große Verdampfungswärmen stabilisierte gasförmige Metallhydroxyde existierten, die sich in den Schmelzen lösten, im festen Gitter aus Platzmangel aber nicht. Beim BeO konnte diese Vermutung auf Grund einer Arbeit von Hutchison bestätigt werden. Für das Al_2O_3 konnte es der Vortr. in eigenen Versuchen zeigen. Beim Schmelzen von BeO in H_2O bildet sich ein gasförmiges Hydroxyd mit einem Partialdruck 10^{-3} at, beim Schmelzen von Al_2O_3 ein solches von 10^{-5} at. Sie lösen sich in der Schmelze und geben eine wenige Hundertstel molproz. Ionenlösung. Da täglich Tausende von Verglühungen von gefällten Hydroxyden vorgenommen werden, um das Wasser auszutreiben, so ist es interessant, zu sehen, daß 1000° höher das Wasser wieder von den Oxyden aufgenommen wird.

Vorträge zum Hauptthema:

„Physikalisch-chemische Probleme der Biologie“

O. WARBURG, Berlin-Dahlem: 1-Quantenmechanismus der Photosynthese¹⁾.

Um 1 Mol Sauerstoff aus Kohlensäure zu entwickeln, sind rund 112000 cal. erforderlich, während die Energie von 1 Mol Quanten an der Wirkungsgrenze im rot nur 42000 cal. beträgt. So schien es, daß die Photosynthese keine 1-Quantenreaktion sein könne. Andererseits kennt man in der Photochemie des Unbeleuchten keine Mehr-Quantenreaktionen und man kann sich auch den Mechanismus solcher Reaktionen nicht vorstellen.

Vortr. hat im vergangenen Jahr in Dahlem zusammen mit Dean Burk über dieses Problem gearbeitet. Trotz aller Gegengründe hat sich gezeigt, daß die Photosynthese eine 1-Quantenreaktion ist, d. h., daß jedes Mol absorbierten Lichtquanten die Entwicklung von 1 Mol Sauerstoff und die Absorption von etwa 1 Mol Kohlensäure bewirkt. Aber auch hier sind die Gesetze der Thermodynamik nicht durchbrochen. Denn die dem Lichtquantum fehlenden 70000 cal. pro Mol werden von der Zelle in Form von chemischer Energie zur Verfügung gestellt. In dem Maß, in dem diese chemische Energie verbraucht wird, wird sie regeneriert durch einen Verbrennungsvorgang, bei dem Produkte der Photosynthese zurückreagieren. Die Lösung des Quantenproblems der Photosynthese ist also eine chemische Hilfsmaschine, deren Besonderheit es ist, daß sie die Photosynthese treibt und selbst von der Photosynthese getrieben wird.

Vortr. beschrieb die benutzten Methoden: die manometrische 2-Gefäß-Methode, mit der von Minute zu Minute sowohl die O_2 -Entwicklung als auch die CO_2 -Fixierung durch belichtete *Chlorella* gemessen wurde; das gegen den Energiestandard des amerikanischen Bureau of Standards geeichte Großflächenbolometer, mit dem das eingestrahelte monochromatische Licht gemessen wurde; das Transmissionsaktinometer, mit dem die Absorption des Lichts in dem trüben Medium der Zellsuspensionen gemessen wurde; und die Vor-Kompensation der Zellatmung durch weißes Licht, wodurch alle mit der Zellatmung zusammenhängenden methodischen Schwierigkeiten und theoretischen Einwände eliminiert wurden.

¹⁾ Vgl. diese Ztschr. 63, 246 [1951].