

178. A. Gutbier, J. Huber und W. Schieber: Über einen Schnelldialysator.

[Aus d. Laborat. für anorg. Chem. d. Techn. Hochschule Stuttgart.]

(Eingegangen am 18. März 1922.)

Bei den in unserem Laboratorium durchgeführten Untersuchungen über Schutzkolloide¹⁾ waren wir oft vor die Aufgabe gestellt, größere Mengen von kolloiden Lösungen in möglichst kurzer Zeit durch Dialyse weitgehend von Elektrolyten zu befreien. Keine der allgemeiner bekannten Vorrichtungen entsprach den Anforderungen, die wir bei dem Charakter unserer Schutzkolloide notwendigerweise stellen mußten.

Die Überlegung, daß ein gegebenes elektrolytreiches System durch Dialyse mit umso größerer Geschwindigkeit gereinigt werden kann, je größer die Membran-Fläche einerseits und der Konzentrations-Unterschied zwischen Innenflüssigkeit und Außenwasser andererseits ist²⁾, führte uns zur Konstruktion einer Apparatur³⁾, für die wir auf Grund ihrer Wirkungsweise die Bezeichnung »Schnelldialysator« vorschlagen.

Der Schnelldialysator (Fig. 1 bis 3) ist folgendermaßen zusammengestellt⁴⁾.

¹⁾ Besonders Kolloid-Beih. 5, 211, 214 [1913]; Kolloid-Z. 18, 1, 57, 65, 141, 201, 263 [1916]; 19, 22, 33, 90, 177, 230, 235, 280, 287, 291, 298 [1916]; 20, 83, 123, 186, 191 [1917]; 25, 45 [1919]; 28, 167 [1921]; 29, 19, 25, 130 [1921]; 30, 20, 31 [1922].

²⁾ vergl. R. Zsigmondy u. R. Heyer, Kolloid-Z. 8, 124 [1911].

³⁾ Eine wertvolle Anregung für die Konstruktion unserer Apparatur verdanken wir Hrn. Dr. K. Haas-Cannstatt, der uns über eine ehemals in C. G. Hüfners Tübinger Laboratorium verwendete Rühr-Vorrichtung berichtete. Daß Hüfner diese Vorrichtung auch zu Dialysierzwecken benutzt und durch B. Hafner in einer Mitteilung: »Einige Beiträge zur Kenntnis des Invertins der Hefe« — II. 42, 1 [1901] — hat beschreiben lassen, erfuhren wir erst nach Fertigstellung der vorliegenden Arbeit durch Hrn. Prof. Dr. W. Küster, dem wir für diesen Hinweis sehr dankbar sind. Die Hüfnersche Konstruktion unterscheidet sich von der unsrigen, abgesehen von verschiedenen Einzelheiten, hauptsächlich durch den unbeweglich feststehenden Rührer und durch die Art, in der die Membrane am Umdrehungskörper angebracht ist. Und gerade in der dem Körper entgegengesetzten Bewegung, die wir dem Rührer erteilen, und in der von uns gewählten sackartigen Umhüllung des Säulengebildes mit der Membrane müssen wir besondere Vorteile unserer Konstruktion erblicken. Übrigens dürfte wie uns, so auch den meisten anderen Kolloidforschern die Mitteilung Hafners unbekannt geblieben sein, da man in der einschlägigen Literatur keine Angaben über den Hüfnerschen Dialysator findet.

⁴⁾ Im Interesse der Reproduktionsmöglichkeit mußten einzelne Teile der Apparatur bei den photographischen Aufnahmen verschoben werden.

a ist ein durch Glassäulen gehaltener, an der Holzscheibe b befestigter Umdrehungskörper. Die die Scheibe umlaufende Rille c dient zur Befestigung der Membrane d mittels einer Schnur e. Man umhüllt den Körper a mit der Membrane¹⁾ so, daß sie von unten her das ganze Säulengebilde sackartig umschließt und in natürlichen Falten z um den Holzring anliegt. Hierdurch wird nicht allein die Membran-Fläche nach Möglichkeit groß gestaltet, sondern auch eine innige Berührung der Innenflüssigkeit mit dem Außenwasser erreicht, das sich mit der Drehung des Körpers in den Falten stoßen muß.

Die Holzscheibe b ist mit einem nach oben vorspringenden Hals ausgestattet, an dem die Umdrehungs-Vorrichtungen befestigt sind, und zwar so, daß eine äußere Welle mit aufgesetztem Antriebsrad l die Drehung des Körpers a ermöglicht. In der inneren Ausbohrung dieser Welle ist einer zweiten Welle i des Rührers k die Führung gegeben. Das auf i aufgekeilte Antriebsrad p gestattet die Bewegung des Rührers. Um die äußere Welle legt sich der Lagerhalter m. Er ist mittels des Auslegers n an einem beliebig ausgeführten Stativ befestigt.

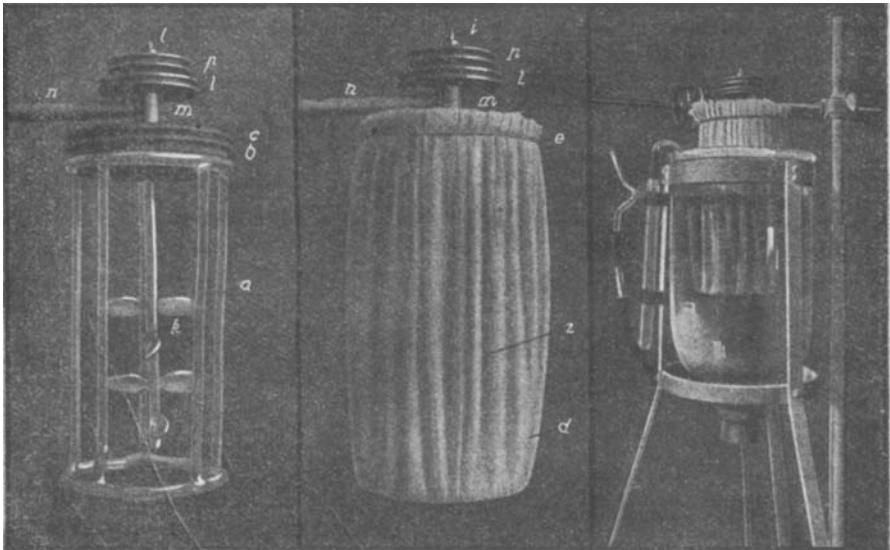


Fig. 1.

Fig. 2.

Fig. 3.

Der mit der Membrane geschlossene Umdrehungskörper wird von einem das Außenwasser enthaltenden Glasgefäß, zweckmäßig einer tubulierten Glasglocke, aufgenommen. Das Außenwasser wird aus einem hochgestellten geräumigen Vorratsgefäß ununterbrochen erneuert und kann im Bedarfsfalle durch Heiz- oder Kühlschlangen,

¹⁾ Benutzt wird das »Pergamentpapier zur Dialyse C 155:100« der Firma Schleicher & Schüll.

die man in die Glocke einlegt, auf bestimmte Temperatur gebracht werden.

Als Dialysier-Gefäße eignen sich für die Abmessungen, die wir dem Umdrehungskörper für wissenschaftliche Untersuchungen erteilt haben, tubulierte Glasglocken von 25 cm Höhe und 20 cm Durchmesser. Durch ihren Tubus wird das Außenwasser von unten her mittels einer zur nicht zu dünnen Spitze ausgezogenen Glasröhre aus dem Vorratsgefäß zugeführt. Die Glocke sitzt mit dem oberen verdickten Rande in einem Gestell aus Flacheisen auf und kann durch eine Flügelschraube festgepreßt werden.

Die Ableitung des Außenwassers erfolgt durch einen Überlauf-Heber, der gestattet, dem Wasser in der Glasglocke jede beliebige, dem Niveau der Innenflüssigkeit entsprechende Höhe zu geben.

Dieser Überlauf-Heber, der zweckmäßig mit 2 Rohrschellen am Flacheisen-Gestell befestigt wird, besteht aus einem oben verjüngten reagensrohr-ähnlichen Glasrohr von 15 mm lichter Weite mit einer am oberen Ende seitlich angeschmolzenen Gabelung zweier auseinandergebogener Glasröhren von 6 mm lichter Weite. In das Rohr wird, mit Gummischlauch abgedichtet, eine umgebogene Glasröhre von 6 mm lichter Weite und 20 cm Schenkellänge eingeführt. Der untere Teil der Gabelung dient dem Wasserabfluß, der obere zum Ansaugen und Vollen des Hebers. Die Einstellung auf die gewünschte Flüssigkeitssäule läßt sich durch Senken oder Höherstellen des Hebers leicht bewerkstelligen.

Man füllt den Dialysator, indem man die Flüssigkeit durch eine in der Holzscheibe b angebrachte Öffnung eingießt, während man gleichzeitig Wasser in die Glasglocke eintreten läßt. Alsdann setzt man durch entgegengesetzt wirkende Antriebsorgane den Körper a und die Welle i in gegeneinander gerichtete Drehbewegungen.

Der Antrieb des Körpers und des Rührers erfolgt am sichersten durch einen kleinen Elektromotor mit Vorgelege. Dieses ist in seinen Abmessungen so berechnet, daß dem System verschiedene Umdrehungsgeschwindigkeiten, von z. B. 50, 100 und 150 Umdrehungen in der Minute, erteilt werden können.

Die kolloidchemische Abteilung unseres Laboratoriums hat 3 vollständige Dialysier-Einrichtungen dieser Art zu einer Batterie mit gemeinsamem Zu- und Abfluß des Außenwassers und mit gemeinsamem Antrieb von einer Welle mit Vorgelege aus zusammengefaßt. Eine solche Anordnung hat sich schon seit Monaten bewährt.

Um die Wirkungsweise des Dialysators, d. h. die mit unserer Apparatur erzielbaren Dialysier-Geschwindigkeiten kennen zu lernen, haben wir verschiedene Flüssigkeiten — Elektrolyt-Lösungen, kolloide Systeme und Mischungen von kolloid- und ion-dispersen Lösungen — der Dialyse in dieser Vorrichtung und auch in den am meisten gebräuchlichen anderen Dialysatoren unter-

worfen. Besonders wichtig erschien der Vergleich unserer Apparatur mit dem wohl noch am häufigsten benutzten »Grahamschen Dialysator«¹⁾ und mit dem »Sterndialysator« nach Zsigmondy-Heyer²⁾, der dem Grahamschen an Dialysier-Geschwindigkeit überlegen ist. Außerdem war der Einfluß des Rührens, jenes Faktors, der das Hauptcharakteristikum unserer Konstruktion darstellt, durch systematische Versuche festzulegen. Wir arbeiteten deshalb unter sonst gleichen Bedingungen auch mit der ruhenden Dialysier-Vorrichtung.

Bei diesen vergleichenden Untersuchungen trat der Vorzug unseres Dialysators voll in Erscheinung. Auf Grund der bisher gesammelten Erfahrungen können wir zusammenfassend sagen, daß die Apparatur

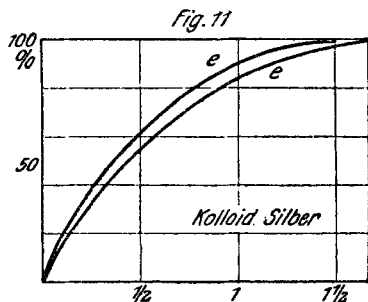
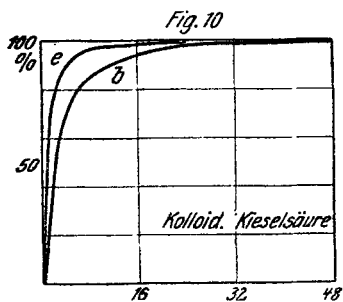
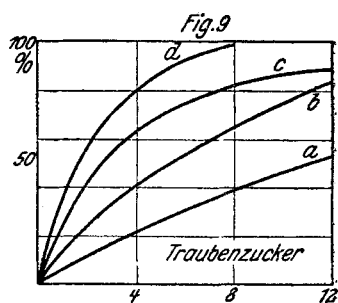
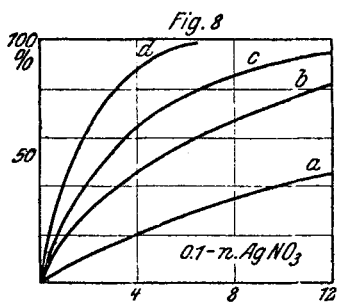
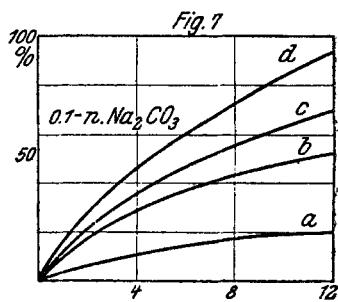
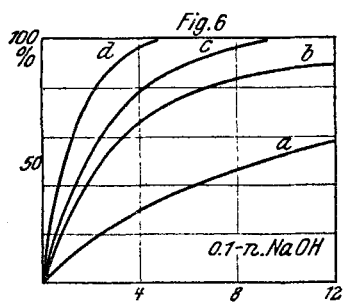
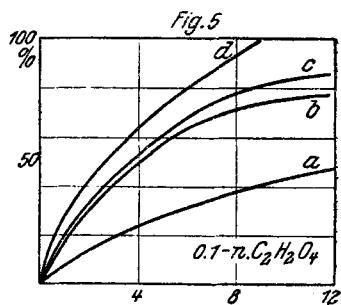
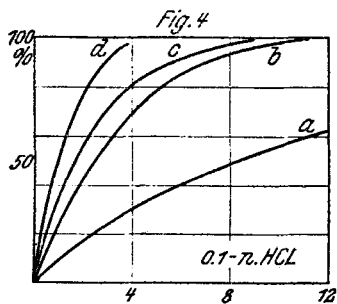
1. eine hohe, bisher von keinem Dialysator erreichte Dialysier-Geschwindigkeit gewährleistet,
2. weitgehenden Abschluß der Innenflüssigkeit von der Außenluft und trotzdem einfache Probeentnahme gestattet,
3. Volumenänderungen, vor allem Verdünnung der Innenflüssigkeit, verhindert,
4. große Betriebssicherheit garantiert, weil mit Pergament aus einem Stück bei weitverteilter Beanspruchung gearbeitet wird,
5. mit einfachsten Mitteln ununterbrochenen Wechsel des Außenwassers erlaubt, und
6. Durchführung der Dialyse bei erhöhter oder erniedrigter Temperatur ohne komplizierte Vorrichtungen ermöglicht.

Bei den Versuchen, deren Ergebnisse wir der Einfachheit halber in den Kurvenbildern 4—11 zusammenstellen, wurde als Außenflüssigkeit destilliertes Wasser von Zimmertemperatur benutzt. Wir arbeiteten hier im

- a) »Grahamschen Dialysator« bei 3-stündigem Wechsel von 5 l Außenwasser,
- b) »Sterndialysator« mit 6 l Wasser in der Stunde,
- c) »Schnelldialysator« unter Anwendung eines mit 2.5 l Wasser gefüllten, auf 6 l in der Stunde eingestellten Gefäßes ohne Bewegung,

¹⁾ A. 121, 1 [1862].

²⁾ Z. a. Ch. 68, 169 [1910]; Kolloid-Z. 8, 123 [1911].



d) »Schnelldialysator« unter gleichen Wasserverhältnissen mit 50 Umdrehungen in der Minute,

e) »Schnelldialysator« bei demselben Wasserzu- und -abfluß mit 100 Umdrehungen in der Minute¹⁾.

Immer wurden je 1000 ccm der zu dialysierenden Flüssigkeiten eingefüllt. Der Fortschritt der Dialyse wurde in der Weise verfolgt, daß man in gewissen Zeitabschnitten — beim Schnelldialysator durch die oben erwähnte Öffnung in der Scheibe — bestimmte Mengen des Dialysator-Inhalts herauspipettierte und analysierte.

Die Werte²⁾ für 0.1-n. Salzsäure, -Oxalsäure, -Natronlauge und -Natriumcarbonat wurden nach den Neutralisationsmethoden, die für 0.1-n. Silbernitrat nach J. Volhard ermittelt, während man bei der Traubenzucker-Lösung das Drehvermögen bestimmte³⁾. Bei dem Versuche mit kolloider Kieselsäure arbeiteten wir genau nach dem von R. Zsigmondy und R. Heyer⁴⁾ angegebenen Verfahren und ermittelten somit die Menge des aus dem Gemisch von Natriumsilicat und konz. Salzsäure diffundierenden Chlor-Ions⁵⁾. Als Untersuchungs-Objekt für kolloides Silber diente ein Präparat, das durch Reduktion eines Gemisches von 900 ccm 0.01-n. Silbernitrat und 100 ccm 0.2-proz. Flohsamen-Schleim⁶⁾ mit frisch bereiteter Hydrazin-hydrat-Lösung 1:1000⁷⁾ bei gewöhnlicher Temperatur im Dunkeln hergestellt worden war. Hier ermittelte man den Verlauf der Dialyse durch Bestimmung von Silber-Ion neben kolloidem Silber⁸⁾.

Der durch D.R.P. geschützte Schnelldialysator wird von Dipl.-Ing. W. Schieber in Bopfingen (Württemberg) geliefert.

¹⁾ In gleicher Weise wie hier sind die Buchstaben a bis e auf den Kurvenbildern zu verstehen.

²⁾ Die Analysenresultate stellen selbstverständlich keine absoluten, sondern nur Vergleichswerte dar. Sie sind von der Beschaffenheit und von der Größe der Oberfläche der Pergament-Membrane, von der Temperatur und dem Niveau des Außenwassers usw. abhängig, genügen aber, wie wir bei verschiedenen Wiederholungen der Versuche festgestellt haben, für Vergleichszwecke durchaus.

³⁾ Die Innenflüssigkeit im »Sterndialysator« und »Grahamschen Dialysator« muß hier durch Abdecken mit Glasplatten vor der Luft geschützt werden.

⁴⁾ l. c.

⁵⁾ Bei diesen Versuchen flossen ausnahmsweise dem »Sterndialysator« 11, dem »Schnelldialysator« 21 Wasser in der Stunde zu.

⁶⁾ Kolloid-Z. 19, 90 [1916].

⁷⁾ Z. a. Ch. 32, 350 [1902].

⁸⁾ B. 55, 748 [1922].