

Vergleichslösung. Die flockende Wirkung der ursprünglich 0.004-proz. Stärke-Lösung war durch das 10-stdg. starke Schütteln bis auf die Wirkung einer 0.0004-proz. Stärke-Lösung zurückgedrängt worden.

Zusammenfassung:

Es wird die Stabilität grobdisperser Systeme in Lösungen untersucht; hierbei wird auf Zusammenhänge mit allgemeineren Problemen hingewiesen.

1. Bei Zunahme der $MgCl_2$ -Konzentration in einer wäßrigen Suspension von Bolus alba zeigt sich ein ausgeprägtes Klärungs-Optimum bei $MgCl_2$ -Konzentrationen zwischen 0.01- und 0.1-Molarität. $MgCl_2$ -Konzentrationen über 0.1-Molarität lassen die Bolus-Teilchen zwar um so langsamer sinken, je höher die Elektrolyt-Konzentration ist, doch sinken die Teilchen auch in gesättigter $MgCl_2$ -Lösung schneller als in elektrolyt-freiem Wasser.

2. Natriumnitrat beschleunigt nicht die Klärung einer Suspension von Bolus alba in starker $MgCl_2$ -Lösung.

3. Stärke in einer Konzentration von 0.007% läßt Bolus-Teilchen, die in $MgCl_2$ -Lösungen suspendiert sind, in wenigen Minuten ausflocken und sich schnell absetzen. Schwächere Stärke-Konzentrationen flocken nur unvollkommen.

4. Höhere Konzentrationen an Stärke als die optimal flockende hingegen wirken auch deutlich stabilisierend; und zwar steigt die stabilisierende Wirkung der Stärke mit deren Konzentration. Gleichzeitig sinkt die flockende Wirkung. Die Flockungskurve und die Stabilisierungskurve überschneiden einander.

5. Das gemeinsame Klärungs-Optimum für Stärke- und $MgCl_2$ -Konzentrationen fällt mit denjenigen Stärke- und $MgCl_2$ -Konzentrationen zusammen, die auch allein optimal klären.

6. Durch einfaches Schütteln werden Bolus-Teilchen, die durch Stärke ausgeflockt waren, wieder dispergiert. Nach nur kurzem Schütteln werden die dispergierten Teilchen unter dem Einfluß der anfänglich zugesetzten Stärke wiederum ausgeflockt, doch wird die Stärke durch längeres Schütteln inaktiviert.

188. Hans Schmalfuß: Quantitative Bestimmung von Dioxy-aceton. Ein Beitrag zur Reaktionszeit-Methodik.

[Aus d. Chem. Staatsinstitut Hamburg, Universität.]

(Eingegangen am 23. März 1927.)

Für eine große Anzahl langsam verlaufender Reaktionen ist unter sonst gleichen Umständen die Zeit, die bis zu einem bestimmbareren Verlaufspunkt verstreicht, ein geeignetes Maß für die Konzentration eines der reagierenden Stoffe. So reduziert α, α' -Dioxy-aceton¹⁾ Fehlingsche Lösung in der Kälte mit meßbarer Geschwindigkeit. Die Reduktion der Fehlingschen Lösung wird unter sonst gleichen Umständen um so früher sichtbar, je höher die Konzentration des Dioxy-acetons im Reaktionsgemisch ist. Daher ist es möglich, Dioxy-aceton allein oder in Gegenwart solcher Stoffe zu bestimmen, die Fehlingsche Lösung in der Kälte nicht reduzieren und die Reduktion selbst nicht beeinflussen²⁾.

¹⁾ Das verwendete bimolekulare Dioxy-aceton wurde uns freundlicherweise von der I.-G. Farbenindustrie A.-G. überlassen, wofür wir herzlich danken.

²⁾ Verzögert wird die Reduktion z. B. durch Glykose. Mit der Aufklärung dieser bemerkenswerten Erscheinung, die vielleicht auch einiges Licht auf bestimmte Reaktionen der Fehlingschen Lösung werfen wird, bin ich beschäftigt.

Setzt man zu je 1 ccm Fehlingscher Lösung steigende Mengen einer geeigneten Dioxy-aceton-Lösung hinzu und bestimmt die Zeiten, die jeweils bis zum Einsatz der Reduktion der Fehlingschen Lösung verstreichen, so ergibt sich ein Kurvenbild³⁾ vom Typus der Figur 1. Die Kurven zeigen ein scharfes Optimum. Deshalb müssen für die Bestimmung von Dioxy-aceton festgesetzte Volumina Fehlingscher Lösung und Dioxy-aceton-Lösung verwendet werden.

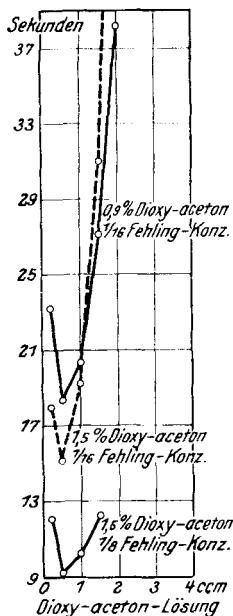


Fig. 1.

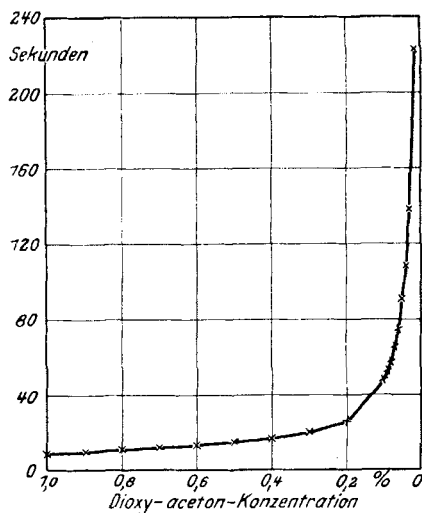


Fig. 2.

Wir fanden, daß schon kleine Unterschiede in der Konzentration der Fehlingschen Lösung Einfluß auf die Größe der Zeitspanne bis zum Einsatz der Reduktion haben. Deshalb stellen wir zu Beginn der Prüfung die Kurve der Figur 2 für die betreffende Fehlingsche Lösung auf, aus der man für jede Zeit, die jeweils bis zum Einsatz der Reduktion verstreicht, die zugehörige Dioxy-aceton-Konzentration entnehmen kann.

Der benötigte Teil der Kurve läßt sich in kurzer Zeit aufstellen. Die Genauigkeit der Methode beträgt bei geeigneter Konzentration der Dioxy-aceton-Lösung 0.001 %, bezogen auf die Lösung, wie sich aus der Kurve der Figur 2 ergibt.

Arbeitsvorschrift.

Um Dioxy-aceton-Konzentrationen zwischen 1.0 % und 0.02 % zu bestimmen, benutzen wir eine Fehlingsche Lösung, von der 50 ccm 0.1225 g Glykose reduzieren⁴⁾. Diese Fehlingsche Lösung wird auf das 8-fache verdünnt.

³⁾ 50 ccm unverdünnter Fehlingscher Lösung reduzieren 0.1225 g Glykose.

⁴⁾ Titration nach Fehling-Soxhlet, vergl. Abderhalden, Biochemische Arbeitsmethoden, Berlin 1910, II 169.

Man bringt in 10 Reagensgläser 0, 1, 2 9 ccm destillierten Wassers und füllt mit einer 0.1 (oder 1)-proz. Dioxy-aceton-Lösung jeweils auf 10 ccm auf. So entstehen Lösungen von 0.1, 0.09, 0.08 0.01 (oder 1.0, 0.9, 0.8 0.1) % Dioxy-aceton. Je 1 ccm dieser (umgeschüttelten) Lösungen wird im bezeichneten Reagensglas im Wasserbade von 20° unter Umschütteln schnell mit 1 ccm der verd. Fehlingschen Lösung versetzt. Die Zeit bis zum scharf erkennbaren Einsatz der Reduktion wird mit der Stoppuhr gemessen. Aus den so gewonnenen Zeiten und den zugehörigen Dioxy-aceton-Konzentrationen wird die Kurve wie in Fig. 2 aufgestellt.

Dann wird 1 ccm der Lösung, die auf Dioxy-aceton geprüft werden soll, mit 1 ccm der verd. Fehlingschen Lösung versetzt und in derselben Weise wie vorher die Zeit bestimmt, die bis zum Einsatz der Reduktion verstreicht. Aus der vorher aufgestellten Kurve läßt sich dann die zugehörige Dioxy-aceton-Konzentration entnehmen. Liegt die zu ermittelnde Konzentration außerhalb der Kurve, so ist die Konzentration der Lösung entsprechend zu ändern.

Die gleiche Methodik dürfte z. B. auch für andere Stoffe, die Fehling'sche Lösung in der Kälte reduzieren, brauchbar sein.

Bei der vorliegenden Arbeit wurde ich von Frl. cand. rer. nat. Martha Congehl unterstützt.

189. R. Zsigmondy und C. Carius: Einfache Versuche zur ungefähren Ermittlung der Teilchengrößen in Hydrosolen.

(Eingegangen am 28. März 1927.)

Genauere Methoden zur Ermittlung von Teilchengrößen in kolloiden Lösungen sind u. a. gegeben durch die Ultramikroskopie und die Bestimmung der Sedimentations-Geschwindigkeit unter dem Einfluß der Schwerkraft und der Zentrifugalkraft. Beide Methoden sind aber nicht immer durchführbar, da sie an das Vorhandensein bestimmter Bedingungen geknüpft sind, die zuweilen nicht erfüllt sind. Die Größenbestimmung auf ultramikroskopischem Wege ist z. B. an die Sichtbarkeit und ungefähre Gleichteiligkeit der vorhandenen Kolloidteilchen gebunden, die Bestimmung der Sedimentations-Geschwindigkeit der Teilchen in kolloiden Lösungen an das Vorhandensein einer genügend kräftigen und vollkommenen Zentrifuge, die auch die feineren Teilchen zur Sedimentation zwingt, die Kenntnis des spez. Gewichts der Teilchen u. a. m.

Die Herstellung von solchen Maschinen ist The Svedberg zwar durch Konstruktion der Ultrazentrifuge gelungen, mit ihrer Hilfe kann man sogar größere Moleküle zur Sedimentation bringen; der kostbare Apparat befindet sich aber meines Wissens erst in zwei Exemplaren in Upsala und ist sonst wohl kaum zugänglich.

Begnügt man sich jedoch mit einer vorläufigen Feststellung der Größenordnung der Teilchen in kolloiden Lösungen, so bietet die Filtration durch Filter abgestufter Porengröße ein gutes Hilfsmittel, um Dinge ohne allzugroße Mühe in Erfahrung zu bringen, die sonst der Untersuchung schwer oder zuweilen sogar völlig unzugänglich sind.

Wir haben auf diese Weise kürzlich festgestellt, daß Hydrosole, die wegen ihres homogenen Aussehens und ihrer Unfähigkeit, in Schichten von laboratoriumsmäßig zu beherrschender Höhe merklich zu sedimentieren, für sehr feinteilig gehalten wurden, tatsächlich zuweilen sehr grobteilig sind, viel gröber als absetzende Suspensionen von Gold (mit Teilchen zwischen