

**Zeitschrift:** Bulletin de la Société Fribourgeoise des Sciences Naturelles = Bulletin der Naturforschenden Gesellschaft Freiburg

**Herausgeber:** Société Fribourgeoise des Sciences Naturelles

**Band:** 57 (1967-1968)

**Heft:** 2

**Artikel:** Die Reproduzierbarkeit der sogenannten "empfindlichen Kupferchloridkristallisation"

**Autor:** Nickel, E.

**Kapitel:** 4: Klimakammer und Arbeitsbedingungen

**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-308434>

### **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

### **Terms of use**

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

**Download PDF:** 02.04.2025

**ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>**

man spricht von indiziertem Magen, wenn Rosetten am Zentrum auftreten, man spricht von Unterleibskrebs, wenn sich im langstrahligen Teil des BKB Querstörungen zeigen. Man kürzt die Sprechweise ab und stellt Lungen-U, isometrische Herzpolygone usw. fest. Mißverständnisse *miüssen* auf diese Weise auftreten, denn es kann der Eindruck entstehen, als ob durch diese Ausdrucksweise eine Kausalanalyse entbehrlich wäre. Da wir uns gerade um letztere bemühen, begreift man die Problematik der Ausgangssituation!

Da es unvermeidlich ist, die Zeichendeutung zur Kenntnis zu nehmen, damit man nicht nur im Vorfeld der Methode sehr unspezifische Feststellungen trifft, so hängt das Gelingen der Arbeit schließlich davon ab, in welcher Weise man bei der Faktorenanalyse von der Zeichendeutung wieder abstrahieren kann.

Somit ergibt sich der folgende Gesamtaufbau der Arbeit: Wurde in diesem 3. Kapitel die «Praxis» unter Trennung der morphologisch-deskriptiven und der zeichendeutenden Aspekte dargelegt, so werden nach dem 4. Kapitel über die äußeren (klimatechnischen) Bedingungen im 5. Kapitel die Faktoren noch einmal diskutiert und die Teste des 6. Kapitels angeschlossen.

#### 4. KLIMAKAMMER UND ARBEITSBEDINGUNGEN

##### *a) Einrichtung eines klimatisierten Labors*

Die empirischen Vorschriften für die «empfindliche Kristallisation» werden in den einzelnen Labors in vielfachen Variationen zu realisieren versucht. Oft sind die Kästen oder Boxen nicht zu betreten und erlauben auch wenig Experimentierfreiheit. Um diese Unklarheiten und Unsicherheiten zu vermeiden, richteten wir einen (gemauerten) Raum von ca. 16 m<sup>3</sup> Rauminhalt als Klimakammer ein (s. auch U. Ehrenwerth 1961). Er wurde mit 10 cm starken Korkplatten und einer doppelten Decke isoliert, der Zugang mit einer Gummi-gedichteten Luftschutztür versehen. Ein serienmäßiger Büroklimatisator der Fa. Frigidaire (Modell Super 33)<sup>1</sup> der in einem Mauerdurchlaß stand, wurde durch

---

<sup>1</sup> Kompressorstärke 1/3 PS; Luftumwälzung 340 m<sup>3</sup>, davon Frischluft 70 m<sup>3</sup>.

zusätzliche Zirkulations- und Schaltsysteme zu einem leistungsfähigen Klimagerät umgeschaltet. Über die Wirkungsweise hat J. Dudler (1957) kurz berichtet.

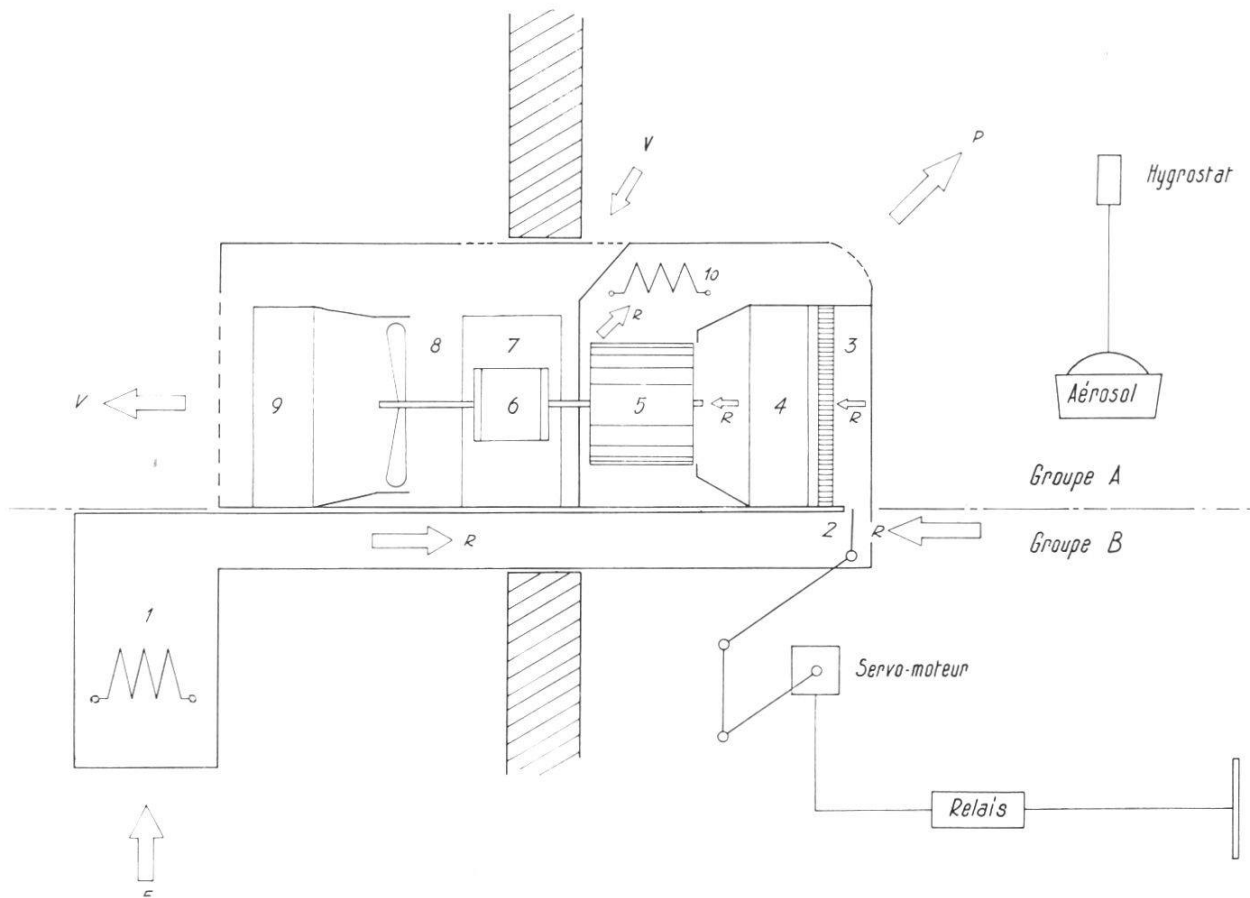


Abb. 8 Schema der Klimaanlage. Frigidaire-Bürogerät (groupe A) kombiniert mit direkt gesteuertem Luftkanal (groupe B).

1 Außenheizung, 2 Regelklappe, 3 Filter, 4 Kühlaggregat, 5 Zentrifugalventilator, 6 Motor, 7 Kompressor, 8 Achsalventilator, 9 Kondensator, 10 Innenheizung. Die Pfeile zeigen die Luftführung an. Das Kontaktthermometer (rechts unten) steuert über das Relais den Servomotor. Der Hygrostat befindet sich nahe der Luftaustrittsöffnung.

Das Schema (Abb. 8) ist der dortigen Arbeit entnommen; Gruppe A zeigt die Einheiten des Standardgerätes, Gruppe B den zusätzlichen Kreislauf, durch den eine vorgeheizte Luft der Innenluft zugemischt wird. Die Zumischung erfolgt durch Sog von der Gruppe A her; auch beim Abblasen in den Raum war kein weiterer Ventilator eingebaut. Die Zumischung wird durch eine Klappe geregelt, die der Servomotor direkt vom Kontaktthermometer des Raumes her steuert. – Die Feuch-

tigkeit wird durch einen der üblichen mit Wasserzerstäubung arbeitenden Zimmerfeuchter (Defensor Junior) – kombiniert mit Haarharfe (Honeywell) – geregelt; zur Verwendung kommt ein durch Ionenaustausch gereinigtes Wasser<sup>1</sup>.

In der Raummitte befindet sich das Gerüst für die Aufnahme der Kristallisierplatten. Hier schwankten die Ablesungen auf dem Beckmann-Thermometer um  $0,2^{\circ}\text{C}$  (bzw.  $0,02^{\circ}\text{C}$  in aufgestellten Flüssig-

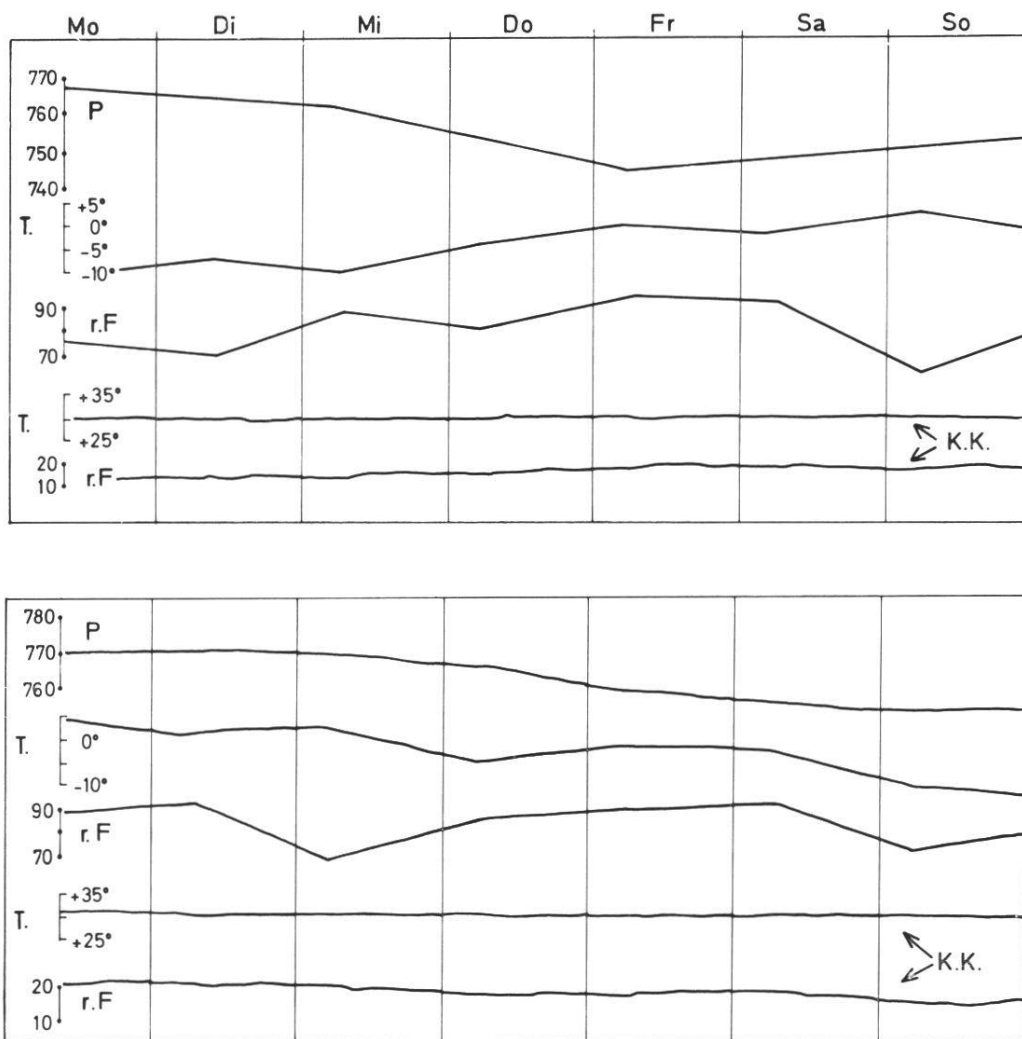


Abb. 9 Vergleich von Außen- und Innenbedingungen bei der Klimatisierung gezeigt an zwei Testwochen im Januar, bzw. Februar. Die Kurven von oben nach unten zeigen: P = Außendruck (unkorrigiert); T = Außentemperatur; r. F. = Außenfeuchte; K.K. = Temperatur- und Feuchtebedingung in der Klimakammer.

<sup>1</sup> Wieder aufgegeben wurde ein System periodischer Dampfführung ebenso wie eine komplizierte progressive elektronische Steuerung. Die Schaltperioden waren zu lang und die Stabilisierung schleppend.

keiten), bei einer Feuchtetoleranz von maximal  $\pm 2\%$  rel. Feuchte, Belastung durch Anwesenheit eines Mannes oder gelegentliches Öffnen der Tür eingeschlossen. Auch geräteseitig ist die Störungsanfälligkeit der Klimakammer praktisch gleich Null.

Da diese von uns benutzte Art der Klimatisierung wenig Aufwand erfordert und in ihrer Leistung noch nicht beschrieben worden ist, seien an Hand einiger Diagramme die Stabilitätsbedingungen belegt:

Abb. 9. Vergleich von Außen- und Innenbedingungen demonstriert an zwei Testwochen (im Jan. bzw. Febr.). Hierzu ist zu ergänzen, daß der (isolierte, abgesperrte) Raum bei ausgeschaltetem Klimagerät einen Tagesrhythmus von  $11\text{--}15^\circ\text{C}$  hatte (Außentemperatur:  $3\text{--}13^\circ\text{C}$ ).

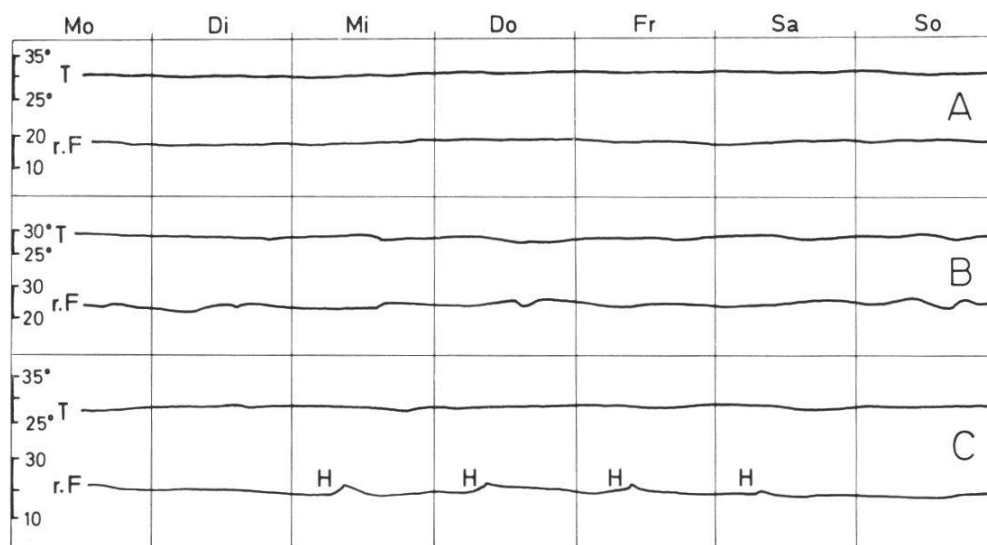


Abb. 10 Feuchteinstellung in der Klimakammer nach Art der improvisierten Zellen (Monat April):

- A: Temperatur und Feuchte der leeren Kammer
- B: in der Kammer sind ununterbrochen zwei Wasserhähne geöffnet (mittelstarker Ausfluß)
- C: es wurde jeden Tag ein feuchtes Handtuch (H) ausgehängt.

Abb. 10. Empfindlichkeit der Feuchteinstellung. Auch eine große Feuchtedosierung bedingt durch zwei geöffnete Wasserhähne (Kurven B), wird von unserer Klimakammer noch ertragen. Da in den Kristallisationszellen die Feuchte häufig durch Auslegen von nassen Tüchern gesteuert wird, zeigt das untere Kurvenpaar (Kurven C) den Einfluß solcher Feuchtespender auf unser System. Allgemein ist zu bemerken, daß der Feuchtefühler schnell auf die zugeblasene Umluft reagieren muß; bei verzögerter Aerosolzuführung steigt die Temperatur rasch an.

Abb. 11 zeigt die große Stabilität bei Belastung der Klimakammer. Die Mittelwerte lassen sich auch unter solchen wechselnden Beanspruchungen über Wochen aufrecht erhalten, obwohl (wegen der Lage des Raumes im Stockwerk unter dem Dachboden) die Außenbedingur-

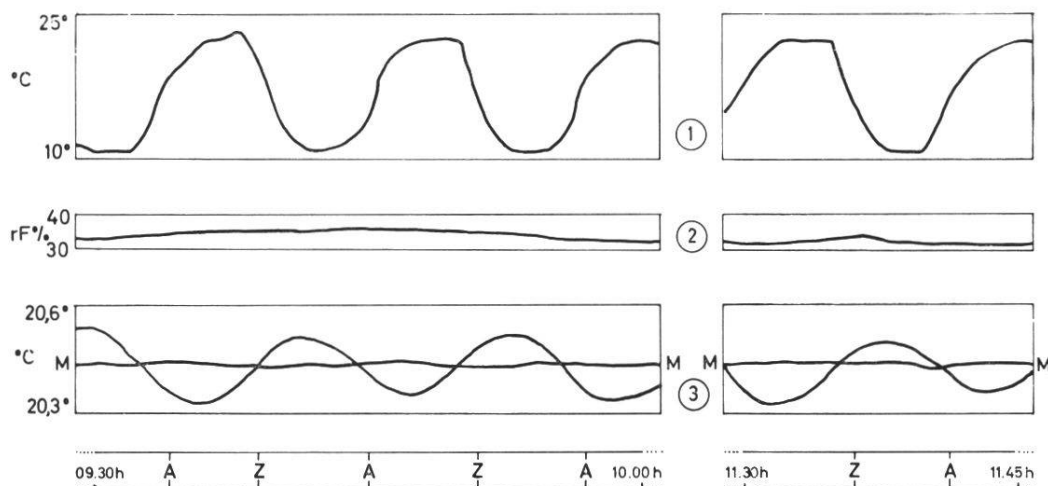


Abb. 11 Belastungsfähigkeit der Klimaanlage

Links Schemata für die leere Klimakammer; rechts Darstellung der Werte nach einem 90 minütigen Aufenthalt einer Person in der Kammer. Meßdauer: 9,30–10 Uhr ohne Belastung; 11,30–11,45 Uhr mit Belastung. (Angabe der Luftzumischung: A = Regel-Klappe auf, B = Regel-Klappe zu).

- Kurven: (1) Temperatur der in den Raum geblasenen Mischluft  
 (2) Relative Feuchte in der Kammer  
 (3) Ablesung des Beckmann-Thermometers in Luft, bzw. in Flüssigkeit (M).

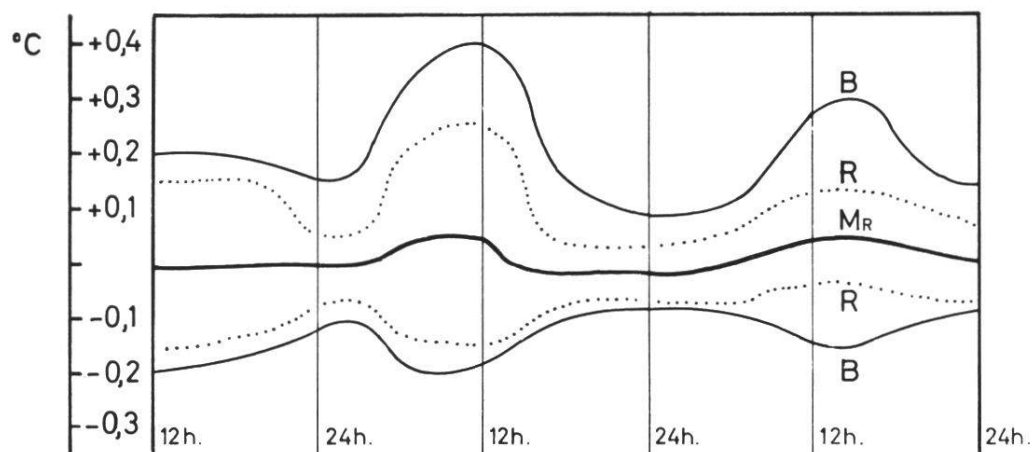


Abb. 12 Beispiel für Temperaturschwankungen (Tag/Nacht-Rhythmus) an einer der Meßstellen des Klimaraumes.

B = Ablesung am Beckmann-Thermometer in Luft, R = Werte des Registriergerätes (Recorder/Honeywell);  $M_R$  = Mittelwert für die Recorderanzeigen (= ungefährer Gang der Registrierkurve).

gen stark schwanken. Diese Stabilität gilt für Einstelltemperaturen von ca. 15–38°C in der Klimakammer.

Abb. 12 demonstriert, in welcher Weise der Tag/Nacht-Rhythmus aufgefangen wird.

Eine Anlage vom beschriebenen Klimatisierungstyp, die ohne Vor-kammer auskommt, hat natürlich nicht an allen Stellen des Raumes gleiche Temperatur, besonders deswegen nicht, weil wir (wegen der ausliegenden offenen Kristallisierschalen) keine starke Umluftbewegung durchführen. Die Suche nach dem geeignetsten temperaturkonstanten Ort ist verbunden mit einer stauungsfreien Regelung der Luftzirkulation (Prüfung der Durchspülung mittels Rauchwolken und Papierbanderolen).

Über die Größe der Temperaturschwankungen geben folgende Zahlen Auskunft:

	Maximale Differ. zwischen den Meßstellen	Maximale Differ. an einer Meßstelle	Differenzen am besten Meßpunkt
Meßstellen in 50 cm Raumhöhe	$\pm 0,8$	$\pm 0,55$	$\pm 0,25$ °C
Meßstellen in 115 cm Raumhöhe	$\pm 1,0$	$\pm 0,75$	$\pm 0,15$ °C

d. h. also, daß auch eine Tischplatte in bestimmter Höhe des Raumes nur bei begrenzter Ausdehnung homogene Bedingungen hat. Daher fangen auch die Kristallisationen nicht auf allen Kristallisierschalen gleichzeitig an.

An der besten Meßstelle des Raumes ergeben sich bei minütlicher Ablesung am Kontrollthermometer die folgenden Abweichungen von 20,00°C (aufgeschrieben sind die Ziffern hinter dem Komma):

(zu) +,02 +,02 +,03 +,03 (auf) +,03 +,02 +,02 +,01 ,00 ,00 ,00 ,00 (zu) ,00  
+,01 +,01 ,00 ,00 (auf) ,00 ,00 ,00 ,00 ,00 ,00 ,00 -0,01 -0,01 -0,01 (zu) -0,01 -0,01  
,00 ...

Erfaßt ist also ein Zeitraum von 30 Minuten mit dreimaligem Schließen der Regelklappe.

Innerhalb der von der Kupferchloridmethode verlangten Bedingungen ergeben sich keine klimatechnischen Schwierigkeiten, da das verwendete Frigidaireaggregat als Büroklimatisiergerät ungefähr auf die Temperatur-Feuchte-Verhältnisse ausgelegt ist, wie wir sie zur Züchtung benötigen. Will man aber die Klimabedingungen stärker variieren, wie es beim Einsatz der Anlage für andere Kristallisationszwecke oft

notwendig ist, so muß man mit Hilfe des Mollier-Diagramms (Abb. 13) die Abhängigkeit von Temperatur, Feuchte und Wärmeinhalt (Enthalpie) bestimmen.

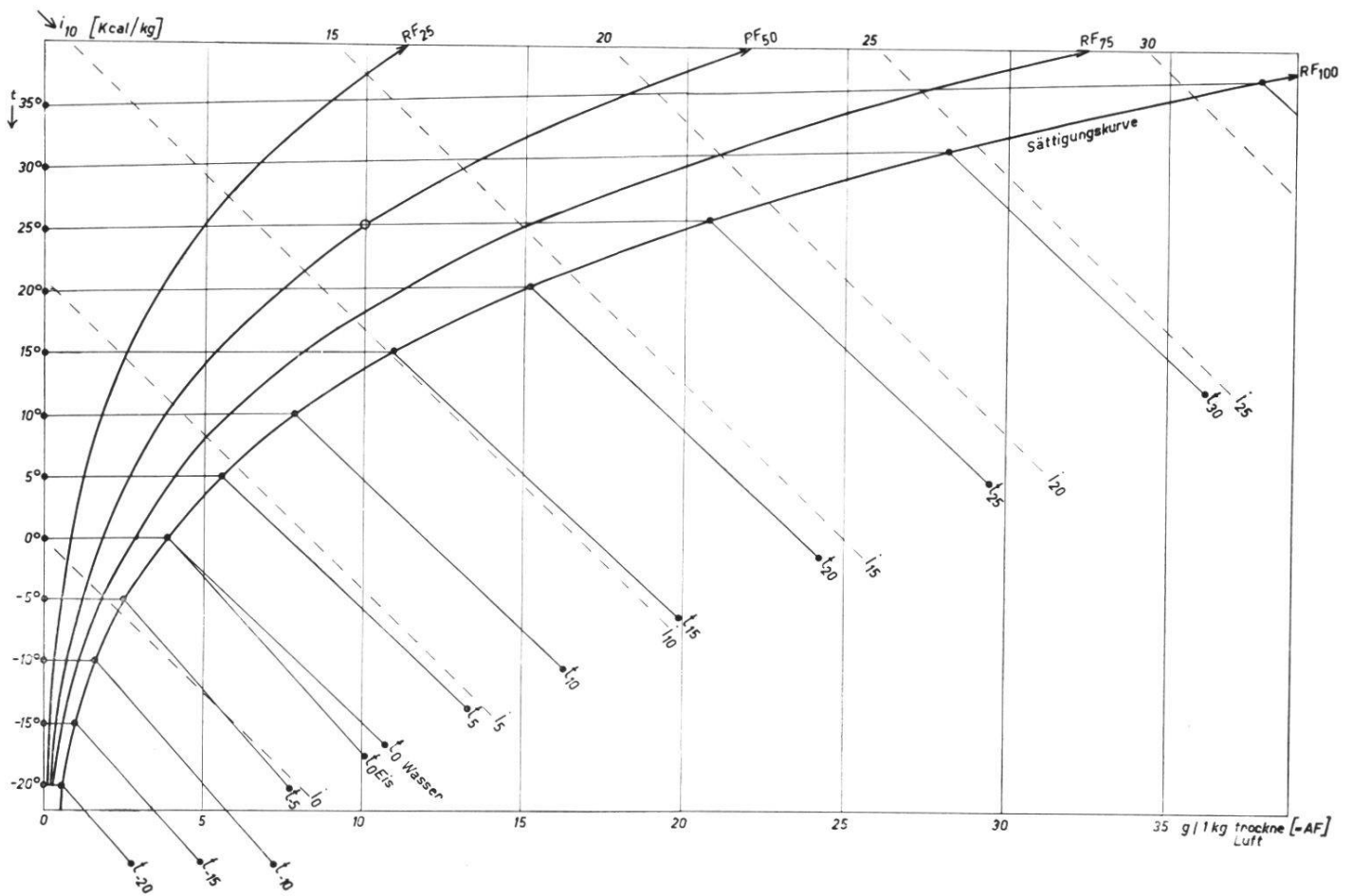


Abb. 13 Vereinfachtes Mollier-Diagramm für feuchte Luft.

Weggelassen ist das meist mit Randmaßstab zusätzlich eingetragene  $di/dx$ -Verhältnis, welches man braucht, um die Richtung der Zustandsänderung bei Dampfzuführung ablesen zu können; wie im Text vermerkt, geht bei den für Klimaanlage infrage kommenden Werten diese Verschiebung annähernd parallel der Isothermen.

Weggelassen ist ferner die Veränderung des spez. Gewichtes (etwa zwischen 1,2 und 1,1  $\text{kg}/\text{m}^3$ ) und die Dampfdruckkurve, die als ansteigende Gerade relativ zur AF einzutragen wäre.

Es verbleiben an gekrümmten Kurven die Linien gleicher RF; 100 % RF ist die Grenzkurve gegen das Nebelgebiet.

Die  $i$ -Werte sind nach rechts absteigende Geraden; die Isothermen steigen im untersättigten Gebiet an, laufen aber im übersättigten Gebiet dem Wärmeinhalt  $\pm$  parallel. (Man beachte die gleichbleibende Richtung der Geraden konstanten Wärmeinhaltes relativ zur Aufgabelung der Isothermen für Wasser und Eis).

Das Diagramm basiert auf Werten für 735 mm Hg Druck.



Das Mollier-Diagramm ist als schiefwinkliges Diagramm mit den Koordinaten Enthalpie : Wasserdampfgehalt konstruiert und wird nach Anbringung einer rechtwinkligen Hilfsabszisse und eingetragenen zusätzlichen Linien zum Diagramm des Klimatechnikers.

Das zugrunde liegende System besteht aus trockener Luft (L) und Wasserdampf (D). Man legt 1 kg Trockenluft vor, das ist etwas weniger als 1 m<sup>3</sup> (denn die Wichte der Trockenluft bei 20°C/760 mm Hg ist 1,2 kg/m<sup>3</sup>); die anteiligen kg Wasserdampf (bzw. die Gramm-Werte) geben die absolute Feuchte (AF).

Das auf 1 kg trockener Luft basierende System wiegt also (1 + x) kg. Seine Enthalpie ist:

$$i_{(1+x)} = i_L + x \cdot i_D = 0,24 t + x (597 + 0,46 t) \quad \text{Kcal/kg}$$

Die Vertikalen des Diagramms sind die Linien gleichen Wasserdampfgehaltes (AF); hingegen laufen die Geraden gleicher Enthalpie diagonal nach rechts unten. Sie schneiden im Übersättigungsgebiet die (zusätzlich eingetragenen) Kurven der relativen Feuchte (RF = Quotient aus wirklicher Dampfmenge in der Luft und Sättigungsmenge bei gleicher Temperatur) und der Temperatur. Im Übersättigungsgebiet, also unterhalb der Sättigungskurve, aber laufen Enthalpielinien und Isothermen fast parallel; die im oberen Teil des Diagramms leicht ansteigenden Isothermen sind also am Taupunkt nach rechts unten geknickt.

Betrachten wir den durch einen Kreis im Diagramm (Abb. 13) gekennzeichneten Punkt: das hier repräsentierte System hat bei 25°C eine relative Feuchte RF = 50 %, eine absolute Feuchte AF = 10 (g/kg Trockenluft).

Erwärmen wir, so bewegen wir uns vertikal nach oben. Die AF bleibt, die RF ist bei 38°C nur noch 25 %. Kühlen wir vorsichtig (d. h. von einem Punkt nicht unterhalb des Taupunktes gleicher AF), so steigen wir vertikal ab; bei 18°C werden 75 % RF durchschritten, bei 14°C wäre RF = 100 %, die Sättigungsgrenze erreicht; weiteres Abkühlen würde Tropfen ausscheiden (Taupunkt).

Um die Sättigungsgrenze zu unterschreiten und ins Nebelgebiet zu kommen, muß man die Kühlfläche des Gerätes kälter halten als die Taupunkttemperatur. In diesem Falle erfolgt die Kühlung nicht längs der Vertikalen abwärts, sondern unter steter Verminderung der AF (Naßkühlung); die Kühlfläche habe z. B. 5°C, dann bewegt sich das System während des Kühlens vom Ausgangspunkt in Richtung des Knickpunktes der 5°-Isotherme, also schräg nach links absteigend. Hat sich die Temperatur von 25°C auf 15°C gesenkt, so enthält 1 kg Trockenluft statt 10 kg Wasserdampf schon weniger als 8 g, bei 5°C verblieben etwa 6 g im System.

Eine Befeuchtung untersättigter Luft ist führbar bis zur Sättigung. Will man isotherm feuchten, so muß man Dampf zusetzen, die Temperatur steigt minimal, die Enthalpie nimmt stark zu. Zerstäubt man hingegen Wasser, wie in unserem Falle, so ändert sich die Enthalpie wenig; wir bekommen bei gleichzeitiger Kühlung ein ungefähres Entlangfahren parallel der Linien konstanter Enthalpie i.

## b) Bedingungen in Kristallisationskästen

Zur Herstellung eines klimatisierten Bereiches bedarf es je nach der Anlage eines größeren Raumvolumens, in dem die Zonen der gewünschten Eigenschaften als *Ausschnitt* enthalten ist.

Die Praktiker der  $\text{CuCl}_2$ -Methode halten Zellen von  $5 \text{ m}^3$  für ausreichend; je kleiner die Zellen, um so weniger definiert ist die Konstanz während der Kristallisation. Hier gibt es einen «Gang» der Temperatur- und Feuchtwerte. Aus diesem Grunde ist auch unsere Klimakammer nicht das genaue Abbild der üblich verwendeten Zellen, denn bei uns werden auch während der Kristallisation dauernd konstante Bedingungen aufrechterhalten.

Der extreme Fall einer einfachen Klimazelle ist ein leerer Trockenschrank. Da man neuerdings bei der  $\text{CuCl}_2$ -Methode zu sehr kleinen Kristallisationsbehältern <sup>1</sup> übergeht, ist es nützlich, an einem Trockenschrank die Abfolge einer Kristallisation (Eindunstungs- und Reifephase, Kristallbildung, Trocknung) darzustellen. Die Konditionierung der Praktiker ist ja absichtlich so bemessen, daß nicht nur die Kristallisation eine gewisse Dauer hat, sondern ihr auch eine genügend lange Verweilszeit vorangeht.

Welches die optimalen Verhältnisse sind, ist bislang noch nicht begründet worden. Es gibt auch noch keine verbindliche Antwort darauf, ob eine bestimmte Feuchte oder Art der Durchlüftung (Luftspülung über den Platten) von Belang ist; welchen Einfluß Strahlungswärme hat und ob es erwünscht ist, vor oder während der Kristallisation einen bestimmten «Gang» der Feuchte oder der Temperatur zu haben.

Als Hinweis auf die Probleme der Praktiker seien die Ergebnisse von Versuchen an einem 70 l Schrank (Heräus-RT 500) mitgeteilt (Abb. 14–16).

Dieser Trockenschrank lieferte uns bei geöffneter Durchlüftung und in mehreren Versuchsreihen (bei gleichzeitiger großer Außenfeuchte) eine «charakteristische» absolute Feuchte von 6–7 g/kg, was sich ent-

---

<sup>1</sup> Einige Beispiele für die variablen Voraussetzungen: Pfeiffer, der 1935 einen Klimaraum von  $4 \times 2,5 \times 2,5 \text{ m}$  zur Verfügung hatte, empfahl eine auf den Tisch stellbare «Kapelle», die, auf Füßen stehend, von unten Frischluft erhält; Heizung elektrisch. – Selawry stellt in einem geeigneten Raum telefonkabinenartige Einzelkammern auf; Inhalt etwa  $5 \text{ m}^3$ . Jung begnügt sich mit  $1 \text{ m}^3$ , v. Hahn's Kammer ist noch kleiner und sehr eng bestückt; auch Rolofs Kammer ist sehr klein.

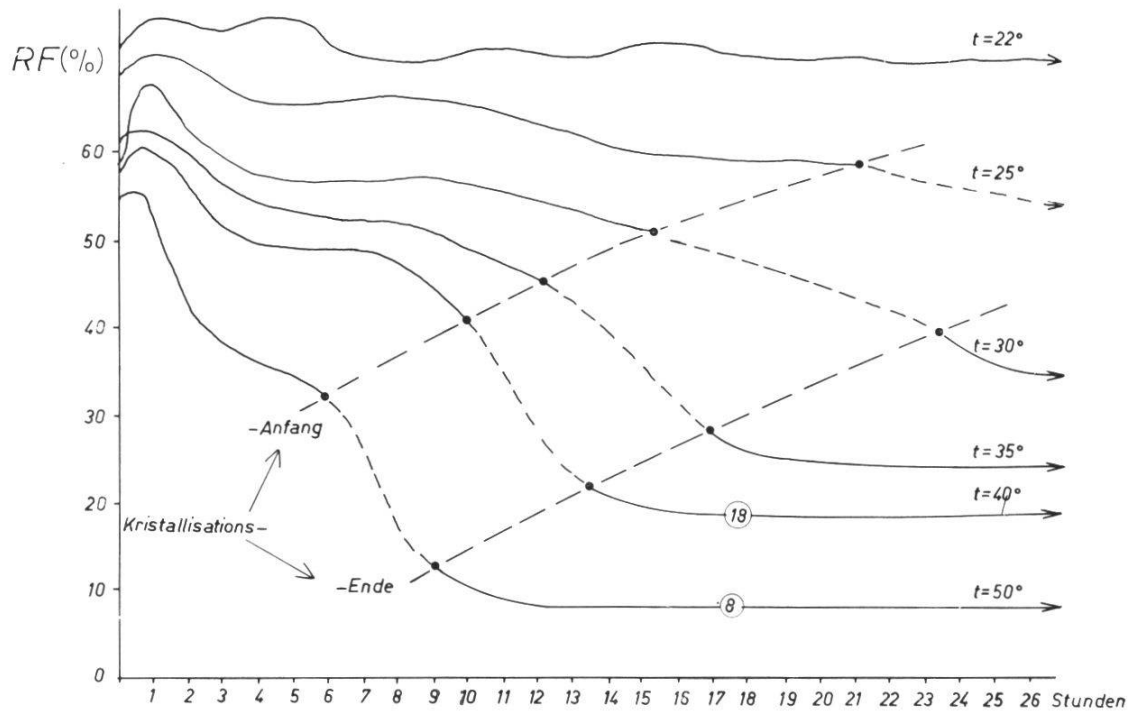


Abb. 14 Kristallisationsdauer und Gang der Feuchte im Trockenschrank bei verschiedenen Einstelltemperaturen (22°C ... 50°C).

Vor der Kristallisation versucht sich die Feuchte entsprechend den hineingestellten Schalen einzustellen; sie sinkt mit beginnender Kristallisation stark ab, um schließlich die stationären Werte für den leeren Schrank (r. F.: 8 %, 18 % ... usw.) zu erreichen.

sprechend der Temperatur in relativen Feuchten äußert, etwa: 20°C – 40 % RF; 30°C – 25 % RF; 40°C – 15 % RF; 50°C – ca. 8 % RF usw. Folgende Varianten sind nun zu probieren: (Tr = Trockenschrank)

- (1) Tr leer
- (2) Tr + Feuchteschalen
- (3) Tr + Trockenmittel
- (4) Tr + CuCl<sub>2</sub>-Lösung
- (5) Tr + Feuchteschalen + CuCl<sub>2</sub>-Lösung
- (6) Tr + Trockenmittel + CuCl<sub>2</sub>-Lösung
- (7) Tr + Feuchteschalen + Trockenmittel + CuCl<sub>2</sub>-Lösung

(1) Dieser Fall ist durch die obengenannten Werte bereits besprochen; die Messungen erfolgten durch hineingestellten Brown-Recorder. Die AF ändert sich erwartungsgemäß kaum; die RF stellt sich je nach der Differenz der Einstellwerte zu den Außenbedingungen etwas langsamer als die Temperatur ein; ca. 3<sup>h</sup> für die Temperatur, bzw. 5<sup>h</sup> für die Feuchte.

(2) Durch hineingestellte Wasserschalen wird die Feuchte heraufgesetzt. Hatte man bei 33°C im leeren Trockenschrank 20% RF, so erhöht eine 16 cm Ø Wasser-

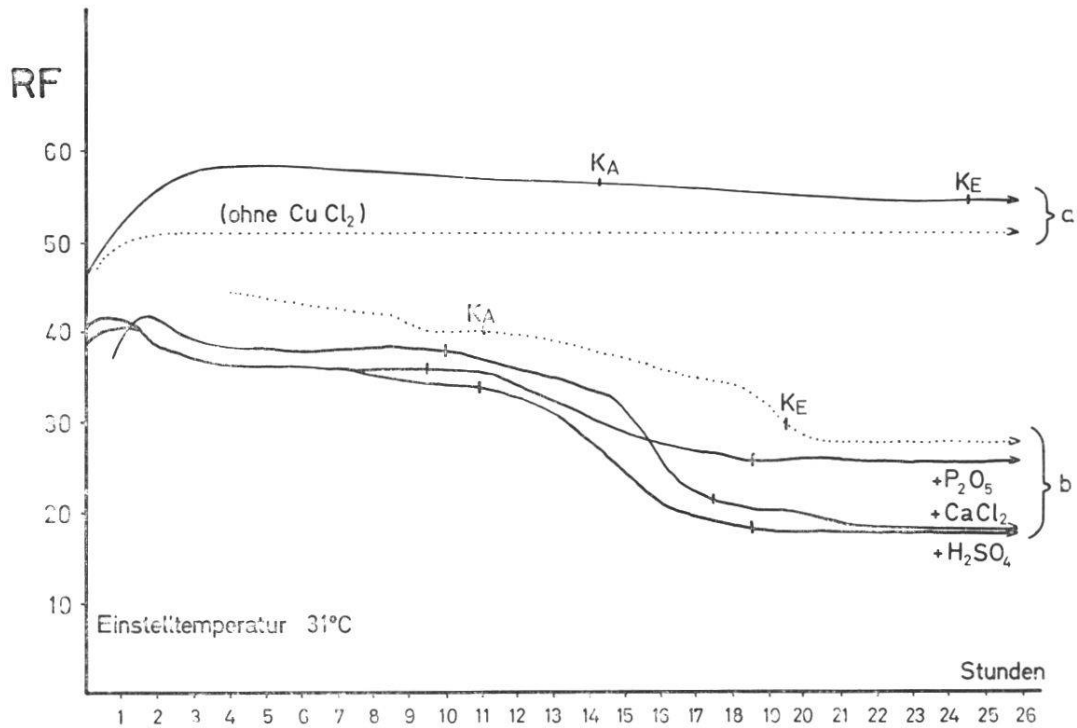


Abb. 15 Einfluß von Feuchtigkeit *oder* Trockenmitteln auf die Kupferchloridkristallisation; am Beispiel einer Einstelltemperatur von 31°C.

*Obere Kurven:* (a) Die gestrichelte Kurve zeigt den Gang der RF bei Einsatz von 2 Wasserschalen in den leeren Trockenschrank. Die ausgezogene Kurve hingegen gilt für 2 Wasserschalen + CuCl<sub>2</sub>-Lösung. K<sub>A</sub>/K<sub>E</sub> = Anfang und Ende der Kristallisation.

*Untere Kurven:* (b) Die gestrichelte Kurve entspricht der Kristallisation von CuCl<sub>2</sub> im leeren Schrank. Die ausgezogenen Kurven geben den Gang der RF bei Anwesenheit von CaCl<sub>2</sub> (200 g), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (98 %ig; 1 Schale) und P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (100 g) wieder. Die zum P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> gehörende Kurve der RF weicht wegen der starken Wärmeentwicklung von den anderen Trockenmitteln ab.

schale auf 33 % RF, zwei Schalen auf 40 % RF. Die AF steigt demnach von 6 auf 10,5, bzw. 17,5. Weitere Schalen erhöhen die Feuchte nicht mehr im gleichen Maße.

Eine vorgegebene Temperatur von 48°C liefert 8 % RF (AF 5,6); eine Schale erzeugt 21 % RF (AF 16); zwei Schalen 30 % RF (AF 21); drei Schalen nur 33 % RF (AF 23); sechs Schalen 50 % RF (AF 36). Man erhält pro Wasserschale subparallele immer enger zusammenrückende Kurven im RF/T-Diagramm. Alle diese Werte sind nach erfolgter Einstellung stationär.

Wird statt reinen Wassers eine Lösung genommen (z. B. CuCl<sub>2</sub>), so ist eine Änderung des Feuchterhöhungseffektes erst bei stark konzentrierten Lösungen bemerkbar.

(3) Gegenversuche, die Feuchte mit Trockenmitteln zu drücken, verlaufen nicht so klar. Immerhin gelingt es, mit 98 %iger Schwefelsäure, mit Calciumchlorid

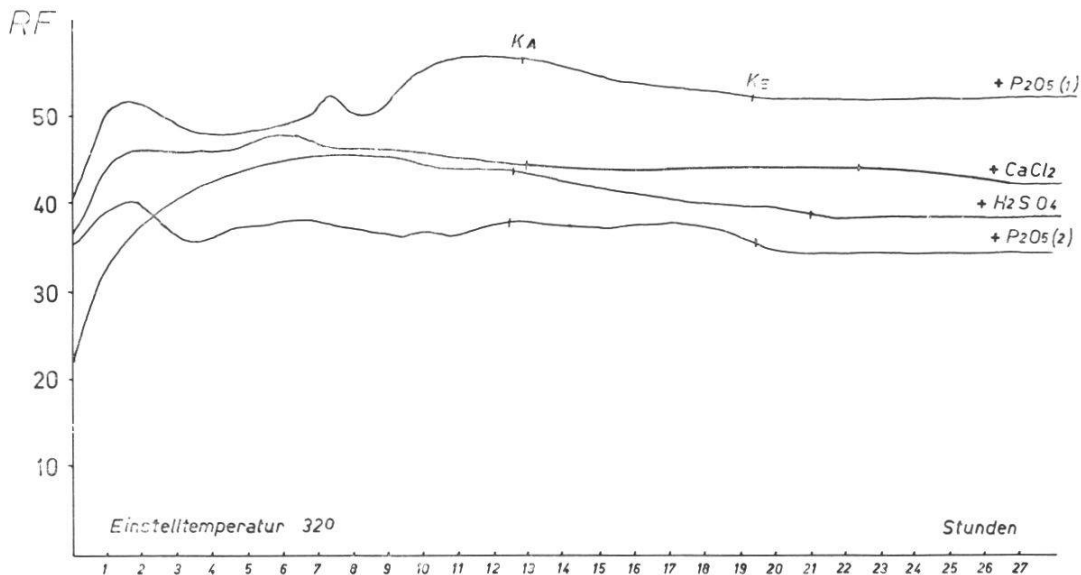


Abb. 16 Einfluß von Feuchtung mit Trockenmittel ( $P_2O_5$ ,  $CaCl_2$ ,  $H_2SO_4$ ) kombiniert, Einstelltemperatur  $32^\circ C$ .

Ständiger Zusatz von 2 Schalen Wasser zu wechselnden Trockenmitteln gilt folgende Kurven: Oberste Kurve 75 g  $P_2O_5$ , unterste Kurve 200 g  $P_2O_5$ ; starkes Schwanken der Feuchte während der Versuchsdauer. Besser als eine Schale  $H_2SO_4$  (konz.) gleicht der Zusatz von 200 g  $CaCl_2$  die Feuchteschwankungen aus.

oder Phosphorpentoxyd, die Feuchte von beispielsweise 30 % RF (entsprechende Temperatur ca.  $27^\circ C$ ) auf 22 % RF herabzusetzen.

(4) Die Anwesenheit von  $CuCl_2$ -Lösung im leeren Trockenschrank ändert die Kurven. Wenn die Kristallisation lange hinausgeschoben wird, stabilisiert sich zwischenhinein die Feuchte analog (2). Ist die Lösung genügend konzentriert (ca. 70 %), so macht sich, wie auch in getrennten Versuchen festgestellt wurde, eine langsam sinkende Feuchte geltend. Mit beginnender Kristallisation sinkt die Feuchte schnell und erreicht nach Ende der Kristallisation den für den Leerschrank erwartbaren Feuchtwert.

Allen Versuchen sind jeweils 10 Schalen  $CuCl_2$ -Lösung zugrundegelegt, Ansatz mit 20 % iger Konzentration.

(5) Gemäß (4) ist unter gleichen Versuchsbedingungen der Feuchteabfall während der Kristallisation vergleichbar. Unterschiedliche Kammern aber würden von der kritischen Phase an (also schon vor Beginn der Kristallisation) einen unterschiedlichen Gang der Feuchte haben. Will man diesen Faktor ausschalten, so muß man den Abfall der Feuchtekurve vermeiden.

Man verringert das Gefälle schon dadurch, daß man die Innenfeuchte hebt, also möglichst bei tiefer Temperatur arbeitet; die optimale Versuchszeit (s. oben) beschneidet aber die Variation. Ebenso wenig kann man sich durch hineingestellte Wasserschalen helfen, zwar bleibt die Feuchte in diesem Falle auch während der Kristallisation annähernd gleich hoch, aber die Versuchsdauer ist zu lang.

(6) Es bleibt der Gegenversuch, nämlich die Feuchte vor Beginn der Kristalli-

sation zu drücken. Hinzugesetzte Trockenmittel setzen zwar die Feuchte herab; aber da der Trocknungseffekt vor und nach der Kristallisation der gleiche ist, bleibt auch das Gefälle während der Kristallisation erhalten. Im Gegenteil, es wird, wie die Kurven zeigen, die Kristallisationsphase abgekürzt und dadurch das Gefälle gesteigert.

(7) Die Kombination von Trocken- und Feuchtemittelzusatz dämpft die anfänglichen hohen Feuchten und vermeidet das Absinken der Feuchte nach erfolgter Kristallisation. Die Kombination Wasser + Calciumchlorid scheint am besten geeignet zu sein. Durch die bei unserem Trockenschrank festliegenden Lüftungsbedingungen ist das Einsetzen der Kristallisation zeitlich festgelegt; bei entsprechend variablen Geräten läßt sich die Dauer der Kristallisation in tragbaren Grenzen halten.

Will man also von der großräumigen Klimakammer zum beschränkten Reaktionsraum übergehen, so verläßt man ein im Prinzip abgeschlossenes klimatisiertes System. Man geht zu einem System über, das auf Austausch mit der Außenluft angewiesen ist und das (abhängig von der Art des Austausches) seine Feuchte einstellt. Erst wenn dieses System «feuchtegepuffert» ist, können die mit ihm erhaltenen Ergebnisse mit denen eines großen Klimaraumes verglichen werden.

### *c) Die Arbeitsvorschrift für Blutkristallisationsbilder*

Zur Herstellung von BKB im Serienversuch wurden mit geringen Anpassungen die Vorschriften nach Pfeiffer und nach Selawry angewandt.

Die Kristallisierschalen werden aus Glasplatten («bestes Flachglas»,  $\varnothing$  104 mm) hergestellt, auf die man einen Glas- oder Zelluloidring mit Wachs befestigt. Für die Befestigung der Zelluloidstreifen (Höhe 10 mm) benutzt man passende Aluminium-Schablonen.

Die Reinigung der Platten ist vielfach übertrieben worden. Ungereinigte, sogar schmutzige Platten, die aber fettfrei sein müssen, geben (in einer Serie zusammen mit gereinigten Platten verwendet) häufig BKB gleicher Güte. – Spätestens nach zweimaliger Wiederverwendung ist die Plattenoberfläche nicht mehr einwandfrei; solche Platten dienen zum Eindecken der BKB. Auf diese Weise eingedeckte und mit Klebestreifen gesäumte Platten sind praktisch unbeschränkt haltbar.

Die nachstehend beschriebene Normreinigung bezieht sich auf neue

Platten. Gegebenenfalls wurden auch HCl-Spülungen zwischengeschaltet. Bei Platten zur Wiederverwendung wird das  $\text{CuCl}_2$  mit kaltem Wasser gelöst, anschließend das Wachs mit heißem Wasser.

Die Blutentnahme erfolgt aus der Fingerbeere mittels Schnepfer. Der erste Tropfen soll verworfen werden. Die benötigten Blutstropfen werden auf Filterpapier getropft und können im eingetrockneten Zustande aufgehoben werden.

Bei genaueren Testvergleichen ist es wichtig, die Blutentnahme zur selben Tageszeit vorzunehmen.

Zur Kristallisation wird  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  p. a. von Merck verwendet; für alle Verdünnungen ist bidestilliertes Wasser vorgeschrieben.

#### a) *Bereitung der Platten*

Die runden Platten werden in heißem Wasser mit einem Detergens gereinigt und gut mit klarem Wasser nachgespült. Anschließend Eintauchen, bzw. Stehenlassen in Chromschwefelsäure, Abspülen der Platten gründlichst mit heißem und kaltem Wasser. Danach Abspülen mit aqua dest. und aqua bidest. Trocknung an der Luft in Haltegestellen und Aufbewahrung der Platten zwischen Filterpapier. – Vor Gebrauch Abreiben der einzelnen Platten mit Alkohol (auf Verbandsmüll) und letzte Kontrolle. Es werden nur ganz einwandfreie Platten für den Versuch verwendet.

Zelluloidstreifen werden um eine gereinigte Aluminiumform gewickelt und mit einer geschmolzenen Mischung Paraffin/Bienenwachs zum Ring (9,3 mm  $\varnothing$ ) gekittet. Aufsetzen von Aluminiumform samt Zelluloidring auf die vorbereitete Platte. Ankitten des Ringes auf die Platte mit der Wachsmischung. Die Aluminiumform wird erst nach definitivem Aufstellen der Platte am Kristallisationsort entfernt.

#### b) *Bereitung der Lösung*

3 Tropfen Blut werden wie folgt aufgenommen:

Aufnahme des Blutes mit 3 ml  $\text{H}_2\text{O}$  (bidest.): Methode Pfeiffer

Aufnahme des Blutes mit 10 ml  $\text{H}_2\text{O}$  (bidest.): Methode Selawry

Entnahme eines Teiles dieser Mischungen und Zugabe von  $\text{CuCl}_2$ -Lösung.

Zum Ausgießen soll pro Platte folgende Zusammensetzung vorliegen:

	Blutmenge in g	Salz ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) in g	Flüssigk./Platte in ml
nach Pfeiffer	$\pm 0,006$	$\pm 1,8$	10
nach Selawry	0,01 – 0,015	$\pm 1,5$	6

Diese Verhältnisse wurden bei uns wie folgt realisiert:

*CuCl<sub>2</sub>-Lösung:*

Nach Pfeiffer: 16,6 g CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O + 83,4 g H<sub>2</sub>O (L I)  
 (= 100 g Lösung, Dichte 1,13)

Nach Selawry: 38,0 g CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O + 62,0 g H<sub>2</sub>O (L II)  
 (= 100 g Lösung, Dichte 1,33)

*Arbeitsvorgang:*

Pfeiffer: 3 Tropfen Blut (= 0,18 g ≈ 0,18 ml) ad 3 ml H<sub>2</sub>O (6 % ige Blutlösung).  
 Davon jeweils 0,1 ml (= 0,006 ml Blut) mit 10 ml CuCl<sub>2</sub>-Lösung (L I)  
 gemischt und auf die Platten ausgegossen.

Selawry: 3 Tropfen Blut (≈ 0,18 ml) ad 10 ml H<sub>2</sub>O (= 1,8 % ige Blutlösung).  
 Davon 1,0 ml (= 0,018 ml Blut) mit 2 ml H<sub>2</sub>O und 3 ml CuCl<sub>2</sub>-Lösung  
 (L II) gemischt und auf die Platten ausgegossen.

Bei diesen Mischungen haben wir pro Platte vorliegen:

Nach Pfeiffer-Methode: 0,006 ml Blut und 1,87 g CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O

Nach Selawry-Methode: 0,018 ml Blut und 1,52 g CuCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O

*c) Durchführung der Kristallisation:*

Die Kristallisation erfolgt in unserer Klimaanlage während der Nacht, gemäß den erläuterten Bedingungen.

Die in die Klimakammer gestellten Lösungen sollen eine Latenzzeit von 7–13 Stunden haben; nach Bessenich sind 13 Stunden sogar ein Minimum. Es folgt die Kristallisation. E. Pfeiffer, der den Kristallisationsvorgang gefilmt hat, gibt für die Hauptkristallisation 35–45 Minuten an, für die Spätkristallise (Ausfüllphase) ca. 90 Minuten, für die Nachphase bis zur Trockene ca. 120 Minuten. Somit ergibt sich ein Verbleib von 15–20 Stunden in der Klimakammer.

Diese Zeiten wurden, wie die Literatur angibt, bei 37°C (65 % rel. Feuchte) wie auch bei 28°C (38 % rel. Feuchte) erreicht. Wir benutzten meist eine Einstellungstemperatur um 30°C.

Auch bei 25°C kann man noch arbeiten, muß dann aber die Feuchtigkeit sehr klein halten. Für diese tiefe Einstelltemperatur ergaben sich die folgenden Kristallisationszeiten:

T = 25°C (± 0,2°)	Rel. F. %	Dauer des Ablaufs in Stunden			Zahl d. Versuche
		Abdunstung	Kristallisation	Gesamtdauer	
	40–42	17–18	3–5	>20–< 23	11
	28–30	9–14	1–3	>11–< 17	41



Für den von uns meist benutzten Temperaturbereich um 30°C wurde von uns untersucht, in welcher Weise für verschiedene Konzentrationsansätze Temperatur und Feuchte den BKB-Typ bestimmen, bzw. verändern.

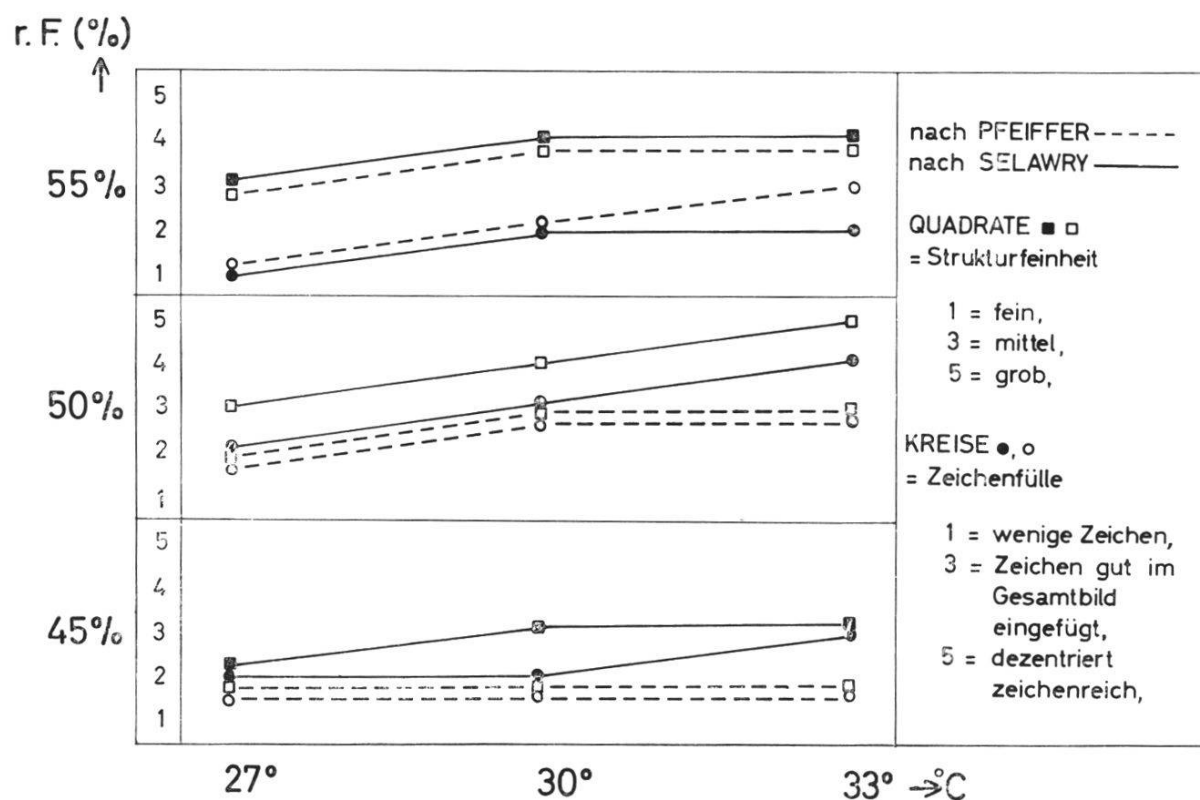


Abb. 17 Zeichenfülle und Strukturfeinheit des BKB in Abhängigkeit von den Temperatur-Feuchte-Bedingungen, dargestellt für die Pfeiffer- und Selawry-Methode.

Die Abb. 17 zeigt für den Bereich von 27–33°C (und 45–55 % RF) die Veränderung der Strukturfeinheit sowie der Zeichenfülle. Und zwar bezeichnen die ausgezogenen Kurven die Verhältnisse bei Selawry-Konzentration, die gestrichelten jene bei Pfeiffer-Konzentration, jeweils festgestellt an BKB-Serien einer gesunden Versuchsperson, deren Grundgestalt bei diesen Variationen erhalten blieb.

Die BKB nach der Selawry-Methode sind nach ca. 14-stündiger Einlage in die Klimakammer  $\pm$  alle beendet; die BKB nach der Pfeiffer-Methode benötigen wegen der größeren Flüssigkeitsmenge ca. 14–17 Stunden. Nur bei hohem Feuchtigkeitsgehalt von 55 % und Temperaturen unter 33°C verschiebt sich das Kristallisationsende bis zu 20 Stunden.

Im Ganzen gesehen sind sich die optimalen Kristallisationsbereiche beider Konzentrationen ähnlich, weshalb man Simultankristallisationen des gleichen Blutes (aber mit verschiedenen Konzentrationen) gut durchführen kann.

Es wäre noch zu untersuchen, ob die optimalen Bedingungen, die für BKB von gesunden Versuchspersonen gelten, auch für alle BKB zutreffend sind, oder ob etwa für gewisse Gruppen von Versuchspersonen abweichende Bedingungen günstiger wären.

## 5. VARIABILITÄT UND KONSTANZ DES BLUTKRISTALLISATIONSBILDES

### I. Die Grundgestalt

$\text{CuCl}_2$ -Kristallisate werden dann zum «Thesigramm», wenn das Zusammenspiel von  $\text{CuCl}_2$  und Lösungsgenossen eine charakteristische *Grundgestalt* erzeugt. Es handelt sich bei der Feststellung der Grundgestalt nicht um eine Zeichendeutung, sondern um die Erfassung des morphologischen Typs des BKB. So sehr man hinsichtlich der Zeichenbewertung zurückhaltend sein muß, so wenig kann man sich von der Ermittlung einer Grundgestalt dispensieren.

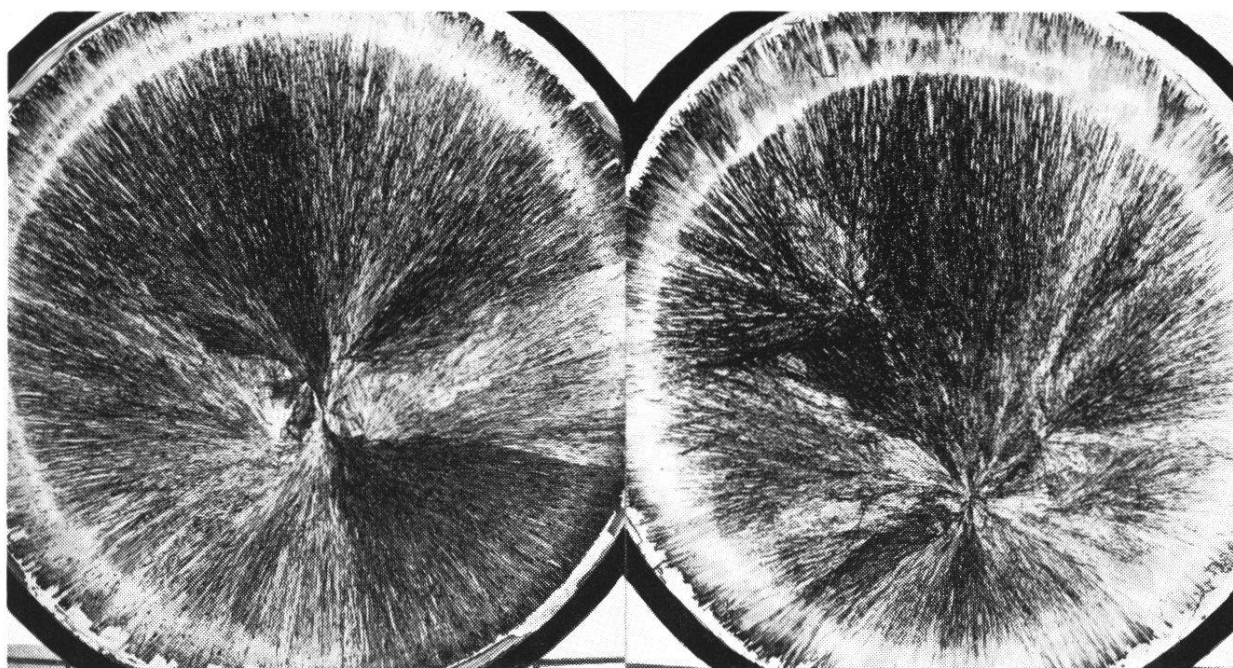


Abb. 18 Verschiedene Grundgestalt in sonst vergleichbaren BKB.