

NOTIZEN

Neue Meßzellen für die Ultrazentrifuge

VON MATATIAHU GEHATIA *

Institut für physikalische Chemie der Universität,
Frankfurt/Main, Robert-Mayer-Str. 11jetzt: ASD (ASRCNP), Wright-Patterson,
Air Force Base, Ohio, U.S.A.

(Z. Naturforschg. 17 b, 696—697 [1962]; eingegangen am 19. März 1962)

Die Sedimentationstheorie setzt meistens voraus, daß in der Ultrazentrifugen-Zelle zu Beginn des Versuchs zwei Flüssigkeiten bei einer konstanten Rotationsgeschwindigkeit in Berührung kommen, und daß die entstehende experimentelle Konzentrations- bzw. Gradientenkurve sich nur den Sedimentations- und den Diffusionsvorgängen zuschreiben läßt. Durch die Entwicklung der Zellen mit synthetischer Grenzschicht (wie die Unterschichtungszelle nach Meyerhoff, bei „Phywe“ angewandt, oder die beiden Überschichtungszellen, die Ventil- und die Kapillarzelle, bei „Spinco“ angewandt) bildet sich solche Kurve etwa in der Höhenmitte des Zellenektors. Dadurch hebt sich der Störeffekt des Meniskus praktisch auf, und die Aufnahmen sind für die Anwendung der Sedimentationstheorie geeigneter.

Jedoch auch diese Zellen verursachen einige experimentellen Fehler, welche in manchen Fällen die Ergebnisse der mathematischen Analyse und besonders die Werte des Diffusionskoeffizienten stark beeinträchtigen. Während des Schichtungsverfahrens, welches bei niedrigerer Touren-Zahl stattfindet, mischen sich die Grenzschichten durch. Bei solchen Umständen erscheint schon zu Beginn des Versuchs eine ziemlich breite unregelmäßige Kurve, die sich während des weiteren Rotorenanlaufs noch mehr deformiert. Daraufhin weichen oft die aus dieser Kurve gewonnenen Ergebnisse von der Theorie ab.

Darum wurden neue Zellen vorgeschlagen, welche mittels der Abführung der durchmischten Grenzschichten einen schärferen Gradienten erzielen.

A. Anschärfungszelle mit Kapillarrillen

Eine Unterschichtungszelle nach Meyerhoff wurde in eine Anschärfungszelle auf folgende Weise umgewandelt (s. Abb. 1):

Von beiden Seiten des Innensektors (s) wurden quer durch den Innenteil der Zelle zwei Abflußkanäle (a) gebohrt und auf jeder Seite dieses Innenteiles wurden sie mit (s) mittels zwei dünner Rillen (r) verbunden.

* Unterstützt durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft.

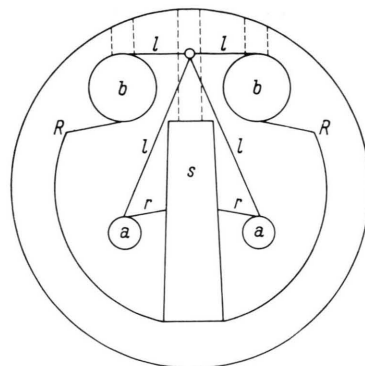


Abb. 1. Schematische Darstellung des Innenteiles einer Anschärfungszelle mit Kapillarrillen.

(r) sind noch dünner als die Unterschichtungsrippen (R) und münden etwa in der Höhenmitte von (s). Analog zu den oberen Behältern (b) sind auch die Abflußkanäle (a) mit eigenen Luftkanälen (l) versehen, um die Luftzirkulation zu gewährleisten.

Da die Rillen (r) enger als (R) sind, findet vorerst eine übliche Unterschichtung bei verhältnismäßig niedrigeren Touren-Zahlen statt. (r) bleiben vor, während und eine Zeitlang nach der Unterschichtung dicht. Wenn jedoch mit der zunehmenden Rotationsgeschwindigkeit das Zentrifugalfeld sich entsprechend erhöht, geben (r) nach, und ein Teil der Flüssigkeit wird von der Sektormitte in (a) abgeführt. Bei der richtigen Dimensionierung des Volumens der in (b) vor dem Beginn des Versuchs eingeführten Lösung befindet sich die in (s) entstehende unregelmäßige Kurve etwas über der Mündung von (r). Infolge der Abführung der durchmischten Schichten schärft sich die Kurve von sich selbst.

Die trotz der Anschärfung gebliebene Unregelmäßigkeit der Kurve ist nun gering, und die damit verbundenen experimentellen Fehler sind unbedeutend. Es kommt jedoch vor, daß die weitere längere Beschleunigung der Ultrazentrifuge eine neue Deformierung dieser Kurve hervorrufen kann. Es ist darum erwünscht, einige solcher Zellen mit unterschiedlichen Rillen (r) für verschiedene Geschwindigkeitsbereiche sowie auch für Lösungen mit verschiedenen Oberflächenspannungen anzuwenden.

Es ist bemerkenswert, daß auch andere oben erwähnte Schichtungszellen sich in die vorgeschlagene Anschärfungszelle umwandeln lassen.

Der Vorteil der neuen Anschärfungszelle beruht auch auf der Tatsache, daß sie sich leicht ausfertigen läßt. Andererseits ist es für sehr genaue Messungen erforderlich, bei verschiedenen experimentellen Bedingungen einige Zellen dieser Art anzuwenden. Es ist jedoch

möglich, eine einzelne mit Nadelventilen versehene Anschärfungszelle zu konstruieren, welche allen experimentellen Bedingungen entspricht. Aber solche Zellen sind komplizierter und ihr Bau ist mit größerem Aufwand verbunden.

B. Anschärfungszelle mit Nadelventilen

Analog zu dem vorher beschriebenen Falle wird auch hier eine Unterschichtungszelle mit zwei zusätzlichen Abflußkanälen (a) für die weitere Bearbeitung angewandt (s. Abb. 2).

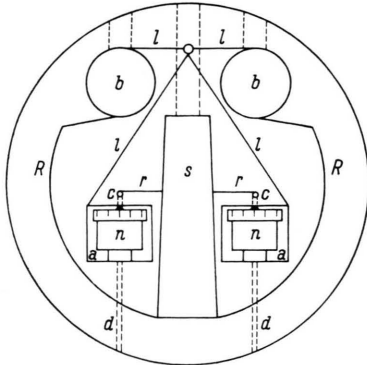


Abb. 2. Innenteil einer mit Nadelventilen versehenen Anschärfungszelle.

Über jeden Abflußkanal (a) wird ein dünner Hilfskanal (c) quer durch den Innenteil der Zelle gebohrt und mit Rillen (r) mit dem Sektor (s) etwa in seiner Höhenmitte verbunden. (r) müssen nicht unbedingt enger als die Unterschichtungsrillen (R) sein. Von beiden Seiten des Sektors (s) werden nun vom Zellenrand noch entsprechende, auf (c) senkrecht stehende und (a) überquerende Hilfskanäle (d) gebohrt. (d) münden in den Hilfskanälen (c). Es ist erwünscht den Teil von (d), zwischen (c) und (a), mit einem Metallröhrchen zu versehen. Der andere Teil von (d), zwischen (a) und dem Zellenrand, wird danach abgedichtet.

Die beiden Abflußkanäle (a) werden nun von einer Seite des Innenteiles vergrößert und jeder von ihnen

wird mit einem aus starkem Metall gemachten Nadelventil (n) ausgerüstet. Auch in diesem Falle, wie vorher, sind von (a) abgeleitete Luftkanäle (1) für die Luftzirkulation erforderlich.

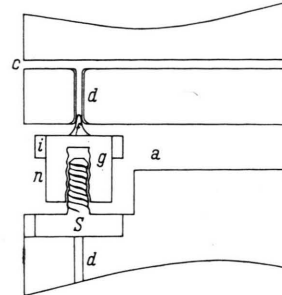


Abb. 3. Schematische Darstellung eines Nadelventils.

Jedes Nadelventil (s. Abb. 3) besteht aus einer mit einer Metallnadel (f) versehenen Mutter (g). Die Mutter läßt sich mit einem Schlüssel anziehen, wobei (f) einen Druck gegen die Mündung vom Hilfskanal (d) in (a) ausübt.

Beim entsprechenden Anziehen der Mutter (g) wird während der Unterschichtung und des naheliegenden Rotorenanlaufs die Abfuhr der durchmischten Schichten von (s) in (a) verhindert. Wenn jedoch ein höheres Zentrifugalfeld erreicht worden ist, schrumpft sich das Nadelventil etwas ein, und infolgedessen gibt die Nadel (f) nach, und ein Teil der in (s) eingeschlossenen Flüssigkeit strömt in (a) hinein. Um das Anziehen des Ventils genauer und auf eine reproduzierbare Weise ausführen zu können, ist es erwünscht, auf der Mutter (g) eine Ringskala (i) zu befestigen.

Für solche Zellen gelten Geschwindigkeitsbeschränkungen. Da ein zu hohes Zentrifugalfeld die verhältnismäßig dünne Ventilschraube völlig deformieren kann, darf die Rotationsgeschwindigkeit einen gewissen Maximalwert nicht überschreiten.

Die Differenz zwischen den Volumen der Kanäle (a) und der Nadelventile (n) ist hauptsächlich dem Volumen der abgeführten Flüssigkeit gleich.

Den Mitarbeitern der Phywe Aktiengesellschaft, Göttingen, gilt der beste Dank für ihre Hilfe bei der technischen Ausführung der vorgeschlagenen neuen Meßzellen.