

## Zur Empfindlichkeit der Methode der Kupferchloridkristallisation

*Christine Ballivet, Haijo Knijpena, Jean-Georges Barth, Raymond Clad*

### *Summary*

The Copper chloride crystallization in the presence of added substances is a sensitive process. The significance of its results in the different fields of application (research on food quality and medicine, for example), is often questioned because of poor reproducibility. The question has thus arisen as to the significance of the experimental conditions for the pattern of crystallisation. In this article, this question is discussed for some experimental parameters at a given temperature. It determines the concentration and interfacial surface tension gradients in the solution. But the latter are limited by the sort and quantity of the added substances and the interaction of the solution with the crystallisation plates and rings. Furthermore, the influence of the cleansing procedure on this interaction is shown. This influence in its turn is dependent on the duration of evaporation and on the nature of air movement. Thus the influence of one factor can change the influence of the other. This labile situation underlies the sensitive crystallisation process. In order to permit the specific influence of the added substance to express itself optimally, the corresponding conditions have to be found. But this optimum is not an absolute one. It is dependent on what question is being asked and of the nature of the addition.

Die Kristallisation von Kupferchlorid im Beisein eines Lösungsgenossen ist ein von vielen Faktoren abhängiger empfindlicher Prozeß, was die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse beeinflußt. Die hier vorgestellten Arbeiten gehen auf verschiedene Aspekte der Versuchsbedingungen ein. Ziel ist die Identifizierung wesentlicher Parameter, um die Versuchsbedingungen herauszuarbeiten, die zur Verbesserung der experimentellen Reproduzierbarkeit und diagnostischen Aussagekraft beitragen.

*Zum Differenzierungsvermögen der Methode der Empfindlichen Kristallisation mit pflanzlichen Zusätzen*

*Christine Ballivet*

### *Einleitung*

Ein Kristallisationsbild entsteht durch Verdunstung des Wassers aus einer Mischlösung, die aus Kupferdichlorid-Dihydrat und einem Lösungsgenossen besteht. Das

dendritische Kristallmuster ist spezifisch für den jeweiligen Lösungsgenossen, was eine vergleichende Charakterisierung des Lösungsgenossen erlaubt.

Die experimentelle Reproduzierbarkeit ist jedoch unbefriedigend, so daß die meisten Untersucher sich genötigt sehen, 6, 12 oder noch mehr Experimente mit ein und demselben Lösungsgenossen durchzuführen (Selawry 1957, Nickel 1968, Bessenich 1960, Engquist 1970, Piva 1994).

Diese mangelhafte Reproduzierbarkeit hängt z.T. mit der Geometrie der Kristallisationskammer bzw. mit der Heterogenität der klimatischen Bedingungen (Belüftung, Temperatur und relative Feuchtigkeit (rF)) zusammen.

Die Experimentatoren betrachten die klimatischen Bedingungen als entscheidenden Faktor für das dendritische Kristallwachstum. Hinsichtlich der Frage nach dem Einfluß der Verdunstungszeit V (flüssige Phase) einerseits und der effektiven Kristallisationszeit K (Phasenwechsel) andererseits ist noch vieles unbekannt.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es zu prüfen, ob die Reproduzierbarkeit durch Verbesserung der Regulierung der klimatischen Bedingungen gesteigert werden kann, indem die Kristallisierschale durch eine zylindrische Hülle nach dem Schornsteinprinzip vor Luftturbulenzen geschützt wird. Untersucht wurde der Einfluß dieses Dispositivs auf die Gestaltung der Kristallisation, das Differenzierungsvermögen der Methode und die jeweilige Bedeutung von V und K.

### *Material und Methode*

Zwei alkoholisch-wäßrige Dekokte wurden aus den unterirdischen Teilen von *Chamomilla recutita* (L., Rauschert) entsprechend den Anweisungen des deutschen Arzneibuches (DHAB, Weleda-Labor, Huningen, Frankreich) hergestellt. Die Herstellungsverfahren unterschieden sich nur hinsichtlich des Zerkleinerungsgrades der frischen Wurzel: Dekokt DG (für «Dekokt grob») wurde aus den relativ groben Teilen mit einem Durchmesser unter 2 mm hergestellt, Dekokt DF (für «Dekokt fein») aus feineren Teilen mit einem Durchmesser unter 0,5 mm. Das Trockengewicht ist 20mg/ml für DG und 25 mg/ml für DF.

Die beiden Dekokte wurden mit der Methode der Empfindlichen Kristallisation in einer Kristallisationskammer (Modifikation vom Typ Pagot) untersucht.

Die Kristallisierschale bestand aus einer Glasplatte, auf die ein Ring geklebt war. Die Glasplatte hatte eine Dicke von 1,6 mm und einen Durchmesser von 104 mm. Die Glasplatten wurden zuerst 1 h in einer kochenden 2%igen Alkalilösung gewaschen (Decon 90 konzentriert, Prolabo, 17, rue Pelée, 75011 Paris), unter fließendem Wasser gespült, danach während 15 min in ein 15%iges Salzsäurebad (HCl – R.P. Normapur 37%min, Prolabo) und dann nacheinander in 4 Bäder mit Aquadest getaucht. Auf die gewaschenen und getrockneten Platten wurde ein 0,25 mm dicker Ring aus Terphane mit 5 mm Höhe und einem Durchmesser von 93 mm (Etabl. Micel, 3, av. Briand, 94230 Cachan) mit einem flüssigen Neoprenschnellkleber fixiert, der an der Außenseite des Rings aufgetragen wurde.

Jede Kristallisierschale enthielt 6 ml einer Mischlösung, die sich (pro ml) aus einem Volumensanteil Dekokt, der einem Trockengewicht von 1040µg entspricht, und