

Umschau

Hochreine Metalle. Die Gewinnung möglichst reiner Metalle ist aus verschiedenen Gründen immer wichtiger geworden. Einmal können die physikalischen Konstanten nur an den Reinelementen gemessen werden, zum anderen ist für bestimmte Verwendungszwecke und sogar für Legierungen nur reines Metall brauchbar. Beide Gesichtspunkte sind in der Vergangenheit oft nicht beachtet worden, so daß z. B. die Schmelzpunkte einiger Metalle dauernd revidiert werden mußten, weil man vorher die Schmelzpunkte von Eutektika der Metalle mit ihren Verunreinigungen gemessen hatte; der oft unternommene Versuch, Cu als Leitermaterial durch Zn zu ersetzen, scheiterte immer wieder, weil man den Einfluß der Verunreinigungen des Zn nicht kannte. Erst in neuerer Zeit zeigte sich, daß in diesem Falle nur hochreine Zinksorten verwendbar sind. In einer Uebersicht gibt K. Giesen¹⁾ den Stand der heutigen Metallgewinnung im Bezug auf deren Reinheitsgrad bekannt. Die klassische Methode von Wöhler, bei der Metalloxyde oder -halogenide reduziert werden (Aluminothermie und Silicothermie), ergibt im allgemeinen Metalle, die durch das Reduktionsmittel verunreinigt sind, welches bis zu einem gewissen Grade durch Lösung entfernt werden kann. Bessere Resultate gibt das Verfahren, wenn man es im Hochvakuum durchführt. Besondere Bedeutung haben Destillation und Sublimation von Rohmetallen im Hochvakuum erlangt. So wird z. B. Rohberyllium bei 1400 bis 1500°C und Drucken von 10^{-3} mm Hg durch Destillation von Schlackeneinschlüssen befreit und ein Metall von 99,97% Reinheit gewonnen. Reduziert man Metalloxyde mit Kohlenstoff, so müssen die anfallenden Metalle in einer thermischen oder elektrolytischen Raffination nachbehandelt werden. Thermische Verfahren werden beim Blei angewendet und führen zu 99,99% Reinheitsgrad. Vereinzelt wird Rohblei auch elektrolytisch zu einer Reinheit von 99,999% raffiniert. Derartiges Blei ist außerordentlich korrosionsfest und wird besonders in Schwefelsäureanlagen benutzt, da es auch bei hohen Temperaturen gegen H_2SO_4 resistent ist. Besonders wichtig ist Cu großer Reinheit geworden, da selbst Spuren von P, As, Fe u. a. in Konzentrationen von 0,02 bis 0,05% die Leitfähigkeit erheblich reduzieren. Thermisch hergestelltes Cu, das dann elektrolytisch gereinigt wird, besitzt eine Reinheit von 99,99%, seine Leitfähigkeit ist mit $59 \text{ m}/\Omega \cdot \text{mm}^2$ angegeben. Doppelt elektrolysiertes Cu weist bereits einen Wert von $62 \text{ m}/\Omega \cdot \text{mm}^2$ auf und kommt damit nahe an die Leitfähigkeit von Ag heran ($68,2 \text{ m}/\Omega \cdot \text{mm}^2$). Elektrolytische Raffination ist das einzige großtechnische Verfahren zur Gewinnung von Al mit 99,99% Reinheit²⁾. Die Gewinnung von 99,99%igem Feinzink aus Hüttenrohzhink erfolgt heute am besten nach dem New Jersey-Verfahren, dessen Schema in Bild 1 wiedergegeben

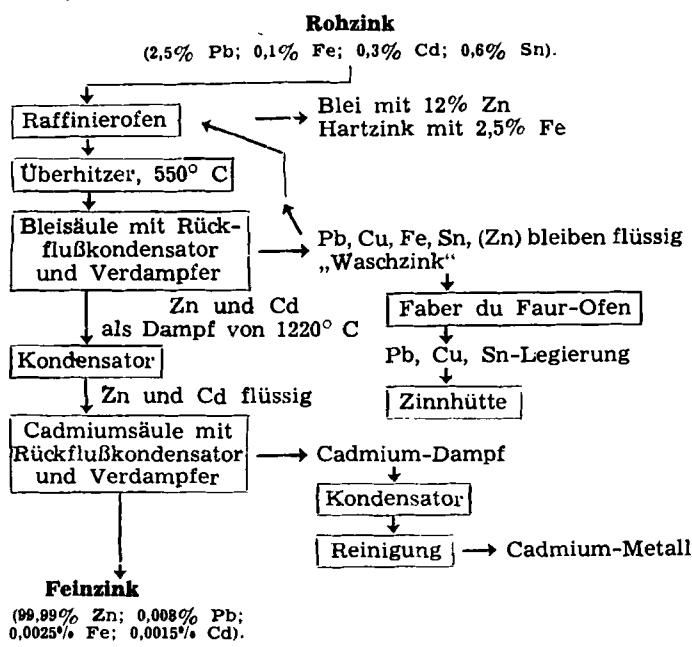


Bild 1
New Jersey-Verfahren der Zink-Raffination

ist. Als Nebenprodukte dieses Raffinationsverfahrens fallen Hartzink, Zn-haltiges Blei, Zinn und Cadmium an. Das von v. Arkel und de Boer vor einigen Jahren angegebene

¹⁾ K. Giesen, Die Technik 2, 393/398 [1947].

²⁾ Vgl. a. J. Fischer, diese Ztschr. B 20, 17 [1948].

Verfahren, reine Metalle durch thermische Dissoziation ihrer Halogenide im Vakuum darzustellen, ergibt Produkte besonders hoher Reinheit, ist jedoch in der Praxis nicht leicht durchzuführen. Beim Zirkon z. B. gestaltet sich das Verfahren so, daß man das rohe Ausgangsprodukt mit Jod zusammen am Boden eines Glasgefäßes so weit erhitzt, daß sich ZrJ_4 bildet und gleichzeitig verdampft. Der Salzdampf wird an heißen W- oder Zr-Fäden bei 1400°C gespalten; Jod kehrt in den Kreisprozeß zurück, während Zr sich auf dem Faden niederschlägt. Der Aufwachsfaden wächst innerhalb weniger Stunden von einem Durchmesser von 0,04 mm auf einen solchen von 10,0 mm an. Für Nickel und Eisen wird ein ähnliches Zersetzungsv erfahren mit ihren leicht bei 80°C herstellbaren und bei 180°C spaltbaren Carbonylen $\text{Ni}(\text{CO})_4$ und $\text{Fe}(\text{CO})_5$ großtechnisch durchgeführt. Die erreichbare Reinheit liegt für Fe bei 99,985% und für Ni, das in der Hochvakuumtechnik und als Katalysator in der organischen Chemie benutzt wird, bei 99,99%.

Die interessanteste Anwendung finden die Reinstmetalle in der Legierungstechnik. Hier strebt man im Gegensatz zu früheren Auffassungen immer mehr eine Grundlage hoher Reinheit für die Legierungskomponenten an, besonders für Aluminium. Solche Legierungen, wie etwa Al-Mg, Al-Mg-Si, Al-Mg-Zn, sind besonders gut austärbar und werden als Dentallegierungen benutzt.

[U 186] W.

Rohstofflage und Beurteilung feuerfester Quarze³⁾. Die besten Quarze in Deutschland entstammen dem Tertiär des Westerwaldes und des Siebengebirges und sind eine Einkieselung in Klebsand (Typus Herschbach). Diese Reserven werden jedoch durch steigenden Verbrauch und Export (sie sind den Erzeugnissen aus dem englischen Oberkarbon von Wales überlegen) immer geringer, zudem treten Ton- und Eisenminerale in grobkristalliger Verteilung störender auf. Größere Quarzitvorkommen in Hessen und Hannover werden ebenfalls im Tertiär, vereinzelt auch im Devon und Karbon, gefunden und gehören dem rauen Typus an (Hessenquarzit), der kleinste Quarz neben größeren Körnern enthält und der durch sorgfältigen Brand aufbereitet werden kann. Die mitteldeutschen Vorkommen sind bis auf die von Osterfeld und Haardorf in Thüringen fast erschöpft, die begehrten Quarze vom Herschbach-Typ werden nur noch selten gefunden. Bei dieser Rohstofflage muß versucht werden, die Tertiärquarze durch Beigaben von Schrott aus Sili-kasteinen und von Felsquarzen zu strecken und trotzdem so hohe Qualitäten herzustellen, daß sie den Anforderungen der Siemens-Martin-Ofen genügen. Um diese Entwicklung zu fördern und um Fehlschläge zu vermeiden, müssen systematische Untersuchungen an den in Frage kommenden Quarzen angestellt werden. Die Praxis hat gezeigt, daß die chemische Zusammensetzung nicht eine so große Rolle für die Qualität spielt wie die Struktur. Deshalb werden die Proben der Quarze in Dünnschliffbildern mikroskopisch untersucht, wobei man das Bild auf einen mit quadriertem Papier versehenen Schirm wirft. Nach Rosiman können dann mit dem Integrationstisch durch Auszählen quantitative Ergebnisse gewonnen werden, die einmal Aufschluß über absolute Größe und Kornform der Quarze, aber auch über die Nebenbestandteile (Zirkon, Rutile, Apatit) geben.

Außerdem können so Porenräume, die beim Brennen eine wichtige Rolle spielen, ermittelt werden. Die Ergebnisse werden tabellarisch geordnet und dann durch entsprechende Brennversuche „geeicht“. Beim Brennen entstehende Umwandlungen (870°C : Tridymit-Umwandlung mit 14% Volumenzunahme; 1470°C : Umwandlung in α -Christobalit mit 2 bis 5% Volumenzunahme) werden ebenfalls in Dünnschliffen verfolgt. Diese Umwandlungen können auch durch Bestimmung der Berechnungsexponenten untersucht werden, was mikroskopisch durch Eintragen kleiner Splitter in Flüssigkeiten mit bekannten Brechungsindizes mittels der Beckeschen Linien erfolgen kann.

[U 184] W.

Organische und Mehrschichtengläser aus Acrylharzen. Die Chemie und Anwendungstechnik des „organischen Glases“ (Poly-methylmethacrylat) ist in Deutschland von der Firma Röhm & Haas, insbesondere Dr. Röhm selbst, aus den kleinsten Anfängen heraus entwickelt worden. Grundlage war die Herstellung des Monomeren, die durch Umlagerung des aus Aceton + Blausäure entstandenen Acetoncyanhydrins durch Schwefelsäure zu Methacrylsäureamid geschieht. Von hier aus sind die anderen Methacrylsäure-Derivate zugänglich. Die Reinigung muß sehr hoch getrieben werden, da Spuren von Verunreinigungen, auch gasförmiger, die Polymerisation beeinflussen und das Endprodukt unbrauchbar machen können⁴⁾.

³⁾ W. Ahrens u. J. K. Hellmers, Die Technik 2, 420/22 [1947].

⁴⁾ C. T. Kautter, Kunststoffe 37, 141/151 [1947].

Bei der Polymerisation des Methylmethacrylates tritt eine Schrumpfung von über 20% ein, was die Herstellung optisch einwandfreier Platten sehr erschwert. Das Gießen aus Lösung erwies sich bei mehreren Millimeter dicken Platten schon aus Zeitgründen, das Abschälen aus Blöcken oder das Auswalzen wegen der mechanischen Schwierigkeiten als unmöglich. Man mußte also das Monomere in der Form, d. h. zwischen zwei Platten, polymerisieren und dabei dafür Sorge tragen, daß diese Platten sich in dem Maße nähern, wie der Kunststoff sich zusammenzieht. Ein englisches Verfahren, nach dem ein bereits vopolymerisierter und zähflüssiger Ester in die Form gegossen wird, konnte sich großtechnisch nicht durchsetzen. Immerhin erwies es sich als möglich, die Abstandhalter der beiden Platten nach 20% Umsatz zu entfernen, weil dann der Ester genügend zäh ist, um die Deckplatte zu tragen. Durch eine besondere Richtmaschine gelingt es nun, zwischen zwei Spiegelglasplatten, auch ungleichmäßiger Dicke, eine genau vorherbestimmbare Form zu schaffen und die Polymerisation glatt durchzuführen. Lange bandförmige Platten sind dabei weniger der Gefahr des Durchbiegens der Deckplatte ausgesetzt als etwa quadratische.

Die Polymerisation geschieht in Heißluftschränken und muß thermisch sehr genau gesteuert werden, um nicht durch Stauungen der erheblichen Reaktionswärme die optischen Eigenschaften der Platten zu gefährden. Polymerisation in flüssigem Medium, etwa in Wasser, beschleunigt zwar die Wärmeabfuhr, jedoch zeigen so rasch polymerisierte Platten einen die Durchsicht störenden „Hammereffekt“. Alle Unregelmäßigkeiten in der Wärmeabfuhr, sei es auch nur durch lokale Luftströmungen, verzerrn das optische Bild der Platte. Großtechnisch geht man so vor, daß die in den Formen befindlichen Platten auf besonderen Wegen in eine Art Windkanal eingefahren werden. Je dicker die Platten sind, desto langsamer müssen sie polymerisiert werden, um eine Zersetzung der inneren Teile zu verhüten. Bei über 15 Millimeter starken Blöcken greift man auf die Polymerisation in Wasser zurück.

Die Außenhaut einer Platte hat einen höheren Polymerisationsgrad als der Kern und ist durch die durch sie hindurchfließende Wärmemenge thermisch vergütet; andererseit häufen sich in ihr die Spannungen. Bei unsachgemäßer Behandlung ergeben sich hieraus Rißbildungen.

Ist die Polymerisation, als deren Katalysator Benzoylperoxyd dient, beendet, so werden die Plattenpakte in Wasser gestellt und lassen sich dann auseinandernehmen. Die Scheiben werden dann gewaschen, getrocknet, sorgfältig geprüft und zum Schutz der Oberfläche mit Papier beklebt. Bei der Prüfung wird auf optische Ablenkung und besonders auf optische Unruhe (Wellenbildung, Flimmern usw.) geachtet.

Andere Polymerisationsverfahren haben sich nicht bewährt. Nach dem gleichen Verfahren werden Sicherheitsgläser mit einer 0,5—0,7 mm starken Mittelschicht aus Poly-methylmethacrylat (+ Weichmacher) hergestellt. Zwischenschichten aus Poly-methacrylat werden aus Lösung gegossen und getrocknet. Sie werden dann zwischen die weichmacherbefreuteten Glasplatten gebracht und verpreßt. Als beste Zwischenschichten, besonders hinsichtlich der Kältebeständigkeit, haben sich Polyvinylacetale, z. B. Polyvinylbutyral, erwiesen.

Bei der Verarbeitung lassen sich die Acrylharzscheiben sägen, bohren, fräsen, schneiden, schleifen, hobeln, drehen, verkleben, heißluftschweißen und thermisch verformen. Für

letzteres bestehen zwei günstige Intervalle, nämlich 90—100° (schnell) oder über 160° (langsame Verformung). Praktisch arbeitet man meist bei 150—160°. Man kann die weichen Platten einfach über die Form legen oder sie in Formen saugen bzw. blasen. Für besondere Gebilde, die gute Optik haben sollen, eignet sich die Verformung unter dem Gewicht von Heizflüssigkeiten (Calciumchlorid-, Glycerin- oder Glucoselösungen), die sogenannte Flüssigkeitsverformung, Bild 2.

[U 181] K. St.

Porzellan und keramische Sondermassen als technische Werkstoffe⁵⁾. Die Forderungen der elektrischen und vor allem der chemischen Industrie steigerten die quantitativen und qualitativen Eigenschaften keramischen Gutes in den letzten Jahren ganz besonders stark. Durch geeignete Wahl des Mischungsverhältnisses aus Quarz, Kaolin und Feldspat können die mechanische, elektrische oder die thermische Widerstandskraft so spezifisch geändert werden, daß alle Forderungen der chemischen Industrie erfüllt werden können, abgesehen davon, daß die allgemeinen Eigenschaften des Porzellans, wie Resistenz gegen Laugen, Säuren (außer HF), Gasen und Dämpfen, die Möglichkeit leichter Reinigung und der Vorteil, keine Korrosionsprobleme aufzuwerfen, seine Verwendung in einigen Zweigen der Industrie (Nahrungsmittel, Farben, Mineralöle) schon immer förderten. Durch neue Arbeitsverfahren in der Keramik ist es jetzt auch möglich, größere Geräte in die Praxis einzuführen, die aus hochtemperaturbeständigen Porzellanan bestehen. Große Abdampfschalen von 750 kg Gewicht und einem Inhalt von 300 bis 400 l können einwandfrei gebrannt werden und haben sich in der Praxis bewährt. Wasch-, Destillier-, Absorptions- und Kühlture bis 12 m Höhe werden hergestellt, indem zylindrische Rohre mittels aufgekitteter Metallflanschen und Dichtungsringe aufeinandergesetzt werden. Dichtungsflächen von Einzelteilen werden heute durch Spezialmaschinen eingeschliffen und ermöglichen einen einwandfrei dichten Zusammenbau durch Zusammenpressen. Lochplatten als Zwischen- und Austauschböden, Füllringe, Schalen und andere Hilfskörper aus Hartporzellan werden eingebaut, um die wirksame Oberfläche zu vergrößern. Besonders gut sind die sog. „Glockenböden“ für Destillationskolonnen. Wenn es auf besonders maßgerechte Herstellung von Apparaten ankommt, stellt man heute meist Teilstücke her, die dann an ihren Verbindungsstellen bei 800—900° C mit Schmelzglasuren verbunden werden. So ist es möglich gewesen, Spezialpumpen für Mineralsäuren und Laugen aus Porzellan herzustellen, die bei 1500 bis 3000 U/min und einer Förderhöhe von 454 m eine Leistung von 55 m³/h aufweisen, und deren Laufräder ebenfalls aus Spezialporzellanan bestehen. Kleinere Kreiselpumpen (18 m³/h, Förderhöhe etwa 6 m) sind wegen ihrer hygienischen Handhabung in der Nahrungsmittelchemie gebräuchlich. Keramische Zahnradpumpen mit einer Leistung von 1800 cm³/h und einer Förderhöhe von 100 m werden für Oele und Petroleum benutzt.

Besondere Zukunft als Werkstoffe haben die keramischen Sondermassen. Ihre Verarbeitung und Herstellung entsprechen weitgehend denen der normalen Porzellane. Am wichtigsten sind die unter den Namen Calit und Frequenta bekannten Massen, welche Mg-Silikate enthalten. Die besonderen Eigenschaften gehen aus folgenden Vergleichen hervor: (i. d. Klammern die entsprechenden Werte für Hartporzellan): Calit besitzt in glasierterem Zustande eine Zugfestigkeit von 650 bis 950 kg/cm² (300—500), eine Druckfestigkeit von 9500 bis 10 000 kg/cm² (4500—5500) und eine Biegefestigkeit von 1400 bis 1600 kg/cm² (900—1000). Der Elastizitätsmodul von Calit liegt bei 11 000 bis 13 000 kg/mm² (7000—8000), übertrifft damit den von Stahl und erreicht etwa den halben Wert für Federstahl (22 000 kg/mm²), so daß man bereits Druckfedern aus Calit herstellen kann. Die elektrischen Eigenschaften, wie hohe Durchschlagsfestigkeit und großer Isolationswiderstand, ermöglichen die Benutzung in der Hochfrequenztechnik. Diese Eigenschaften sind aber noch ausgeprägter bei Massen, denen TiO₂ in Form von Rutil zugegeben sind, wodurch man sowohl in den USA wie auch in Deutschland zu besonders guten dielektrischen Werkstoffen gekommen ist. Solche Massen sind Condensa und Kerafar mit Dielektrizitätskonstanten von 100 und mehr. Soweit diese Körper Mg-Titanate enthalten, ist die Dielektrizitätskonstante praktisch von der Temperatur unabhängig. Schließlich ist es in jüngster Zeit gelungen, kleinste magnetisierbare und unmagnetische, elektrisch isolierende Teilchen zu chemischen Verbindungen zusammenzusintern und so zu magnetisierbaren Sondermassen zu kommen, die unter dem Namen „Manifer“ in den Handel gebracht werden. Sehr gute elektrische Leitfähigkeiten bei guter Wärmebeständigkeit besitzt „Fesi“, das als Ersatz für Ni- oder Cr-haltige Rohstoffe in Elektrowärmegeräten und Laboratoriumsofen Verwendung findet.

[U 183] W.

⁵⁾ O. Neumann. Die Technik 2, 385/92 [1947]. Vgl. a. diese Ztschr. B 19, 146/47 [1947].

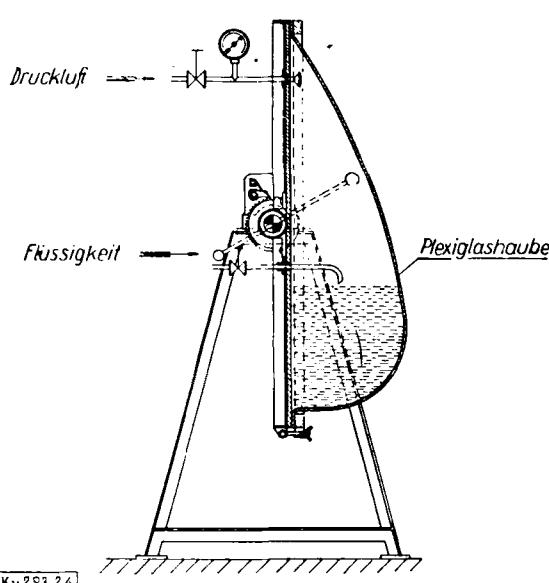


Bild 2. Flüssigkeitsverformung von Acrylharzscheiben

Neuere Entwicklungen auf dem Verpackungsgebiet in den USA. Aus amerikanischen Veröffentlichungen und einem Bericht einer englischen Forschungsstelle über eine Reise in die Vereinigten Staaten von Amerika ergibt sich folgendes Bild⁶⁾:

Um den während des Krieges gesteigerten Anforderungen nach haltbaren und für Wasser, Wasserdampf, Gase, Öle und Fette undurchlässigen Verpackungen nachzukommen, wurden zahlreiche Kunst- und veredelte Naturstoffe geschaffen, z. B. Paraffin + mikrokristallines Wachs (evtl. unter Zusatz von Kautschuk), Asphalt, verbesserte Naturharze. Folien aus Polyvinylchloridacetat (Vita-Film, Geon, Vinylite), Polyvinylidenchlorid (Saran), Celluloseacetat (Lumarith, Vupack), Cellophan, Kautschukhydrochlorid (Pliofilm, Plastofilm) und cyclisiertem Kautschuk (Pliolite). Phenolharze und Aethylcellulose dienen für Verpackungsgefäße, während Kunsthärzdispersionen und Lacke aus Nitrocellulose und neuerdings aus Siliconen auf Papier oder andere Unterlagen aufgetragen werden.

Papiere werden auch durch Zusatz von Harnstoff- oder Melaminharzen in ihrer Naßfestigkeit verbessert, Pappen durch Zusatz von Asphalt.

Es wird eine Einteilung der verschiedenen Verpackungsmittel nach ihrer Wasser- und Wasserdampfdichtigkeit sowie nach der Fettdichtigkeit gegeben; einige Sonderverpackungen werden beschrieben. Insgesamt überwiegt z. Zt. der Verbrauch an Naturstoffen den an Kunststoffen noch sehr erheblich.

Auch unter den Klebemitteln steht Pflanzenleim im Vordergrund. Aethylcellulose, Polyvinylalkohol und Klebestreifen aus Celluloseacetat dringen allmählich vor.

Zur Prüfung der Verpackungsmaterialien und fertiger Verpackungen sind zahlreiche Normen und Verfahren ausgearbeitet worden. Auch Grundlagenforschung, z. B. über Wasserdampfdurchlässigkeit, wurde in Zusammenhang mit der Verpackungstechnik getrieben.

Die Maschinenindustrie baut Verpackungsautomaten, die bis zu 80 Beutel je Minute herstellen. Besonders wichtig sind heißklebende Folien geworden, die das Verschweißen der Packungen erlauben.

Bei der Verpackung von Lebensmitteln wird auf hygienische Einwandfreiheit, Feuchtigkeits- und Gasdichtheit sowie in weit größerem Umfang als in Deutschland auf werbende und kaufanreizende Wirkung Wert gelegt. Ein genauer Vergleich mit deutschen Verhältnissen zeigt, wie sehr die USA durch günstigere Rohstoffverhältnisse und die Entwicklung einiger hier noch nicht erhältlicher Kunststoffe begünstigt sind. Anregungen für den weiteren Ausbau deutscher Entwicklungen werden gegeben. [U 182] K. St.

Entwicklung im Autoklavenbau⁷⁾. Eine Bewegung des Inhaltes ist bisher bei Drucken von mehreren hundert Atmosphären nur durch Eigenrotation des Autoklaven möglich gewesen. Die neuesten Typen dieser sog. Sturzautoklaven arbeiten bei Drucken bis 500 at und Temperaturen von 400 bis 500°C mit einer Drehzahl von 30 U/min. Diesen Apparaten ohne bewegliche Teile stehen nunmehr aber auch Autoklaven bis zu einem Fassungsvermögen von 5000 l gegenüber, die mit Rührwerken ausgestattet sind. Zwei Modelle haben sich hierbei durchgesetzt, einmal die sog. Ankerrührer, bei denen der Rührer in Form eines Ankers auch bei großen Abmessungen ohne Quertraversen konstruiert und zwischen Behälterwand und Boden als Ankerblatt eingebaut ist, und zum anderen die Intensivrührwerke. Diese sind als Axialpumpen ausgebildet und können mit Heiz- oder Kühllementen ausgerüstet werden, so daß sie allen Anforderungen bei der Durchmischung flüssigen Gutes mit festen Stoffen (z. B. Katalysatoren) genügen.

Zur Erhöhung der Betriebssicherheit sind bei modernen Autoklaven außer zwei unabhängigen voneinander arbeitenden Manometern Brechplatten- oder Brechklappl-Sicherungen in mit der Außenatmosphäre kommunizierenden Gehäusen eingebaut, die bei einem bestimmten Druck brechen. Die kleineren Apparate werden meistens durch elektrische Strahlungsheizung beheizt; bei größeren Autoklaven — soweit sie nicht aus amagnetischem Material wie austenitischen Chrom-Nickel-Stählen bestehen — hat sich die Induktionsheizung durchgesetzt. Eingegossene Wärmerohre nach Frederking sind bei modernen Stahlguß-Autoklaven nicht verwendbar, stattdessen werden solche Rohre oft noch nachträglich aufgeschweißt. Dadurch ist es möglich, Dampf und Heißwasser mit Spannungen bis zum kritischen Druck und hochsiedende Flüssigkeiten (Mineralöle, Gemische von Diphenyl-Diphenyloxyd) zu verwenden. Abbildungen von Autoklaven der Fa. Sulzer, Winterthur (Schweiz), die auch bei hohen Temperaturen absolut gasdicht sind, befinden sich in der Arbeit von Egloff. [U 179] w.

Filtermittel aus Metall.⁸⁾ Die Filter der Micro Metallic Comp. werden aus einem Metallpulver hergestellt, das aus 18% Cr, 8% Ni und Molybdän oder 20% Cr, 12% Ni und

⁶⁾ Kunststoffe 37, 173/75 [1947].

⁷⁾ H. C. Egloff, Chimia 1, 71/74 [1947].

⁸⁾ C. O. Brown, Ind. Engng. Chem. Ind. Edit. 39, 2; 71a [1947].

Mo/Ni-Legierungen besteht. Diese Werkstoffe werden zunächst als ganze Stücke hitzebehandelt und dann bis zu verschiedener Feinheit zerkleinert, wobei aber jedes Pulverkorn eine einheitliche Zusammensetzung aufweist. Das Pulver wird zu dünnen Platten und Spezialkörpern verarbeitet, die direkt zum Aufbau von Filteranlagen geeignet sind. Die Filter sind sehr widerstandsfähig und durch Spülungen unter höheren Drücken leicht zu reinigen. Ihre hohe Korrosionsfestigkeit ermöglicht die Benutzung für heiße konzentrierte Schwefelsäure und Salpetersäure und für hochkonzentrierte Kalilauge. Bei 530 mm Hg wird die Filterleistung mit 1,25 bis 456 l/cm² angegeben. [U 177] Bo.

Entfernung von HCN aus Kohlendestillationsgasen. Um die Korrosion der Rohrleitungen zu vermeiden, muß HCN aus den Gasen entfernt werden. Bei normalem feuchtem Stadtgas werden im Jahre 8 g je m³ der Rohroberfläche abgetragen, in Anwesenheit von HCN kann diese Zahl auf 75 g/m² ansteigen. Sind gleichzeitig Schwefelverbindungen anwesend, so treten gummiartige Ablagerungen störend auf, die immer beträchtliche Mengen HCN enthalten und die primär aus höhernmolekularen Kohlenwasserstoffen entstehen. Die Abscheidung des Cyanwasserstoffs braucht heute nicht mehr unter dem Gesichtspunkt geschehen, dadurch CN-Verbindungen zu gewinnen, weil diese durch neuere synthetische Verfahren leicht zugängig geworden sind. Bisher sind zwei Verfahren gebräuchlich, einmal die Abscheidung mit Eisensalzen unter Bildung von Fe-CN-Verbindungen und zum anderen die Reaktion mit alkalischen Polysulfiden zu Rhodan-Körpern. Das Eisenverfahren arbeitet mit drehbaren Waschern, Hordenwaschern und Hochdruckkolonnen, doch treten immer wieder Betriebsstörungen durch Verstopfungen auf; zudem ist das Verfahren nur für verhältnismäßig geringe Gasbelastungen brauchbar, und die Aufarbeitung der anfallenden Cyanschlämme ist umständlich. Das Rhodanverfahren hat sich nicht durchsetzen können, weil der hohe Schwefelverbrauch und die schlechte Absatzmöglichkeit der anfallenden Rhodanverbindungen die Methode unwirtschaftlich gestalten. Von C. Eymann⁹⁾ wird nun ein neues Verfahren beschrieben, wonach man das HCN-haltige Gas mit Wasser-wäscht und das ausgewaschene HCN austreibt, indem das Wasser zur Kühlung und Wäsche von Generatorgas und Unterfeuerungsgasen benutzt wird; bei der anschließenden Beheizung der Kohlendestillationsöfen wird der Cyanwasserstoff dann im Gemisch mit den anderen Gasen quantitativ verbrannt. HCN wird von Wasser besonders gut aufgenommen, für 1000 m³ Kokereigas mit einem HCN-Gehalt von 0,4 bis 0,8 g/m³ benötigt man bei 18°C etwa 4 m³ und bei 30°C etwa 5 m³ Wasser. Bei verdichteten Gasen, wie sie in der Praxis vorkommen, sinkt der Wasserverbrauch entsprechend dem zunehmenden Druck, für 20 at wird nur noch der 20. Teil benötigt. In der Praxis soll ein Teil des Wassers, das am Kreislauf der Generatorgaskühlung beteiligt ist, abgezweigt werden und vor seinem Eintritt in die Generatorgaskühler in Cyan-Wascher geleitet werden. Das aus der Generatorgaskühlung austretende Wasser kann nach Befreiung von HCN wieder kondensiert und dem Kreislauf zugeführt werden. Die Auswaschgeschwindigkeit ist sehr günstig, bei einer Aufenthaltszeit des Gases von 20 s im Wascher werden 95% des HCN entfernt. Als laufende Unkosten des neuen Verfahrens treten nur die Kosten für die Cyanwascher-Berieselungspumpen auf. [U 185] W.

Schnellmethode zur Bestimmung des Chlorgehalts von Polymeraten. Unter den zur Ermittlung des Halogengehalts organischer Verbindungen bekannten Verfahren hat die Methode von Carius sich mit Recht den Ruf der größten Genauigkeit, der besten Reproduzierbarkeit der Analysenwerte und des breitesten Anwendungsbereichs erworben. Sie dient daher auch als Standard- und Schiedsmethode bei der Untersuchung halogenhaltiger Polymerate. Für diesen Sonderzweck wurden weiter vorgeschlagen die Methoden von Parr (Natriumperoxyd-Aufschluß in Kalorimeterbombe), Baubigny und Chavanne (Zersetzung mit chromat-haltiger Schwefelsäure), Grote und Krekeler (Verbrennung im Quarzrohr) sowie Hofmeier und Schröder (Zersetzung mit Schwefelsäure-Salpetersäure). Allen diesen Verfahren haftet der Nachteil ihres großen Zeitbedarfs, z. T. auch der einer komplizierten und empfindlichen Apparatur an.

Um zu einer Analysenmethode zu kommen, die bei einfacher Apparatur und raschster Arbeitsmethode Resultate mit für das Betriebslaboratorium genügender Genauigkeit ergibt, wurden die Verfahren von Parr und von Pringsheim für diesen Sonderzweck weiterentwickelt¹⁰⁾. Eine Mischung von Natriumperoxyd-Soda 3:1 oxydiert in 20facher Menge zugesetztes pulverförmiges Polyvinylchlorid im Schmelzfluß mit geeigneter Vollständigkeit und Geschwindigkeit (Aufschlußdauer 2–3 Minuten bei schwacher Rotglut), ohne anderseits Störungen durch Verspritzen zu verursachen. Die

⁹⁾ C. Eymann, Gas- und Wasserfach, 88, 86/89 [1947].

¹⁰⁾ K. Stoeckhert, Kunststoffe 37, 53/54 [1947].

nach dem Abkühlen in Wasser gelöste Schmelze kann in der üblichen Weise gravimetrisch oder titrimetrisch zur Silberbestimmung dienen, nachdem der Peroxyd-Überschuß mit Sulfit reduziert wurde.

Ergebnisse:

Polymerat Art	Chlorgehalt %	
	Soll	Gefunden, Mittel
Polyvinylchlorid	55,4 ± 1,0	54,1
Mischpolymerat	46,5 ± 1,0	46,7
Mischpolymerat	28,5 ± 1,0	29,7
Polyvinylchlorid	55,5 ± 0,5	54,9
Mischpolymerat	34,0 ± 0,5	34,0

[U 160] K. St.

Normung

Glasnormung. Der Fachnormenausschuß Laboratoriumsgeräte hat seine Tätigkeit in vollem Umfang in Ilmenau/Thür., Poststr. 16 wieder aufgenommen, vgl. diese Ztschr. 19, 17 (1947) und gibt laufend „Mitteilungen aus der Glasnormung“ heraus. Heft 1 berichtet über Zukunftsaufgaben der Normung auf dem Glasgebiet. [N 613] —er.

Neue Bücher

Modern Plastics Encyclopedia 1947. Bd. 1 bis 3. 1552 S. mit 899 Bildern und 10 Falttafeln. Plastics Catalogue Corporation. New York 1947. Preis 8.50 Dollar in USA, 12 Dollar im Ausland.

Dieses Buch legt ein beredtes Zeugnis ab von dem enormen Aufschwung, den die Kunststoffindustrie in den Vereinigten Staaten von Amerika genommen hat. Es erschien erstmals im Jahre 1936 als Sonderausgabe der Zeitschrift „Modern Plastics“ in einem Umfang von 332 Großformat-Seiten und einer Falttafel. Inzwischen ist der Umfang auf etwa das Fünffache angewachsen, und die Zahl der Tafeln wurde auf 10 vermehrt. Schon dies gibt einen Begriff von dem dargebotenen Stoff. Großzügig im Aufbau und der Durchführung zeigt die enge Verbindung von Text und Anzeigen, daß eine sehr beachtliche redaktionelle Vorarbeit geleistet worden ist. Nicht ganz die Hälfte — etwa 700 Seiten — entfallen auf Anzeigenseiten, aber diese Anzeigen sind in vielen Fällen eine wertvolle Ergänzung und Bereicherung des Textes. So wirkt das Buch bei seiner vorzülichen Ausstattung trotzdem als ein geschlossenes Ganzes.

Es enthält zunächst eine bebilderte Uebersicht über die letzten anwendungstechnischen Entwicklungen auf dem Kunststoffgebiet. Es folgt sodann ein Kapitel über Materialien, in dem praktisch alle vorkommenden Kunststoffe monographienartig besprochen werden. In jedem Kapitel wird zunächst — und dies zwar erstmalig gegenüber den früheren Ausgaben — ein Ueberblick über die letzten Entwicklungen gegeben. Es folgen dann Angaben über den Chemismus, die allgemeinen Eigenschaften, die Verarbeitung und die Einsatzgebiete und schließlich Querverweisungen auf andere Abschnitte des Buches sowie Schrifttumsangaben. Jeder dieser 51 Werkstoffberichte ist in sich abgeschlossen. In ähnlicher Weise werden danach Filme in 11 Berichten, Fasern in 9 Berichten, Schichtstoffe und Vulkanfiber in 14 Berichten, sowie Harthölzer in 4 Berichten behandelt. Den Abschluß des 1. Bandes bildet das Kapitel „Technische Daten“. Auf 67 Seiten werden Analysenverfahren, Prüfverfahren, Eigenschaftstafeln gemäß Prüfvorschriften (Typentafeln) zusammengestellt, dabei sind auf 4 Seiten die Berichte über deutsche Kunststoffe bibliographisch zusammengestellt, und zwar als Zitierung der PB (Publication Board). Schließlich sind eine Reihe von Eigenschaftswerten in Form von Tabellen und Diagrammen sowie statistische Zahlen über die Kunststofferzeugung in USA in diesem Kapitel enthalten, das allein schon als eine besondere Bereicherung unseres Kunststoffschrifttums anzusehen ist.

Band 2 enthält zunächst einen Abschnitt über Formenbau mit 4 Berichten, sodann über das Vorwärmnen, Pressen, Strangpressen und Spritzen mit 13 Berichten, über die Weiterbearbeitung mit 13 Berichten, sowie über die maschinelle Einrichtung mit 12 Berichten. In diesem letzten Kapitel findet man ausführliche Angaben über Pressen, Strangpressen, Spritzautomaten, die eine besondere Weiterentwicklung aufzuzeigen haben, über Tablettiermaschinen, Schweißmaschinen usw. Das Schlußkapitel enthält die Bezugsquellenverzeichnisse, die sich auf den amerikanischen Markt beschränken, Verzeichnis von Schutzmarken, Handelsnamen usw.

Der 3. Band enthält die 10 Falttafeln, die in dieser Form bei uns noch nicht zu sehen waren; behandelt werden: Identifizierung von Kunststoffen, Eigenschaftswerte, chemischer Aufbau, Weichmacher, Lösungsmittel, Klebefolien (adhesives), Ueberzüge, Fasern, synth. Kautschukarten, sowie unter niedrigem Druck härtende Harze.

Dieses Buch ist durch die Fülle des Gebotenen für jeden auf dem Kunststoffgebiet Tätigen eine Fundgrube in technischer und anwendungstechnischer Hinsicht. Es ist bedauerlich, daß bei den gegenwärtigen Verhältnissen nur wenigen unserer Leser dieses Werk zur Einsichtnahme und Vertiefung zur Verfügung stehen kann. [NB 703] E. Römer.

Unfallverhütung

Prüfung und Behandlung von Druckgasflaschen und Behältern für Druckgas. In Uebernahme der gemäß § 7 Abs. 2 der Bayer. Druckgasverordnung vom 24. März 1936 (GVBl. S. 45) gegebenen Zuständigkeit des Deutschen Druckgasausschusses, welcher nicht mehr besteht, hat das Bayer. Staatsministerium für Arbeit und Soziale Fürsorge mit Zustimmung der Bayer. Staatsministerien des Innern und für Wirtschaft durch Bekanntmachung vom 26. Januar 1948 Nr. VA 3362/47 (BayStAnz. Nr. 5/1948) eine allgemeine Anordnung über die Prüfung und Behandlung von Druckgasflaschen und Druckgasbehältern erlassen.

Durch diese Anordnung wird die während des Krieges vom Deutschen Druckgasausschuss im Reichswirtschafts-Ministerium erteilte Genehmigung zur Verlängerung der Prüfungsfristen für Druckgasflaschen vom 29. Mai 1942 — DGA. 157/42 I — (RWMBI. S. 318) widerrufen. Verschiedene zeitbedingte Schwierigkeiten ermöglichen es noch nicht, die in Ziffer 25 der Technischen Grundsätze zur Druckgasverordnung vorgeschriebenen Prüfungsfristen allgemein einzuhalten. Zur Ueberleitung auf diese Prüfungsfristen wird daher in der Anordnung auf Antrag des Technischen Ueberwachungsvereins folgende Uebergangsregelung in jederzeit widerruflicher Weise allgemein genehmigt:

I. Für Sauerstoff-, Wasserstoff-, Stickstoff-, Preßluft- und Azetylenflaschen deutscher Herkunft, die nicht Eigentum der früheren Wehrmacht waren, Behälter für die verflüssigten Treibgase (verflüssigte Kohlenwasserstoffe) mit einem Prüfdruck bis zu 50 kg/cm² und verflüssigtes Propan gilt folgende Regelung:

1. Flaschen, deren letztes Prüfungsdatum älter als acht Jahre ist, dürfen ohne vorausgehende Prüfung durch den Technischen Ueberwachungsverein nicht mehr gefüllt werden.
2. Flaschen, deren letztes Prüfungsdatum älter als sieben Jahre ist, dürfen nur mehr bis zum 30. 6. 1948 gefüllt werden.
3. Flaschen, deren letztes Prüfungsdatum älter als sechs Jahre ist, dürfen nur mehr bis zum 31. 12. 1948 und
4. Flaschen, deren letztes Prüfungsdatum älter als fünf Jahre ist, nur mehr bis zum 30. 6. 1949 gefüllt werden.
5. Ab 1. 7. 1949 gilt für alle Flaschen opiger Art die durch die Druckgasverordnung vorgeschriebene Prüfungsfrist von fünf Jahren.

II. Behälter für Leuchtgas (Stadtgas, Ferngas, Kokereigas), Methan und Klärgas, sowie alle Behälter aus Leichtmetall müssen nach Ablauf eines Jahres einer Nachprüfung unterzogen werden.

III. Für alle übrigen Flaschen und Behälter gelten mit sofortiger Wirkung die in Ziffer 25 der Technischen Grundsätze zur Druckgasverordnung vorgeschriebenen Prüfungsfristen.

IV. Ausländische Flaschen dürfen nur dann gefüllt werden, wenn sie vom Technischen Ueberwachungsverein geprüft worden sind und den Bestimmungen der Druckgasverordnung entsprechen.

V. Flaschen, die früher Eigentum der Wehrmacht waren, dürfen nur gefüllt werden, wenn sie nach dem 8. 5. 1945 vom Technischen Ueberwachungsverein nachgeprüft worden sind. Die Prüfungsfristen der Druckgasverordnung sind einzuhalten.

VI. Es besteht Veranlassung, die Eigentümer und die Werke zum Füllen von Behältern für verdichtete, verflüssigte oder unter Druck gelöste Gase auf die genaue Beachtung nachstehender Bestimmungen der Druckgasverordnung hinzuweisen:

1. Flaschen, die wechselweise mit Leuchtgas oder Methan gefüllt werden sollen, müssen die Einprägung beider Gasarten tragen. Es dürfen allgemein nur diejenigen Gasarten eingefüllt werden, die auf den Flaschen eingeprägt sind.
2. Einprägungsänderungen auf Druckgasflaschen dürfen nur im Benehmen mit dem Sachverständigen des Technischen Ueberwachungsvereins nach vorheriger Prüfung durch denselben vorgenommen werden.
3. Jede eigenmächtige Veränderung von Einprägungen ist durch die Druckgasverordnung streng untersagt. Zu widerhandlungen werden auf Grund des § 11 der Druckgasverordnung bestraft.
4. Flaschen, bei denen eigenmächtige Veränderungen oder unsachgemäße Einprägungen vorgenommen wurden, sind von jeder weiteren Füllung auszuschließen. Flaschen, die sich als sicherheitsgefährlich erweisen, sind unbrauchbar zu machen.
5. Auf die Beachtung von Punkt 4 hat auch der Sachverständige sein besonderes Augenmerk zu richten. [UV 809] B. Wi.