

weder feste gesättigte von festen ungesättigten, noch flüssige gesättigte von flüssigen ungesättigten Säuren. Für solche Trennungen, z. B. für die Isolierung der festen ungesättigten Isooelsäure, Isoerucasäure usw. eignet sich nur die Bromestermethode³⁾. Übrigens bewährt sie sich auch zur Isolierung kleinster Mengen flüssiger ungesättigter Säuren aus natürlichen Fetten. Ich habe mit meinen Mitarbeitern auf diese Weise vier, nach den anderen Methoden nicht nachgewiesene Säuren im Butterfett gefunden: Decensäure⁴⁾, Dodecensäure und Tetradecensäure⁵⁾, schließlich eine Hexadecensäure⁶⁾; ebenso gelang es Tsujimoto, nach dem Bromesterverfahren eine bis dahin unbekannte Tetradecensäure aus Spermoel und aus Delphintran zu isolieren⁷⁾. [A. 252.]

Nachtrag: In Heft 43/44 der Zeitschrift „Chemische Umschau“, das mir eben zugeht, berichtet Yoshiyuki Toyama, daß er aus den Fettsäuren von Finwaltran mit Hilfe der Bromestermethode eine Hexadecensäure isolieren konnte. Damit ist neuerlich gezeigt, daß die Methode ganz allgemein bei der präparativen Aufarbeitung natürlicher Fette, auch solcher, die mehrfach ungesättigte Säuren enthalten, nützlich ist. Grün.

Prof. Holde sendet uns zu diesem Artikel (vgl. Z. ang. Ch. 37, 885 [1924] folgende **Richtigstellung:** In der Tabelle S. 887, rechte Spalte, unter der Rubrik „feste gesättigte Säuren“, in der darunter befindlichen Spalte muß es sinngemäß „wiedergefundene feste Säure“ statt „wiedergefundene Ölsäure“ heißen.

Analytisch-technische Untersuchungen.

Die exakte Trocknung der Textilfasern für wissenschaftliche und technische Zwecke.

Von JULIUS OBERMILLER, M.-Gladbach,
mitbearbeitet von MARTHA GOERTZ.

Mitteilung aus dem deutschen Forschungsinstitut für Textilindustrie in M.-Gladbach¹⁾.

(Eingeg. 23/6. 1924.)

Die Bestimmung des Trockengewichtes der Textilfasern pflanzlicher oder tierischer Herkunft ist nicht nur für rein wissenschaftliche, sondern auch für technische Zwecke von der höchsten Wichtigkeit und wird als sogenannte Konditionierung für die Textilindustrie ganz allgemein in umfassendem Maßstabe ausgeführt. Der Grund liegt darin, daß die Fasern außerordentlich hygroskopisch sind und sich so — je nach der Lufttemperatur und dem Feuchtigkeitsgehalte der Luft — bald mit einer größeren, bald mit einer geringeren Feuchtigkeitsmenge beladen.

Bei dem Konditionier- oder Handelsgewicht wird demgemäß für jede Faserart ein bestimmter durchschnittlicher Wassergehalt angenommen, der als Fasermaterial in Rechnung zu setzen ist. Ein solcher wurde zuerst für die Seide im Jahre 1840 durch die Handelskammer in Lyon festgelegt, und im Jahre 1875 wurden in Turin für alle Faserarten internationale Vereinbarungen getroffen. Der hiernach anzunehmende Wassergehalt beträgt unter anderm für Wolle (Kammgarn) 18¼% des Trockenge-

wichts, für Baumwolle 8½% und für Seide sowie die später noch hinzutretene Kunstseide 11%.

Die Bestimmung des Konditioniergewichtes erfolgt in den öffentlichen Konditionieranstalten, die behördlichen Charakter tragen. Das Fasermaterial wird hier in den Konditionieröfen nach genau festgelegten Bedingungen getrocknet, und aus dem erhaltenen Trockengewicht ergibt sich dann durch Hinzurechnen des vereinbarten Wassergehaltes das zu geltende Konditioniergewicht.

Die Trocknung wird in den Konditionieranstalten ganz allgemein an gewöhnlicher Luft ausgeführt. Die dafür vorgeschriebene Temperatur beträgt bei Baumwolle und Wolle 105—110°, bei Seide und Kunstseide wird bis zu einer Temperatur von 140° gegangen²⁾. Auf diese Weise wird jedoch, wie ich noch zeigen werde, trotz der hohen Temperatur, die erwiesenermaßen schon nach verhältnismäßig kurzer Zeit eine merkbare Schädigung der Faser hervorzurufen vermag, nur eine annähernde und keineswegs eine wirklich befriedigende Trocknung erzielt.

Für die Wahl einer oberhalb 100° liegenden Trocknungstemperatur scheint unter anderm der Gesichtspunkt maßgebend gewesen zu sein, daß man über den Siedepunkt des wegzutrocknenden Wassers hinausgehen müsse³⁾. Eine derartige Annahme würde aber auf einer irrtümlichen Voraussetzung beruhen, denn bekanntermaßen wird der Siedepunkt des Wassers durch die Auflösung von Stoffen — und tatsächlich handelt es sich bei den luftfeuchten Textilfasern um wirkliche wässrige Lösungen — oft sehr erheblich in die Höhe getrieben, andererseits trocknet das Wasser sehr leicht ja auch unterhalb seines Siedepunktes weg.

Über die exakte Trocknung der Textilfasern sind schon von den verschiedensten Seiten eingehende Untersuchungen angestellt worden, ohne daß diese jedoch zu einem befriedigenden Ergebnisse geführt hätten. Die dabei gewonnenen Feststellungen sind zum Teil recht unzutreffend, und sie widersprechen sich vielfach auch. Eine kritische Zusammenstellung aller der zahlreichen Untersuchungen hierüber ist mehrfach schon gegeben worden, unter anderm über die Trocknung der eine besondere Bedeutung besitzenden Cellulose von M. Renker⁴⁾, und später noch von Schwalbe^{5a)}. Es kann hier deshalb von einer nochmaligen näheren Besprechung Abstand genommen werden. Renker gibt selbst eine neue Trocknungsmethode an, aber auch diese an sich recht wohl ausgedachte Methode vermag nicht vollauf zu befriedigen.

Der Grund für die Unzulänglichkeit der bisherigen Trocknungsmethoden für die verschiedenen Faserstoffe liegt vor allem darin, daß hierbei der Tatsache, daß die Fasern im absolut trockenen Zustande dem Phosphor-pentoxid in ihrer Hygroskopie durchweg äußerst nahe stehen — wie ich kürzlich schon dargetan habe⁶⁾ —, nicht genügend Rechnung getragen worden ist. Meist wurde einfach an gewöhnlicher, wasserhaltiger Luft getrocknet, an der nach meinen noch folgenden Versuchsergebnissen selbst bei 110° keine ausreichende Trocknung zu erzielen ist, oder aber es konnte doch der Hinzutritt von feuchter Außenluft nach beendeter Trocknung für die folgende Wägung nicht vollkommen ausgeschlossen werden.

³⁾ Lunge-Berls Chem.-Techn. Untersuchungsmethoden, 7. Aufl., Bd. III, Abschn. Fette und Wachse, S. 590.

⁴⁾ Grün u. Wirth, B. 55, 2197 [1922].

⁵⁾ Grün u. Winkler, vgl. Z. ang. Ch. 37, 228 [1924]; Sitzungsber. Chem. Abt. d. Niederrhein. Ges. f. Natur- u. Heilk., Bonn.

⁶⁾ Grün u. Winkler, Unveröffentl. Beobachtungen.

⁷⁾ Ch. Umschau 30, 33 [1923].

¹⁾ Das Institut ist wegen Mangel an Barmitteln am 1. April 1924 eingegangen.

²⁾ Vgl. P. Heermann, Mechanisch- und physikalisch-technische Textiluntersuchungen, Berlin 1912, S. 93.

³⁾ C. G. Schwalbe, Die Chemie der Cellulose, Berlin 1911, S. 611.

⁴⁾ Über Bestimmungsmethoden der Cellulose, 2. Aufl. Berlin 1910, S. 10.

^{5a)} a. a. O. S. 25.

⁶⁾ Z. phys. Ch. 109, 163 [1924].

Mit Sicherheit vermochte ich festzustellen, daß der Feuchtigkeitsgehalt der Fasern auch noch oberhalb 100° jeweils einem ganz bestimmten, von Temperatur und Luftfeuchtigkeit abhängigen Gleichgewichte entspricht, und daß so zur vollkommenen Trocknung der Fasern in erster Linie hochgetrocknete Luft notwendig ist, die dann sogar schon bei gewöhnlicher Temperatur allmählich zum absoluten Trockengewicht führt. Auf Grund dieser Feststellungen glaube ich eine exakte Trocknung der Fasern auf verhältnismäßig einfache Weise erreicht zu haben.

Ich bediene mich hierfür einer bereits kürzlich von mir beschriebenen und dort auch abgebildeten Apparaturzusammensetzung⁶⁾. Den wichtigsten Teil der Apparatur bilden bestimmte neue, zur Aufnahme des zu trocknenden Textilmaterials dienende, von mir so bezeichnete „Türmchen“. Diese Türmchen, die mittels eines für sie gebauten Ofens auf jede beliebige Temperatur erhitzt werden können, vermögen im Falle der von mir verwendeten Großtürmchen mit Leichtigkeit 10–20 g Fasermaterial — je nach Art und Zustand der Fasern — aufzunehmen, ohne daß die Fasern dabei zu stark eingepreßt zu werden brauchen. Die Türmchen gestatten ein Hindurchleiten von Trockenluft während des Erhitzens, lassen sich durch Drehen eines Griffstopfens luftdicht abschließen und sind direkt als Wägegläschen zu verwenden. Die Fasern bleiben so vom Augenblicke des Einfüllens in die Türmchen bis zur beendigten Trocknung und Wägung vollkommen von der Berührung mit der Außenluft abgeschlossen.

Die Trocknung führte ich mit sorgfältigst getrockneter Luft aus, die nach meiner neuerdings noch verbesserten Methode⁷⁾ durch schließliches Hindurchleiten durch Phosphor-pentoxyd auch von den letzten Feuchtigkeitsresten befreit worden war. Diese Trockenluft wurde in gleichmäßig fließendem Strome durch das in die Türmchen eingeschlossene, auf eine bestimmte Temperatur erhitzte Fasermaterial hindurchgeführt.

Das für die Trocknungsversuche verwendete Fasermaterial wurde zur gründlichen Entfettung jeweils erst 25 Stunden lang mit heißem Benzol am Rückfluß extrahiert. Anschließend wurde bei gewöhnlicher Temperatur noch gut mit destilliertem Wasser gewaschen, worauf an freier Luft getrocknet wurde. Der Hauptwert wurde hierbei also auf Entfernung der fettigen Anteile gelegt, welche sich ihrer nicht zu unterschätzenden Flüchtigkeit bei höherer Temperatur halber äußerst störend bei den Trocknungsversuchen bemerkbar gemacht hatten.

Mit der Temperatur ging ich bei den Versuchen im Interesse einer möglichststen Schonung der Fasern meist nicht über 100° hinaus, um so mehr, als oberhalb 100° bald auch die Gummischläuche, die zur Verbindung der Türmchen mit der Luftzu- oder -ableitung benötigt sind, ihre Elastizität verlieren und dann weich und klebrig werden. Allerdings liegt die Zersetzungstemperatur der Fasermaterialien beim trockenen Erhitzen nach den Literaturangaben nicht dicht oberhalb 100°. Für Cellulose beispielsweise bewegen sich die Angaben meist zwischen 120° und 150°, sie sind aber wohl durchweg dahin zu verstehen, daß sie den Eintritt einer verhältnismäßig rasch verlaufenden Zersetzung unter baldiger Bräunung kennzeichnen sollen. Tatsächlich verändern sich die Fasermaterialien an freier Luft langsam schon bei gewöhnlicher Temperatur, und mit steigender Temperatur nimmt die Geschwindigkeit des Zersetzungs-vorganges mehr und mehr zu, bis der letztere schließlich direkt augenfällig wird. Die Festsetzung dieses Punktes ist natürlich stets in hohem Grade von dem subjektiven Empfinden des Beobachtenden abhängig.

Ich konnte ganz allgemein die Beobachtung machen, daß die Vergilbung bei Baumwolle, Kunstseide, Seide und besonders der Wolle auch nach bester Vorentfettung und Reinigung trotz einer 100° nicht übersteigenden

Trocknungstemperatur bald eine unverkennbare war. Vor allem bei chromierter Wolle (3% Kaliumbichromat) ging die Farbe schon durch ein dreistündiges Erhitzen auf 95–100° von einem grünlichen Grau in ein erheblich dunkleres, ausgesprochenes Gelblichgrün über. Selbst bei gewöhnlicher Temperatur fand langsam ein solcher Farbumschlag statt. Bei Baumwolle wurde das vermutlich durch die Zersetzung von Protoplasmaresen bedingte Auftreten eines eigenartig unangenehmen, etwas scharfen, buttersäureartigen Geruches beobachtet. Weiterhin ließen sich bei dem Trocknen nach meinen noch folgenden Darlegungen mit Sicherheit Gewichtsveränderungen, und zwar sowohl Gewichtsabnahmen als auch Gewichtszunahmen, feststellen. Gleichzeitig wurden die Fasern durch das Trocknen erheblich rauher im Griff, was zum Teil wenigstens damit in Zusammenhang gebracht werden muß, daß die Wasseraufnahmefähigkeit der Faser, d. h. ihre Hygroskopie, durch das Trocknen in recht bemerkbarem Maße zurückgeht. Schließlich wurde auch ein manchmal recht erhebliches Zurückgehen der Reißfestigkeit der Fasern beim längeren Trocknen festgestellt. Für die zuletzt genannten Beobachtungen, die dem Praktiker etwas in allgemeinerer Form bereits Bekanntgewesenes bestätigen, werde ich demnächst zahlenmäßige Belege erbringen.

Zu den Versuchen wurden im Interesse des gegenseitigen Vergleichs stets zwei Türmchen mit je 10–20 g Fasermaterial nebeneinander in den Ofen eingesetzt. Der in den Türmchen vorhandene tote Raum wurde hierfür mit Nickel- oder auch Kupfersiebechen in der von mir bei der Beschreibung der Türmchen angegebenen Weise abgesperrt.

Die Trockenluft wurde mit einer Geschwindigkeit von je 30 st/l durch die beiden Türmchen hindurchgeführt, und zwar derart, daß der Luftdurchgang in umgekehrter Richtung der Türmchen erfolgte — nach meiner früheren Beschreibung in der Richtung von II nach I, d. h. von oben nach unten —, um die in geringer Menge vom Luftstrom mitgerissenen Fettanteile der Schmierung der Schiffe möglichst nicht durch das Fasermaterial hindurchtreten zu lassen. Diese Fettverluste der Schmierung, die bei den einzelnen Trockenversuchen immerhin einige Milligramme betragen haben, mußten natürlich für das Endgewicht des Fasermaterials berücksichtigt werden. Es geschah dies durch ein einfaches Zurückwiegen der vorsichtig entleerten⁸⁾ Türmchen.

Das Erkaltenlassen der Fasertürmchen nach beendigtem Trocknungsversuche erfolgte mit vorgeschaltetem Phosphor-pentoxydtürmchen. Hierfür wurde der Griffstopfen der Fasertürmchen auf die von mir so bezeichnete „knappe Halbstellung“ gedreht, bei der der Luftzutritt nur von der Seite des Pentoxydtürmchens her stattfinden konnte.

Der Feuchtigkeitsgehalt der zu trocknenden Fasern wurde jeweils erst auf annähernd die folgende Höhe, bezogen auf das Trockengewicht der Fasern, gebracht:

Baumwolle 8 %, Wolle 15 %, Seide und Kunstseide 10 %.

Bei der Feststellung der zur Trocknung benötigten Zeit war die Überlegung maßgebend gewesen, daß durch die bei der Trocknung entstehende Verdunstungskälte die Temperatur des Fasermaterials solange niedrig gehalten wird, bis die Trock-

⁸⁾ Die Gefahr von Faserverlusten beim Entleeren der Türmchen ist eine sehr geringe, weil die Fasern beim vorsichtigen Herausnehmen stets ziemlich fest aneinander haften bleiben. Die Verluste sind vor allem bei Versuchen über eingetretene Gewichtskonstanz oder über Gewichtsveränderungen sorgfältigst zu vermeiden, da hier immer wieder das gleiche Fasermaterial verwendet werden muß. Im übrigen ist der Verlust von einigen wenigen Fasern nicht von sehr schwerwiegender Bedeutung, denn bei mehrfach wiederholten Bestimmungen des Gewichts von je 100 Einzelfasern Baumwolle der verschiedensten Herkunft betrug dieses stets zusammen etwas weniger als 1 mg.

⁶⁾ Z. ang. Ch. 36, 429 [1923].

⁷⁾ Z. ang. Ch. 37, 904 [1924].

nung annähernd wenigstens beendet ist. Zur Feststellung der Zeit, welche das Fasermaterial so benötigt, um die Temperatur des Ofens anzunehmen, wurden tubulierte Türmchen verwendet, in die ein mittels Gummischlauchs am Tubus befestigtes Thermometer bis zu der Stelle eingesenkt war, an welcher der zur Trocknung dienende Luftstrom eben wieder aus dem Fasermaterial heraustrat. Die Trocknung wurde abgebrochen, sobald das Thermometer innerhalb von 10 Minuten um nicht mehr als höchstens $0,5^\circ$ in die Höhe gegangen war. Voraussetzung hierfür war, daß die Temperatur des Ofens innerhalb eines Grades konstant blieb. Das Thermometer der Fasertürmchen fiel bei den Versuchen oft plötzlich wieder, und das muß darauf zurückgeführt werden, daß nun um die Quecksilberkugel herum eine verstärkte Trocknung einsetzte, nachdem die darüber liegenden Faseranteile ihre Hauptfeuchtigkeit verloren hatten. Damit gelangte dann eine trockenere, aufnahmefähigere Luft zu den noch verhältnismäßig feuchten Faseranteilen bei der Quecksilberkugel.

Bei dieser „Thermometertrocknung“ ließen sich folgende Trocknungszeiten feststellen, die jeweils von dem Augenblicke an gerechnet wurden, zu welchem der Ofen die gewünschte Temperatur erreicht hatte. Beigesetzt sind in der Zusammenstellung auch die auf der Faser zurückgebliebenen, übrigens sehr geringen Feuchtigkeitsreste, deren Menge durch ein nochmaliges, nun fünfständiges Trocknen bei $95-100^\circ$ unter Verwendung von nichttubulierten Türmchen bestimmt worden ist. Diese fünfständige Trocknung führt nach den weiterhin folgenden Darlegungen selbst bei $85-90^\circ$ mit Sicherheit zum exakten Trockengewicht, und zwar bei sämtlichen Faserarten.

Trocknungs-temperatur	Baumwolle		Wolle		Seide		Kunstseide	
	Trocknungszeit	Feuchtigkeitsrest	Trocknungszeit	Feuchtigkeitsrest	Trocknungszeit	Feuchtigkeitsrest	Trocknungszeit	Feuchtigkeitsrest
$95-100^\circ$	1 1/4 Std.	0,01 %	1 1/2 Std.	0,07 %	1 3/4 Std.	0,02 %	2 Std.	0,04 %
$85-90^\circ$	1 1/2 „	0,02 %	2 „	0,08 %	2 1/4 „	0,05 %	2 1/2 „	0,08 %

Die Ergebnisse der vorstehenden Thermometertrocknung stellen den Durchschnitt von je zwei, gleichzeitig nebeneinander ausgeführten Versuchen dar. Hierfür diente im Falle der Baumwolle eine solche amerikanischer sowie eine indischer Herkunft. Im Falle der Kunstseide wurden Kupferseide (Adlerseide) und Viscoseseide (Vistra) miteinander verglichen. Bei Wolle wurde je ein Versuch mit ungebeizter und mit chromierter (3 % Kaliumbichromat) Faser von genau der gleichen Herkunft ausgeführt, und ebenso bei Seide je ein Versuch mit Rohseide und mit entbasteter Seide der gleichen Herkunft. Die Trocknungszeiten der beiden Parallelversuche waren jeweils ziemlich die gleichen, und die Unterschiede in den verbliebenen Feuchtigkeitsresten betrugen hierbei selbst bei $85-90^\circ$ nicht mehr als allerhöchstens 0,03%.

Anschließend wurden jetzt noch zahlreiche Vergleichstrocknungen in nicht tubulierten Türmchen zur Feststellung der für die tatsächliche Erreichung des absoluten Trockengewichtes benötigten Zeit ausgeführt. Hierbei ergaben sich die folgenden Annäherungszeiten für die exakte Trocknung:

Trocknungs-temperatur	Baumwolle	Wolle	Seide	Kunstseide
$95-100^\circ$	2 Std.	3 Std.	4 Std.	4 Std.
$85-90^\circ$	3 „	4 „	5 „	5 „
$75-80^\circ$	5 „	6 „	—	—
$65-70^\circ$	10 „	15 „	—	—
$55-60^\circ$	30 „	40 „	—	—

Aus dieser zweiten Zusammenstellung ist zu ersehen, daß die Trocknungszeiten mit sinkender Temperatur bald

erheblich zunehmen, und daß die letzten Feuchtigkeitsreste, deren Menge bei der Thermometertrocknung für je 10 g Fasermaterial durchweg nur noch wenige Milligramme betragen hatte, ganz überraschend langsam weggelassen.

Verhältnismäßig am raschesten trocknet Baumwolle, etwas weniger rasch trocknet Wolle und wieder etwas weniger rasch Seide und Kunstseide, von denen vielleicht die letztere am allerlangsamsten trocknet. Diese Trocknungsunterschiede gelten natürlich aber nur für die Weg-trocknung des in etwas festerer Bindung, und zwar in Form einer festen Lösung, in das Fasermaterial eingelagerten Wassers, nicht jedoch für ein äußeres Trockenwerden im üblichen Sinne, das bei der Wolle z. B. erfahrungsgemäß weit rascher erfolgt, als bei der Baumwolle.

Ein gewisser Unterschied in der Trocknungszeit und übrigens auch in der Wasseraufnahmefähigkeit macht sich schon bei Fasern gleicher Art und Herkunft in oft deutlich erkennbarem Maße bemerkbar. Hierbei spielt natürlich die Art und Menge der Begleitsubstanzen, sowie der Alterszustand der Fasern und die Behandlung, der sie ausgesetzt waren, eine wichtige Rolle. Erwähnenswert ist es hier, daß die basthaltige Rohseide nicht nur etwas schwerer als entbastete Seide von ursprünglich dem gleichen Strange sich trocken ließ, sondern daß sie umgekehrt auch das Wasser viel langsamer wieder aufnahm, obwohl doch die basthaltige Rohseide bei meinen Versuchen stets erheblich hygroskopischer als die entbastete Seide sich erwiesen hat.

Daß der Trocknungsprozeß auch bei gewöhnlicher Temperatur zu Ende zu führen ist, geht aus folgenden weiteren Versuchen hervor, bei denen wieder je etwa 10 g gut entfettete lose Baumwolle und Wolle bei gewöhnlicher Temperatur der Behandlung mit hochgetrockneter Luft — hier aber nur mit einer Geschwindigkeit von 20 Stundenlitern für jedes der Türmchen — ausgesetzt wurden. Nach viertägigem ununterbrochenem Hindurchleiten der Luft war der Feuchtigkeitsgehalt der Fasern auf 0,05 % und 0,22 % zurückgegangen. Nun wurden beide Fasern exakt getrocknet und anschließend durch Hindurchsaugen einer beide Male genau gleichen Menge Feuchtluft mit je 6,5 mg Wasser belastet. Nach abermaliger, jetzt vierzehntägiger Behandlung mit Trockenluft war der Feuchtigkeitsgehalt der Fasern von 6,5 mg auf 2 mg und 3 mg zurückgegangen, was nun durch ein nochmaliges exaktes Trocknen bestätigt wurde.

In gleicher Weise wurden jetzt auch entbastete Seide und basthaltige Rohseide in Mengen von rund 18 g und 13 g bei gewöhnlicher Temperatur mit Trockenluft behandelt. Nach 6 Tagen hatten diese das Wasser bis auf 0,24 % und 0,51 % verloren, und nach erfolgter exakter Trocknung und Wiederbelastung mit je 8,8 mg Wasser war die Feuchtigkeitsmenge durch vierzehntägige Behandlung mit Trockenluft auf 2 mg und 4 mg zurückgegangen.

Hiernach befand sich auf den Fasern zuletzt nicht mehr als 0,01—0,03 % Feuchtigkeit, und man darf wohl mit voller Berechtigung annehmen, daß auch diese geringen Feuchtigkeitsreste bei weiterer Behandlung mit Trockenluft allmählich noch weggegangen wären. Daraus würde folgen, daß die absolute Trocknung mit hochgetrockneter Luft bei jeder Temperatur durchzuführen ist, und daß die Temperatur nur von Einfluß auf die Geschwindigkeit des Trocknungsprozesses ist, wie übrigens schon von vornherein erwartet werden durfte.

Was nun die Trocknung mit wasserhaltiger Luft anbetrifft, so verwendete ich hierfür eine Luft von verschie-

den hohem, in bestimmter Weise jeweils eingestelltem relativem Feuchtigkeitsgrade. Die Einstellung erreichte ich nach meinen kürzlich ⁹⁾ veröffentlichten Untersuchungen durch ein Hindurchführen der Luft, die bei Bedarf erst etwas vorgefeuchtet worden war, durch zwei hintereinander geschaltete sogenannte Chlorcalciumtürme, die mit geeigneten Salzfüllungen versehen waren. Für eine 100 %ige relative Feuchtigkeit kam natürlich nur Wasser (gefeuchteter Bimsstein) in Betracht. Für die unterhalb 100 % liegenden Feuchtigkeitsgrade wählte ich folgende Salzfüllungen:

75%ige relative Feuchtigkeit:	feuchtes Kochsalz,
55%ige „ „	feuchtes Calciumnitrat,
35%ige „ „	feuchtes, krist. Calciumchlorid,
2,5%ige „ „	entwässertes Calciumchlorid.

Bei derart abgestuften Feuchtigkeitsgraden der Luft, deren Fehlergrenzen innerhalb von nicht mehr als 2 % zu liegen scheinen, konnte ich nach jeweils fünfstündigem Erhitzen auf 105–110° und auf 95–100°, sowie nach achtsündigem Erhitzen auf 75–80° — unter den sonst üblichen Bedingungen — die folgenden verbliebenen Feuchtigkeitsreste der Fasern feststellen. Die Temperatur der Außenluft lag während der Versuche durchweg zwischen 20° und 22°. Als Durchschnitt wurden für die Berechnung des absoluten Feuchtigkeitsgehaltes der verwendeten Luft 21° angenommen.

Trocknungs- temperatur	Luftfeuchtig- keit		Feuchtigkeitsreste			
	Relativ %	Absolut g/cbm	Baumwolle %	Wolle %	Seide %	Kunstseide %
105—110°	75	13,8	0,35	0,75	0,4	0,6
	100	18,4	0,65	1,25	0,75	1,05
95—100°	75	13,8	0,55	1,05	0,6	0,9
	55	10,1	0,4	0,8	0,45	0,65
	35	6,4	0,25	0,5	0,35	0,45
	2,5	0,5	0,06	0,14	0,08	0,1
75—80°	75	13,8	1,05	1,9	1,05	1,45
	35	6,4	0,55	1,0	0,6	0,9

Die Resultate stellen wieder die Durchschnittswerte von je zwei mit verschiedenem Fasermaterial, genau wie bei der Thermometertrocknung, nebeneinander ausgeführten Trocknungsversuchen dar. Die Unterschiede der Einzelergebnisse lagen bei Baumwolle und Wolle durchweg unterhalb von 0,05 %. Bei Seide wies die hygroskopischere Rohseide stets einen etwas höheren, bis auf einen Mehrwert von 0,15 % ansteigenden Feuchtigkeitsgehalt gegenüber der entbasteten Seide auf. Bei den Kunstseiden schließlich hielt Kupferseide in allen Fällen etwas mehr Wasser als Viscose zurück. Der Unterschied betrug aber auch hier nur bis zu 0,1 %.

Besonders hervorzuheben ist, daß selbst bei 105 bis 110° noch keine befriedigende Trocknung zu erzielen war. Bei diesen 105–110° wurde mit 75 %iger Luft ziemlich genau das gleiche Resultat erhalten, wie mit 55 %iger Luft bei 95–100°. Andererseits führte eine 75 %ige Luft bei 95–100° zu den gleichen Ergebnissen, wie eine 35 %ige Luft bei 75–80°. Demgemäß würde zur Erreichung des gleichen Trockengewichtes — innerhalb der hier in Frage kommenden Temperatur- und Luftfeuchtigkeitsgrenzen — bei einem Zurückgehen der relativen Luftfeuchtigkeit um 20 % oder der absoluten Feuchtigkeit um annähernd 4 g/cbm die Trocknungstemperatur um je 10° erniedrigt werden können.

Weiterhin ist es hier bemerkenswert, daß bereits Renker ^{9a)} Trocknungsversuche mit Cellulose Sul-

fizellstoff) unter Hindurchleiten von Feuchtluft eines absoluten Gehaltes von etwa 22 g/cbm Feuchtigkeit (100 % bei 24–25°) angestellt hat. Der von ihm unter anderm für 98° dabei festgestellte Feuchtigkeitsrest der Cellulose von 0,64 % stimmt gut mit meinem eigenen Befunde bei der Baumwolle überein.

Zusammengefaßt ergibt sich aus meinen Feststellungen, daß die Witterungsverhältnisse und der damit verbundene Wechsel im Feuchtigkeitsgehalte der Luft von nicht zu unterschätzendem Einflusse auf den Grad der anfreier Luft zu erreichenden Trocknung der Fasern sind, worauf übrigens auch schon von anderer Seite ¹⁰⁾ hingewiesen worden war. Demgemäß ist ein dauerndes Hindurchleiten von Luft durch das Fasermaterial von höchster Wichtigkeit für die Trocknung, um die von der Faser abdunstende Feuchtigkeit stets möglichst rasch wegzuführen und den Trocknungsprozeß dadurch zu beschleunigen oder überhaupt zu Ende führen zu können.

Tatsächlich war bei Baumwolle mit einem Feuchtigkeitsgehalte von nicht mehr als 3 % nach fünfstündigem Erhitzen im Türmchen auf 95–100° — ohne ein Hindurchleiten von Luft — ein Feuchtigkeitsgehalt von noch 2,4 % und nach zehnstündigem Erhitzen von 1,9 % bestehen geblieben. Bei Wolle mit einer ursprünglichen Feuchtigkeit von 4,3 % war nach einem solch fünf- und zehnstündigem Erhitzen der Feuchtigkeitsgehalt bis auf 3,8 % und 3,3 % zurückgegangen. Bei gleichzeitigem Hindurchleiten von Trockenluft war aber unter sonst gleichen Bedingungen die exakte Trocknung bereits nach zwei bis drei Stunden erreicht. Es ergibt sich hieraus, daß die bisher für die Konditionierung üblichen Öfen, bei denen die Luft nicht unbedingt zwangsläufig durch das Fasermaterial hindurchtreten muß, zweckmäßig im entsprechenden Sinne umzugestalten sein würden. Hierüber werde ich demnächst an anderer Stelle weitere Ausführungen machen.

Nach allem erscheint als besonders geeignet zur exakten Trocknung der Fasern mittels meiner Apparatur — je nach der Faserart — ein drei- bis fünfstündiges Erhitzen bei 85–90°, bei dem die Gummischläuche gegenüber einer Temperatur von 95–100° erheblich mehr geschont werden. Bei Fasern einer sehr gesteigerten Empfindlichkeit, wie vor allem bei Schießbaumwolle, kann man mit der Temperatur natürlich noch weiter heruntergehen. Andererseits wird man für praktische Zwecke vielfach an Stelle von hochgetrockneter Luft einer solchen mit einer gewissen, jedoch nicht zu hohen relativen Feuchtigkeit den Vorzug geben können. Für die auf der Faser hierbei zurückbleibenden Feuchtigkeitsreste ließen sich durch Vorversuche jeweils bestimmte Durchschnittswerte festlegen. Das Trocknen mit einer weniger ausgesprochenen Trockenluft scheint nach meinen Beobachtungen auch den Vorzug einer etwas rascheren Erreichung des Endgewichtes zu bieten.

Beim Trocknen der Fasern nach der geschilderten Methode, soweit die Trocknung bei erhöhter Temperatur erfolgt, kann man zwei Phasen unterscheiden, die ich als „Grob-trocknung“ und als „Feintrocknung“ bezeichnen möchte. Die Grobtrocknung ist beendet, sobald in den hinter den Türmchen eingeschalteten Schaugläsern das anfangs zur Abscheidung gelangende Kondenswasser wieder weggetrocknet ist. Im Falle einer Trocknung bei 95–100° hatten die Fasern hierbei eine Temperatur von etwa 75° erreicht. Die Zeitdauer der Grob-

⁹⁾ Z. phys. Ch. 109, 145 [1924].

^{9a)} A. a. O. S. 89.

¹⁰⁾ A. Schweizer, Leipziger Monatsh. f. Textilind. 23, 139 [1908].

trocknung war so stets eine etwas kürzere, als die der eingangs besprochenen Thermometertrocknung. Bei 95–100° dauerte die Grobtrocknung von Baumwolle und Wolle etwa $\frac{3}{4}$ Stunden und 1 Stunde, gegenüber von $1\frac{1}{4}$ und $1\frac{1}{2}$ Stunden bei der Thermometertrocknung. Bei 55–60° sodann dauerte die Grobtrocknung je etwa 2 Stunden. Der auf der Faser bei der Grobtrocknung zurückgebliebene Feuchtigkeitsrest war natürlich etwas höher als im Falle der Thermometertrocknung. Er betrug unter Verwendung von hochgetrockneter Luft für die beiden Faserarten bei 95–100° 0,05 % und 0,15 % und bei 55–60° 0,3 % und 0,8 %. Es bietet demnach die leicht erkennbare Beendigung der Grobtrocknung einen wichtigen Anhaltspunkt für den Grad der erreichten Trocknung, und an die Grobtrocknung könnte dann — je nach dem praktischen Falle — eine mehr oder weniger langdauernde Feintrocknung angeschlossen werden.

Was nun die Genauigkeit des nach meiner Methode zu findenden Endgewichtes anbelangt, so kann sie als innerhalb eines Milligramms, d. h. bei den durchschnittlich verwendeten 10 g Fasermaterial als innerhalb 0,01 % liegend angenommen werden. Es würde dies bei den verhältnismäßig umfangreichen und schweren Türmchen als recht gut zu bezeichnen sein, vor allem wenn man noch bedenkt, daß auch die Witterungsverhältnisse von einem gewissen Einfluß auf das beim Wägen an der Luft zu findende Gewicht sind.

Für den Grad der Genauigkeit der Wägungen ist fernerhin noch in Berücksichtigung zu ziehen, daß die Fasern beim langen Trocknen im Luftstrom durchweg eine zwar recht geringe, immerhin aber nachweisbare Gewichtsveränderung erleiden. Bei Baumwolle und entbasteter Seide konnte ich stets eine sofort sich bemerkbar machende Gewichtserhöhung feststellen, die von verschiedenen Seiten schon vermutet, in noch keinem Falle aber mit Sicherheit erwiesen worden war¹¹⁾. Jedenfalls liegt die Zunahme des Gewichtes hier innerhalb der Fehlergrenzen, mit denen bei den bisherigen Trocknungsmethoden zu rechnen war. Im Falle der Baumwolle erreichte die Gewichtszunahme bei meinen Versuchen in langsamem und gleichmäßigem Weiterschreiten nach zusammen 150 stündigem Erhitzen 0,06 %, d. h. 6 mg für je 10 g. Bei entbasteter Seide sodann betrug die Zunahme in der gleichen Zeit 0,15 %.

Bei Wolle und nicht entbasteter Rohseide, sowie bei Kunstseide hingegen konnte ich anfänglich stets eine Abnahme des Gewichtes feststellen, die bei längerem Trocknen allmählich immer kleiner wurde, bis im Falle der Wolle schließlich wieder eine Zunahme erfolgte. Vermutlich handelt es sich bei der Abnahme um geringe Verluste von Fett oder ähnlichen Stoffen. Tatsächlich ließ sich die Wolle, wie verschiedene Versuche ergeben haben, auch durch ein 100 stündiges Extrahieren mit heißem Benzol am stark strömenden Rückflusse nicht vollkommen erschöpfend entfetten. Bei der durch 25 stündige Benzolextraktion entfetteten Wolle war nach zusammen 60 stündigem Erhitzen eine Gewichtsabnahme von etwa 0,08 % festzustellen. Anschließend blieb in weiteren 50 Stunden Erhitzens das Gewicht annähernd bestehen, um in abermals 100 Stunden Erhitzens nun um ungefähr 0,2 % wieder in die Höhe zu gehen. Ähnlich verhielt sich die chromierte Wolle, nur nahm diese in den letzten 100 Stunden Erhitzens nur um 0,03 % zu¹²⁾.

¹¹⁾ Nach Schwalbe (a. a. O. S. 611) sind beim Erhitzen der Cellulose auf eine Temperatur von nicht über 100–105° noch niemals Zersetzungen beobachtet worden, welche das Gewicht der Faser zu beeinflussen vermochten.

¹²⁾ Falls diese geringere Gewichtszunahme der chromierten Wolle durch spätere, eingehende Versuche eine allgemeinere Bestätigung finden würde, dann könnte damit vielleicht eine Begründung für die in langjährigem Streite von A. Kertesz gegenüber S. v. Kapff vertretene Behauptung gegeben werden, daß Wolle durch Chromierung beständiger gegen die Atmosphärien werde (vgl. u. a. Lehn's Färberzeitung 1920, S. 1).

Bei der Rohseide und der Kunstseide war eine schließliche Wiederzunahme des Gewichtes nicht mit Sicherheit festzustellen. Bei Rohseide betrug die Abnahme nach 50 stündigem Erhitzen etwa 0,1 % und stieg in weiteren 100 Stunden Erhitzens zusammen noch auf 0,15 % an, womit dann ein Stillstand erreicht war. Im Falle der Kunstseiden war bei Kupferseide bereits nach 50 stündigem Erhitzen bei einem Verluste von 0,15 % der Stillstand erreicht, wogegen bei Viscoseseide selbst nach 120 stündigem Erhitzen und einem Verluste um 0,2 % noch kein vollkommener Stillstand festgestellt werden konnte.

Nach allem scheint es, daß ganz allgemein mit einer langsamen, allerdings sehr geringen Gewichtszunahme der Fasern beim Erhitzen zu rechnen ist, die vermutlich auf Oxydationswirkungen zurückzuführen sein wird. Hierbei würde dann aber durch Verluste gewisser Mengen von fettartigen oder sonstigen flüchtigen Stoffen zeitweise eine Abnahme oder ein Stillstand des Gewichtes vorgetäuscht werden können. Jedenfalls ist außer der Wolle auch die Rohseide in nennenswertem Maße fetthaltig. Im Bastanteile enthält sie etwa $\frac{3}{4}$ % ihres Gesamtgewichtes an Fett, Wachs oder ähnlichen Stoffen.

Fette und sonstige flüchtige Stoffe wirken also schon bei Vorhandensein selbst sehr geringer Mengen äußerst störend für die Erreichung eines konstanten Endgewichtes. Aus diesem Grunde ist zu berücksichtigen, daß auch bei den für die Trocknung so sehr als geeignet erwiesenen Türmchen die Gefahr eines gewissen Hinzutretens von Fett zu dem Fasermaterial durch die wohl nie ganz zu entbehrende Schmierung der Schiffe gegeben ist. Aber bei möglichst sparsamer Schmierung und regelmäßiger, sorgfältiger Entfernung der seitlich an den Schliffflächen heraustretenden Fettanteile, sowie beim Hindurchschicken der Luft durch die Türmchen in dem bereits genannten umgekehrten Sinne, lassen sich die durch die Fettabgabe der Schmierung bedingten Fehler in sehr engen Grenzen halten.

Bei meinen Trocknungsversuchen habe ich somit — von kleinen, langsam sich bemerkbar machenden Gewichtsveränderungen abgesehen — stets ein bestimmtes Endgewicht bei engen Fehlergrenzen zu finden vermocht. Es würde demnach die durch Renker (a. a. O. S. 15) ausdrücklich bestätigte Feststellung von Croß und Bevan, daß die Wasserabgabe der trocknenden Cellulose keine Grenze erreiche, nicht zutreffend sein. Weiterhin dürfte auch die von Schwalbe (a. a. O. S. 25) stammende Angabe, daß beim Trocknen der Cellulose zuerst eine Abnahme, dann eine geringe Zunahme, und schließlich abermals eine Abnahme erfolge, auf einem Irrtum beruhen. Jedenfalls habe ich selbst bei meinen äußerst zahlreichen Trocknungsversuchen, die ich mit den verschiedenartigsten Fasermaterialien ausgeführt habe, stets eine bis zum Endgewicht gleichmäßig weiterschreitende Abnahme des Gewichtes feststellen können.

Was nun noch das Trocknen im Exsiccator über Phosphorpentoxyd anbelangt, so dauert ein solches nach Renker (a. a. O. S. 18) im Falle der Cellulose bei gewöhnlicher Temperatur etwa drei bis vier Wochen. Im Vakuum soll der Prozeß dann schon nach ungefähr zwanzig Stunden beendet sein. Nach meinen eigenen Versuchen indessen vermag das allenfalls nur dann zu gelten, wenn nicht mehr als vielleicht 1–2 g Fasermaterial zur Anwendung gelangen und dieses hierbei in sehr loser Form und in dünnster Schicht ausgebreitet dargeboten wird. Bei etwas dichter liegendem Material geht die Trocknung in der stehenden Luft des Exsiccators sehr viel langsamer vor sich.

Bei Versuchen hierüber setzte ich je etwa 10 g gut entfettete lose Baumwolle und Wolle, die in Glasdosen von annähernd 10 cm Durchmesser und 5 cm Höhe sich befanden, in einen geradwandigen Exsiccator (Frühling und Schulze) ein, in dem sich eine reichliche Schicht Phosphorpentoxyd ausgebreitet befand. Hierbei ging der

Wassergehalt der Fasern innerhalb von 8 Wochen von ursprünglich rund 3 % und 6 % auf 0,25 % und 0,5 % zurück. Im nun folgenden starken Vakuum, das den Trocknungsprozeß fraglos sehr zu beschleunigen vermag, ging der Wassergehalt in weiteren acht Tagen nur noch bis auf 0,1 % und 0,2 % zurück. Ohne Vakuum war der letztere Feuchtigkeitsgehalt überhaupt erst nach zusammen 250 Tagen erreicht. Es dürfte somit auch unter vermindertem Druck eine gewisse Temperaturerhöhung bis zu vielleicht 60°, wie sie schon von Klason¹³⁾ vorgeschlagen worden war, für eine etwaige Exsiccator-trocknung zu empfehlen sein.

Bei meinen Exsiccator-trocknungen können die Fehler in der Bestimmung des Trocknungsgrades, die durch eine Anziehung von atmosphärischer Feuchtigkeit beim Herausnehmen der Glasdosen mit dem Fasermaterial aus dem Exsiccator bedingt waren, nur äußerst geringe gewesen sein. Die Glasdosen waren mit aufgeschliffenen Glasdeckeln versehen, und diese Deckel wurden jeweils im Augenblicke des Öffnens des Exsiccators rasch auf die Dosen aufgesetzt.

Versuche zur Trocknung bei verschiedenen Temperaturen unter vermindertem Druck, bei gleichzeitigem Hindurchleiten von Trockenluft durch das Fasermaterial, mußte ich abbrechen, weil die Türmchen, die allein hierfür in Betracht kommen konnten, für ein Arbeiten unter vermindertem Druck sich nicht als geeignet erwiesen haben. Ihre verhältnismäßig großen Schliffe klemmten sich bei vermindertem Druck sehr leicht derart fest, daß sie nicht mehr loszubekommen waren.

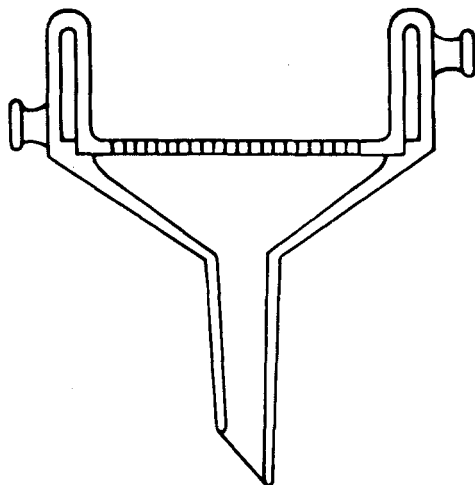
[A. 155.]

Neue Apparate.

Nutsche aus Porzellan für warm oder kalt zu haltendes Filtriergut.

Von Professor F. Mayer, Frankfurt a. M.

Die bisher im Laboratorium verwendeten sogenannten Heißwassertrichter haben bekanntlich verschiedene Nachteile. Sie bestehen aus zwei gänzlich verschiedenen Teilen, und zwar



aus der äußeren heizbaren doppelwandigen Trichterhülle, die aus Metall gefertigt ist, und aus dem inneren Glastrichter. Schon hieraus ergeben sich manche Schwierigkeiten, da der Glastrichter nicht immer genau in die metallische Umhüllung paßt, so daß eine günstige Übertragung der Wärme auf das Filtriergut erschwert ist. Die Filtration selbst geht infolge der Trichterform des Filters relativ langsam vor sich. Beim Filtrieren

saurer Flüssigkeiten kann bei etwaigem Überlaufen des Trichters oder Verschütten der Flüssigkeit die Metallhülle angegriffen, bzw. die zu filtrierende Flüssigkeit durch gelöstes Metall verunreinigt werden. Brennbare Flüssigkeiten können auf dem Heißwassertrichter nur mit besonderen Vorsichtsmaßnahmen filtriert werden. All diese verschiedenen Nachteile sind bei der heizbaren Nutsche aus Porzellan in glücklichster Weise vermieden. Wie die Abbildung zeigt, besitzt dieser neue Laboratoriumsapparat äußerlich die gewohnte Nutschenform und unterscheidet sich von der bisher gebräuchlichen Ausführung nur dadurch, daß die Wandungen der Nutsche hohl gestaltet sind und eine Zu- und Abflußöffnung für heißes Wasser bzw. für strömenden Wasserdampf besitzen. Die Wärme wird auf diese Weise unmittelbar durch die Porzellanwandung hindurch auf das Filtriergut übertragen. Da Porzellan eine hohe spezifische Wärme besitzt, tritt ein Erkalten der Nutsche auch bei gelegentlicher Unterbrechung der Heizung nicht so rasch ein, wie beim Metalltrichter. Ferner ist auch die Filtriergeschwindigkeit infolge der Nutschenform sehr erheblich beschleunigt. Versuche haben eine sehr günstige Wärmeübertragung bewiesen und gezeigt, daß bei Verwendung kochenden Heizwassers die Temperatur z. B. von wässrigem Filtriergut schon bei kurzer Erwärmung in der Mitte der Nutsche 70° beträgt. Die Wirkung kann noch gesteigert werden, indem man die Nutsche mit einem Uhrglas bedeckt. Da ferner auch der den Metallheißwassertrichter seitlich heizende Bunsenbrenner wegfällt, können auch brennbare erhitzte Flüssigkeiten ohne jede Gefahr einer Entzündung filtriert werden.

In gleicher Weise läßt sich natürlich die Nutsche durch Kühlen mittels strömender Kältelauge auch auf niedere Temperatur bringen, so daß der Apparat auch zur Filtration von wärmeempfindlichen Flüssigkeiten oder Niederschlägen benutzbar ist.

Selbstverständlich lassen sich diese Nutschen auch ohne den gedachten Zweck, ebenso wie jeder andere Trichter nach Büchner verwenden, so daß eine doppelte Anschaffung nicht notwendig ist.

Die Nutsche, die unter deutschem Reichs-Gebrauchsmusterschutz steht, wird vorerst in drei Größen hergestellt, und zwar mit einem Siebplattendurchmesser von 70, 90 und 140 mm. Herstellerin dieser Nutschen ist die Porzellanfabrik Ph. Rosenthal & Co., Akt.-Ges., Abt. C., Marktreidwitz i. Bayern, von wo aus diese Nutschen unmittelbar oder durch Vermittlung der einschlägigen Händler bezogen werden können.

Schnellviscosimeter.

Von Dr. E. Stern, Charlottenburg.

In vorliegender Zeitschrift, vgl. Z. ang. Ch. 37, 860 [1924] wird Bezug genommen auf ein Viscosimeter, das ich in der Chemiker-Zeitung 1923 Nr. 41 beschrieben habe.

Zur Richtigstellung der Ausführungen von Klever weise ich darauf hin, daß in meiner Veröffentlichung in der Chemiker-Zeitung Seite 292 oben ausdrücklich gesagt ist, daß der beschriebene Apparat schon vor längerer Zeit aus dem praktischen Bedürfnis heraus entwickelt worden ist.

Ich benutze diese Viscosimeter seit dem Jahre 1909 regelmäßig, und da der Apparat sich zur Kennzeichnung von technischen Kolloiden in der Praxis vielfach bewährt hat, nahm ich Veranlassung, durch die Veröffentlichung in der Chemiker-Zeitung darauf hinzuweisen.

Es liegt also keineswegs eine Umbildung der Vorschläge von F. Fischer und S. Hilpert oder des Schnellviscosimeters von Klever vor, sondern dieses Viscosimeter ist schon seit 15 Jahren im praktischen Gebrauch.

Das Pipetten-Viscosimeter von J. R. Reilly war mir bisher nicht bekannt.

¹³⁾ Ch.-Ztg. 27, 585 [1903].