

Das Verhalten gegen kochendes Wasser und 2/n-Schwefelsäure ist gleich, dagegen ist der Angriff durch kochende 2/n-Natronlauge auf diese Gläser wesentlich größer als auf Jenaer Geräteglas „20“. Der Gewichtsverlust beim sechsstündigen Kochen eines 300 ccm Rundkolben mit 2/n-Natronlauge beträgt für:

Jenaer Geräteglas „20“ . . . 0,216 g
Resistaglas 0,415 g

oder auf 1 qm umgerechnet für

Jena „20“ 10,56 g
Resista 21,50 g

Abgesehen von dem größeren Gewichtsverlust des Resistaglases ist noch besonders der Antimongehalt störend, da schon nach kurzem Erhitzen in Resistaglas alle alkalischen Lösungen deutlich nachweisbare Mengen Antimon enthalten.

In zwei Gutachten der Staatsfachschule H a i d a vom 13. April 1923 wird die chemische Widerstandsfähigkeit des Resistaglases einmal mit dem Jenaer Thermometerglas 59 III und das andere Mal mit dem Jenaer optischen Glase Nr. 463 verglichen, und daraus der Schluß gezogen, daß Resista gegenüber Säuren und Alkalien bedeutend besser als die besten Jenaer Gläser sei. Ein derartiger Vergleich mit einem anderen Jenaer Glas, als dem allein für Laboratoriumsgläser verwendeten Glas „20“, hat natürlich gar keine praktische Bedeutung, sondern ist nur geeignet, den Uneingeweihten zu täuschen.

Zusammenfassend kann man also sagen, daß beim Resista usw. auf eine Eigenschaft, nämlich den Ausdehnungskoeffizienten, der ganze Wert gelegt worden ist, hauptsächlich auf Kosten der Widerstandsfähigkeit gegen Alkalien. Eine derartige einseitige Hervorkehrung einer Eigenschaft hat wohl Wert für ein Spezialglas für einen bestimmten Anwendungszweck, aber nicht für ein für die verschiedensten Zwecke gebrauchtes Universalglas, wie das in den Laboratorien verwendete chemische Geräteglas. Gläser mit ähnlich niedriger Ausdehnung sind im Jenaer Glaswerk schon längere Zeit vor dem Kriege hergestellt worden, z. B.:

3 α 10⁷

Tempax	108
Supremax	105
Durax (3817)	93

Man hat jedoch von ihrer Verwendung als Geräteglas abgesehen, weil sie gegen chemische Angriffe, besonders Alkalien, ebenfalls gleich ungünstige Zahlen ergeben wie Resista.

[A. 201.]

Über die Spaltung von festem Paraffin in niedriger siedende Bestandteile, durch Erhitzen zum Sieden, mittels aktiver Kohle.

Von H. HERBST, Jena.

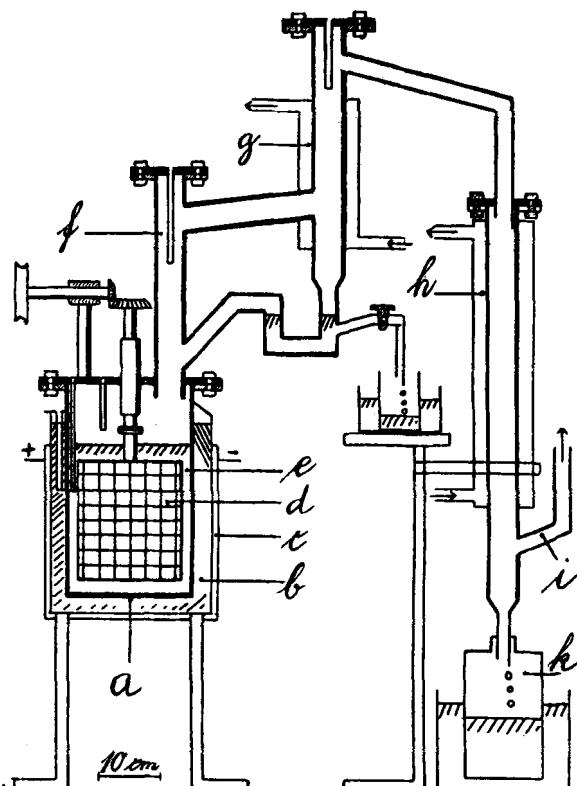
(Eingeg. 8. Nov. 1925.)

Es war nicht nur wissenschaftlich, sondern auch technisch interessant, genau festzustellen, ob sich die hochmolekularen gesättigten Grenzkohlenwasserstoffe, — die als sehr beständig gelten, — in niedriger siedende Bestandteile zersetzen bezüglich spalten lassen und unter welchen Bedingungen dies geschieht.

Zur Untersuchung mußte ein gut definiertes Material genommen werden, und zwar wandte ich ein bei Zimmertemperatur festes, weißes Hartparaffin vom Schmelzpunkt 50—52° an. — Die Spaltung wurde in der beifolgend schematisch dargestellten Apparatur vorgenommen:

(a) ist der eigentliche, mit einer Füll- und Ablaßvorrichtung versehene Spaltapparat, der in einem Metall-

bad (b) zum Zwecke der besseren Wärmeverteilung und zum Vermeiden von lokalen Überhitzungen hängt. Die Heizung (c) des Metallbades erfolgt elektrisch oder mit Gas. In dem während des Versuches drehbar angeordneten Korb (d) befindet sich als Katalysator zum Beispiel die aktive Kohle. (e) ist das geschmolzene Paraffin, (f) ist der zylindrische Dampfdom, (g) ist ein luft- oder wassergekühlter, mit einem Probierhahn versehener Rückflußkühler, (h) ist ein Kühler für das Destillat, (i) ist die Ableitung für die Abgase und (k) ist das gekühlte Sammelgefäß für das Destillat. Zur Temperaturmessung sind an verschiedenen Stellen Metallhülsen vorgesehen.



Für den Versuch wurden als Ausgangsmaterial 4000 g reines Hartparaffin vom Schmelzpunkt 50—52° angewandt, als Katalysator dienten 670 g aktive Kohle der Firma Fr. B a y e r & Co., Leverkusen, hergestellt nach dem D. R. P. Nr. 290 656. — Das Anheizen der Apparatur dauerte etwa 1 Stunde. Die Destillationszeit betrug etwa 42 Stunden ohne Unterbrechung. Die Destillationsgeschwindigkeit war etwa 1½ ccm Destillat pro 1 Minute. — Die Temperatur des Metallbades betrug während des Versuches 315—450°, die Temperatur in der Flüssigkeit 300—400°. — Der Druck war gewöhnlicher Atmosphärendruck. — Es wurden insgesamt folgende drei Fraktionen Destillat abgenommen:

Destillat I = 930 g, vom spez. Gew.: 0,746 bei 20°.
Destillat II = 945 g, vom spez. Gew.: 0,766 bei 20°.
Destillat III = 960 g, vom spez. Gew.: 0,786 bei 20°.
Gesamtdestillat: 2835 g vom spez. Gew.: 0,766 bei 20°. Der Versuch hatte folgendes Ergebnis:

Gesamtdestillat	2835 g = 70,8%	bezogen auf das Ausgangsmaterial von 4000 g Hartparaffin
Rückstand im Kessel und Katalysator	601 g = 15,1%	desgl.
Abgase und Verlust	564 g = 14,1%	desgl.
Sa. 4000 g	= 100%	

Wie wir aus der Tabelle ersehen, steigt das spezifische Gewicht des Destillates während des Versuches

langsam an. Daraus ergibt sich also, daß die niedriger siedenden Bestandteile des Paraffins kleinere und damit niedriger siedende und leichtere Spaltstücke liefern, während die höher siedenden Bestandteile des Paraffins größere und damit höher siedende und spezifisch schwere Spaltstücke liefern. Das frische Destillat war wasserklar. Zur Bestimmung der Siedekurve wurden 100 ccm vom Gesamtdestillat einer Engler-Destillation unterworfen, deren Ergebnis nachfolgend zusammengestellt ist:

Engler-Destillation:

Temperatur Grad	Volumen %	Temperatur Grad	Volumen %
Beginn		bis 230	58
45	0	240	61
bis 60	1	250	64
70	4	260	68
80	7	270	71
90	10	280	74
100	14	290	77
110	18	300	80
120	22	310	82
130	25	320	84
140	28	330	87
150	32	340	89
160	35	350	91
170	37	360	93
180	41	365	94
190	44	Nachlauf	96
200	48	4% Paraffin- Rückstand	100
210	51		
220	54		

Ferner wurden 1000 g des Gesamtdestillates einer Fraktionierung unterworfen, deren Ergebnis in der beifolgenden Tabelle dargestellt ist.

Zur Destillation größerer Mengen Benzin verwendet man zweckmäßig nicht Glaskolben, sondern Kupferrundkolben oder noch besser Aluminiumrundkolben, welch letztere sich gut bewährt haben.

Zusammensetzung des Gesamtdestillates:

Produkte	Prozentuale Zusammensetzung des Destillates %	Ausbeute bezogen auf das Ausgangsmaterial v. 4000 g Paraffin %
1. Leichtbenzin, von 45—150° siedend	31	22,0
2. Schwerbenzin, von 150—200° siedend	19	13,4
3. Petroleum, von 210—300° siedend	30	21,2
4. Rückstand (Gasöl), über 300° siedend	20	14,2
Sa.	100%	70,8%

Der im Kessel befindliche Rückstand wurde abgelassen. Der im Katalysator aufgesaugte Rückstand wurde mittels Benzin extrahiert, und das Benzin nach der Extraktion abgedampft. Der verbleibende Gesamt-rückstand von 601 g bestand zur Hälfte aus noch unzersetzt Paraffin, zur Hälfte aus einem schwach gelblichen Öl, einer Art Spindelöl vom spez. Gew. 0,890. Der Rückstand setzte sich also zusammen aus:

1. unzersetzt Paraffin = 7,6% bezogen auf Ausgangsmaterial
2. Spindelöl = 7,5% von 4000 g Hartparaffin.
Sa. = 14,1%

Aus der Bildung von Spindelöl ersehen wir, daß bei der Spaltung von Paraffin nicht nur einzelne Bruchstücke entstehen, sondern daß auch die Bruchstücke zum Teil sich wieder zusammenschließen und hinaufpolymerisieren zu höher molekularen Gebilden. Während das Paraffin der Hauptsache nach aus Grenzkohlenwasser-

stoffen mit 19—32 Kohlenstoffatomen und mehr besteht, haben sich die niederen Glieder der Grenzkohlenwasserstoffreihe C_nH_{2n+2} durch den Spaltprozeß neu gebildet, diese bilden die Hauptmenge des Destillates. Außerdem sind aber auch ungesättigte Verbindungen der Reihe C_nH_{2n} sowie gesättigte Naphthene entstanden. — Der Siedeanstieg des Destillates ist ein außerordentlich regelmäßiger, so daß die Stofskraft im Motor eine gute gleichmäßige ist.

Die bei der Spaltung entstehenden 14,1% Abgase gaben laut Analyse folgende Zusammensetzung:

	Volumen %
1. Kohlendioxyd	3,4
2. Kohlenwasserstoffe der Reihe C_nH_{2n}	15,6
3. Sauerstoff	1,0
4. Kohlenoxyd	6,0
5. Wasserstoff	25,4
6. Methan	48,0
7. Stickstoff	0,6
Sa.	100,0%

Die Abgase bestehen also zur Hälfte aus Methan, zu einem Viertel aus Wasserstoff, — und zu etwa ein Sechstel aus Kohlenwasserstoffen der Reihe C_nH_{2n} .

Ergebnisse des Versuches.

Wir ersehen, daß bei der Spaltung des Hartparaffins beim Erhitzen mit aktiver Kohle eine Ausbeute an Leichtbenzin, von 45 bis 150° siedend, von 22,0%, und an Schwerbenzin von 150 bis 210° siedend, von 13,4% gewonnen wird. Diese Ausbeute an Leicht- und Schwerbenzin ist ganz erheblich; insbesondere wenn man berücksichtigt, daß die meisten Roherdöle sonst nur 4—12% Leichtbenzin bei der Destillation ergeben. — Die Spaltwirkung der aktiven Kohle ist eine ganz vorzügliche und übertrifft die Leistung anderer basischer oder saurer Katalysatoren um das mehrfache. Die gute Leistung beruht darauf, daß der aktive Kohlenstoff eine hohe Adsorptionsleistung zeigt, die von keinem anderen Stoff erreicht wird, und daß der aktive Kohlenstoff ferner befähigt ist, mit dem Adsorptiv labile Adsorptionsverbindungen zu bilden.

Die aktive Kohle eignet sich besonders zu kontinuierlichen Dauerversuchen, da die Spaltleistung selbst bei langandauernder und wiederholter Benutzung nicht merklich abnimmt. — Bemerkenswert ist, daß bei dem Prozeß keinerlei Verkokung und keinerlei Asphaltierung eingetreten ist. Wesentlich für den vorliegenden Prozeß ist, daß keine Glühtemperatur angewandt werden. — Es wird also die Koksbildung vermieden, die sonst bei der Spaltung von Mineralölen durch den „Krackprozeß“ auftritt, und die den größten Übelstand bildet, denn der Koks haftet außerordentlich fest an der Wandung der Krackblase, so daß diese nur wenige Operationen aushält.

Die Ausbeute an Benzin läßt sich aber noch etwas steigern, wenn man die über 300° siedenden Anteile (Gasöl) des Destillates, die 14,2% ausmachen, dem Spaltprozeß wieder zuführt. Aus diesen erhält man dann folgende Ausbeute:

1. Leichtbenzin bis 150° siedend	= 3,12%
2. Schwerbenzin von 150—210° siedend	= 1,90%
3. Petroleum von 210—300° siedend	= 3,01%
4. Gasöl über 300° siedend	= 2,02%
5. Rückstand: paraffinhaltiges Spindelöl	= 2,14%
6. Abgase und Verluste	= 2,01%
Sa.	= 14,20%

Arbeitet man ferner im kontinuierlichen Betrieb, so werden die 7,6% unzersetztes Paraffin, die sich im Kesselrückstand befinden, noch zersetzt und ergeben etwa folgende Ausbeute:

1. Leichtbenzin bis 150° siedend	= 1,07%
2. Schwerbenzin von 150—210° siedend	= 1,02%
3. Petroleum von 210—300° siedend	= 1,61%
4. Gasöl über 300°	= 1,08%
5. Rückstand: paraffinhaltiges Spindelöl	= 1,15%
6. Abgase und Verluste	= 1,07%
	Sa. 7,60%

Arbeitet man also im kontinuierlichen Betrieb und führt man die über 300° siedenden Anteile des Destillates der Spaltung wieder zu, so kommt man bei der Spaltung von Paraffin mittels aktiver Kohle etwa zu folgender Gesamtausbeute, bezogen aufs Ausgangsmaterial:

1. Leichtbenzin bis 150° siedend	= 26,79%
2. Schwerbenzin von 150—210° siedend	= 16,32%
3. Petroleum von 210—300° siedend	= 25,82%
4. Gasöl über 300° siedend	= 3,10%
5. Rückstand: paraffinhaltiges Spindelöl	= 10,79%
6. Abgase und Verluste	= 17,18%
	Sa. = 100,00%

Wir erhalten also eine ganz gute Ausbeute an niedrig siedenden Anteilen und der besondere V or z u g des Spaltverfahrens ist, daß es bereits bei gewöhnlichem und bei niedrigem Atmosphärendruck arbeitet, so daß keine komplizierten und kostspieligen Hochdruckapparaturen erforderlich sind. — Das Verfahren läßt sich natürlich auch für andere organische Stoffe, insbesondere Mineralöle, hochsiedende Mineralölrückstände, Erdwachse, Teere usw. erfolgreich verwenden.

Die Spalttemperatur liegt etwa zwischen 300 und 450°, die Hauptspalttemperatur zwischen 350 und 400°, so daß man also Stoffe, die in diesem Intervall oder höher sieden, ohne weiteres zersetzen kann. Der Vorgang selber, der unter Wärmezufuhr verläuft, ist eine relativ langsame Zersetzung, die durch die aktive Kohle begünstigt wird.

Will man nun Stoffe, die unterhalb der Spalttemperatur, also unterhalb von 300° sieden, zersetzen, so gelingt dies im allgemeinen bei gewöhnlichem Atmosphärendruck nicht, sondern die Stoffe gehen meist wenig oder unzersetzt über. Es ist ja bekannt, daß beim Sieden von hochmolekularen organischen Verbindungen, die über 300° sieden, meist eine geringe Zersetzung eintritt. Niedrigmolekulare Stoffe, die unter 300° sieden, zerersetzen sich im allgemeinen beim Sieden nicht oder nur in geringem Maße. Man kann also daran denken, derartige unter 300° siedende Stoffe dem Spaltverfahren mittels „aktiver“ Kohle unter Druck zu unterwerfen, da durch die Erhöhung des Druckes die Siedetemperatur steigt. Und zwar muß der Druck soweit gesteigert werden, bis die Siedetemperatur die Spalttemperatur erreicht hat. Dazu sind etwa Drücke von 10—25 Atm. erforderlich.

[A. 217.]

Über einige Beobachtungen betreffend die Festigkeit und Bruchdehnung von Kunstseide.

Von P. KRAIS.

Mitteilung aus dem Deutschen Forschungsinstitut für Textilindustrie Dresden.

(Eingeg. 1. Sept. 1925.)

Die weitere Ausbildung der Arbeitsweise mit dem von mir angegebenen Apparat zur Bestimmung der Reißfestigkeit und Bruchdehnung von Einzelfasern, der von der Firma Hugo K eyl in Dresden gebaut wird, hat dazu

geführt, daß diese Bestimmungen jetzt mit großer Sicherheit, Genauigkeit und Gleichmäßigkeit ausgeführt werden können. Dies ganz besonders, wenn lange Fasern zur Prüfung kommen, wie Seide, Kunstseide und auch Wolle, weil dann an einer Faser eine größere Anzahl von Prüfungen bei 1 cm freier Einspannlänge möglich sind.

Es schien wünschenswert, die Verhältnisse bei der Kunstseide näher zu untersuchen. Als Versuchsmaterial diente eine besonders gute Viscoseseide von hoher Elastizität und Festigkeit. Zunächst wurde geprüft, wie sich diese Eigenschaften bei verschiedener Luftfeuchtigkeit verhalten. Hierbei wurden folgende Mittelzahlen gefunden:

	Reißfestigkeit in g	Bruchdehnung in %
Rel. Luftfeuchtigkeit 52% bei 22°	11,5	31,7
Rel. Luftfeuchtigkeit 86% bei 17°	8,7	41,7

Die Festigkeit hat also im feuchten Raum um 25% ab-, die Dehnung um 30% zugenommen. Es wurden hier im ganzen vier Fasern untersucht, jede an drei Stellen im trockenen und an drei Stellen im feuchten Raum. Die höchste Festigkeit im trockenen Raum lag bei 12,3, die niedrigste bei 10,0. Die Abweichungen erklären sich aus der etwas verschiedenen Dicke der im Mittel 7,2 Deniers starken Fasern; die mikroskopisch gemessenen Durchmesser schwankten zwischen 28,8 und 48 μ und betrugen im Mittel 35 μ . Diese Messungen können aber natürlich bei der eigenartigen Querschnittsform der Viscoseseide nur als ganz allgemeine Anhaltspunkte gelten.

Die weitere Untersuchung galt der Naßfestigkeit. Hier wurden immer fünf Abschnitte an einer Faser gemessen, und zwar drei trocken, zwei naß. Die Naßversuche wurden so ange stellt, daß die Faser während des Versuchs unter Wasser war, dem als Netzmittel etwas Nekal B. A. S. F. zugesetzt war. Die Temperatur des Wassers war 22°.

	Reißfestigkeit in g	Bruchdehnung in %
Trocken (Rel. Luftf. 55% bei 26°)	11,4	32,2
Naß (Rel. Luftf. 55% bei 26°)	6,7	41,7

Hier hat also der Festigkeitsverlust 41,3%, die Dehnungszunahme 20% betragen, und man sieht, daß die Unterschiede zwischen sehr feuchter Luft und Wasser nicht sehr groß sind. Zum Vergleich wurde auch noch das Garn selbst geprüft. Es ist 195 Deniers stark und besteht aus 27 Einzelfasern zu 7,2 Deniers. Bei 10 cm freier Einspannlänge und 2 g Aufgangsbelastung ergab sich als Mittel aus je 20 Versuchen:

	Reißfestigkeit in g	Bruchdehnung in %
Trocken (Rel. Luftf. 55% bei 26°)	284	23,6
Naß (Rel. Luftf. 55% bei 26°)	122	23,0

Hier ist also ein Festigkeitsverlust von 57% eingetreten, während die Dehnung sich kaum verändert hat und man sieht daraus, daß das Garn sich weniger günstig verhält, als die Einzelfaser.

[A. 191.]

Über das Auftreten von Stickoxyd, Kohlenoxyd und Blausäure im Zersetzungsräuch von Triolin.

Von ERNST WILKE-DÖRFURT, A. SIMON und E. GÜHRING. Mitteilung aus dem Laboratorium für anorganische Chemie und anorganisch-chemische Technologie der Technischen

Hochschule Stuttgart.

(Eingeg. 17. Okt. 1925.)

Im Rahmen einer größeren Untersuchung, deren Gegenstand ein Vergleich der beiden Werkstoffe Lino-