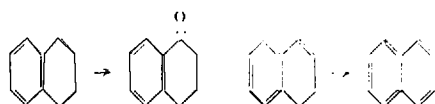
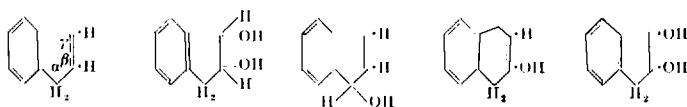


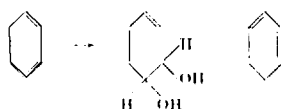
die wohl auf Enolisierung zurückzuführen ist. (Auch von anderen Ketoverbindungen, z. B. vom Diosphenol, ist bekannt, daß sie bei Darstellung in neutralem oder saurem Medium in der Ketoform entstehen und erst durch Einwirkung von Laugen enolisiert werden.) Das homologe Methyl-cyclohexen  $C_7H_{12}$  und das Äthyl-cyclohexen  $C_8H_{14}$  geben mehr Glykol und weniger Alkohol und Keton als das Cyclohexen. Aus Tetralin  $C_{10}H_{12}$  entsteht überwiegend  $\alpha$ -Tetralon  $C_{10}H_{10}O$ . Das Dihydronaphthalin  $C_{10}H_{10}$  wird zum Naphthalin  $C_{10}H_8$  dehydriert:



Beim Inden  $C_9H_8$  sind sämtliche drei Kohlenstoffatome des Fünfringes reaktionsfähig. Neben viel trans- und etwas cis-Indandiol  $C_9H_{10}O_2$  wurden  $\alpha$ -Indenol und  $\beta$ -Indenol ( $\beta$ -Hydrindon)  $C_9H_8O$  und eine laugelösliche Verbindung  $C_9H_8O_2$  (Schmp.  $186^\circ$ ) erhalten. Letztere kann ein hydroxyliertes Indanon oder  $\beta,\gamma$ -Dioxy-inden sein. Da bisher keine Ketonreaktionen feststellbar waren, wird zunächst letztere Formel vorgezogen:

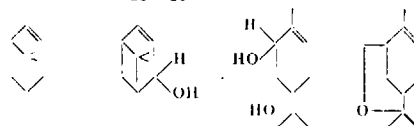


Cycloolefine mit konjugierten Doppelbindungen werden außerordentlich leicht zu ungesättigten Glykolen oxydiert, die gegen weiteren Angriff sehr beständig sind. Ihre Doppelbindungen sind also durch die Hydroxylgruppen abgeschwächt. Aus Cyclohexadien  $C_6H_8$  entsteht Cyclohexen-diol  $C_6H_{10}O_2$ . Aus  $\alpha$ -Phellandren  $C_{10}H_{16}$  wurde ein Glykolgemisch  $C_{10}H_{18}O$  erhalten, das neben  $\alpha$ -Glykolen noch isomere Verbindungen, vielleicht 1,4-Glykole enthält:

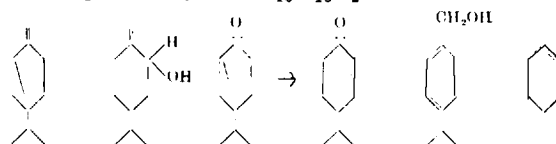


Terpene  $C_{10}H_{16}$  mit Doppelbindung und dazu benachbartem Drei- oder Vierring ergeben nur geringe Mengen  $\alpha,\beta$ -ungesättigter Alkohole. Unter Öffnung der Ringe gehen sie hauptsächlich in ungesättigte Glykole  $C_{10}H_{18}O_2$  über. Aus  $\alpha$ -Pinen entstand bei niedriger Oxydationstemperatur neben wenig Verbenol das kristallisierte,

optisch aktive Sobrerol, bei höherer sein Wasserabspaltungsprodukt Pinol  $C_{10}H_{16}O$ :



Bei Sabinen fand sowohl Übergang in Sabinol  $C_{10}H_{16}O$  statt als auch Eliminierung der Methengruppe zum Sabinaketon  $C_9H_{14}O$ , das sich unter Ringsprengung zum Isopropyl-cyclohexanon isomerisierte. Daneben wurden Glykole und Cuminalkohol  $C_{10}H_{14}O$  festgestellt. Das  $\Delta_4$ -Caren wurde ebenfalls teilweise in ein kristallisiertes ungesättigtes Glykol  $C_{10}H_{18}O_2$  verwandelt:



Auch bei komplizierteren Verbindungen können durch den katalysierten  $H_2O_2$ -Angriff einfache Oxydationsergebnisse erzielt werden, wie an einigen Sesquiterpenen  $C_{15}H_{24}$  gezeigt werden soll: Natürliches Caryophyllen aus Nelkenstielöl, wahrscheinlich ein Gemisch dreier Isomeren (21), wurde außerordentlich glatt in einer Ausbeute von 80% in ein  $\alpha$ -Oxyd  $C_{15}H_{24}O$  übergeführt. Daneben entstanden ein Caryophyllenol  $C_{15}H_{24}O$  und ein kristallisiertes Glycerin  $C_{15}H_{28}O_3$ . Die heute überwiegend angenommene Caryophyllenformel von Ruzicka (22) gibt keine ausreichende Erklärung für das Zustandekommen des Oxydes. Das azulenbildende  $\alpha$ -Gurjunen wurde zu einem Alkohol  $C_{15}H_{24}O$  und einem  $\alpha$ -Glykol  $C_{15}H_{26}O_2$  oxydiert. Das schwer angreifbare Cedren ergab einen Alkohol  $C_{15}H_{24}O$  und ein Keton  $C_{15}H_{22}O$ .

#### Schrifttum.

- (1) G. G. Henderson u. Mitarb., J. chem. Soc. London **95**, 289 [1910]; **99**, 1539 [1910]; **101**, 2288 [1912]; **123**, 1849 [1923]; **125**, 107 [1925]; **126**, 276 [1926]; **130**, 1908 [1930]. — (2) Dillhey, J. prakt. Chem. **151**, 25 [1934]. — (3) Z. B. Fenton, J. chem. Soc. London **65**, 809 [1894]; **75**, 1 [1899]; Ruff, Ber. dtsh. chem. Ges. **31**, 1573 [1898]; **32**, 55, 3672 [1899]; **33**, 1798 [1900]; **34**, 1362 [1901]; **35**, 2360 [1902]; Kuchlein u. Briesken, Recueil Trav. chim. Pays-Bas **47**, 1001 [1928]. — (4) Krause, Ber. dtsh. chem. Ges. **38**, 1040 [1905]. — (5) Liebig Ann. Chem. **475**, 1 [1929]. — (6) E. Weitz, Ber. dtsh. chem. Ges. **54**, 2327 [1921]. — (7) A. A. Kaufmann, D. R. P. 515034; Chem. Ztbl. **1930**, II, 1441. — (8) R. Criegee, Liebig Ann. Chem. **522**, 75 [1936]. — (9) W. Treibs, Ber. dtsh. chem. Ges. **72**, 1196 [1939]. — (10) Holleman, Recueil Trav. chim. Pays-Bas **23**, 160 [1904]. — (11) Dakin, J. biol. Chemistry **4**, 91 [1908]. — (12) R. Criegee, diese Ztschr. **50**, 153 [1937]. — (13) Malaprade, C. R. hebd. Séances Acad. Sci. **186**, 382 [1928]; Bull. Soc. chim. France [4] **43**, 683 [1924]; [5] **1**, 833 [1934]. — (14) Gmelin-Kraus: Handb. d. anorg. Chem., 7. Aufl. 1912, III, Abt. I, S. 1409. — (15) K. A. Hofmann: Lehrb. d. anorg. Chem. 1928, S. 572; J. Mayer u. A. Parrella, Z. analyt. Chem. **69**, 15 [1926]. (16) Ciamician u. Silber, Ber. dtsh. chem. Ges. **40**, 2420 [1907]; **43**, 1341 [1910]; **46**, 3077 [1913]. — (17) F. Asahina u. Mitarb., Ber. dtsh. chem. Ges. **61**, 533 [1928]; **64**, 1931 [1931]; **66**, 1673 [1933]; Rimini, Gazz. chim. ital. **39**, 186 [1909]; F. Reinart u. W. Janke, Ber. dtsh. chem. Ges. **60**, 2256 [1936]. — (18) Pastureau, Bull. Soc. chim. France [4] **5**, 227 [1909]. — (19) Prileschajew, Ber. dtsh. chem. Ges. **42**, 4811 [1909]; **43**, 959 [1910]. — (20) W. Treibs, ebenda **72**, 9 [1939]. — (21) Gildemeister u. Hoffmann: Die ätherischen Öle. III. Aufl. 1928, I, 380. — (22) Helv. chim. Acta **18**, 343 [1936].  
(Eingeg. 4. September 1939.) [A. 83.]

## Analytisch-technische Untersuchungen

### Eine einfache und rasch auszuführende Methode zur quantitativen Trennung von Kunstfasern aus Hydratcellulose und Fasern aus nativer Cellulose\*)

Von Ing. Dr. SCHWERTASSEK

Textilforschungs- und Konditionieranstalt der Industrie- und Handelskammer Reichenberg

Die derzeit vorhandenen Methoden zur quantitativen Trennung der nach dem Viscose- und Kupferspinnverfahren hergestellten Kunstfasern und Naturcellulosefasern (Baumwolle-, Flachsfasern) sind vermöge ihrer Unständigkeit für eine allgemeine Anwendbarkeit in weniger gut eingerichteten Laboratorien nicht geeignet. Außerdem ist das Arbeiten mit der wichtigsten dieser Methoden wegen des Verbrauchs an teuren Chemikalien (Rhodancalcium) nicht billig. Durch die Erzeugung von Mischgespinnsten aus Zellwolle und Baumwolle bzw. Flockenbast ist aber das Interesse an einer einfachen

und billigen Trennungsmethode ganz wesentlich gestiegen. Es wurde deshalb ein Verfahren ausgearbeitet, mit dem es gelingt, auf verhältnismäßig einfache Weise und vor allem in kürzester Zeit quantitative Fasertrennungen an den oben erwähnten Faserstoffgemischen vorzunehmen.

Bei der Ausarbeitung dieses Verfahrens wurde von der bekannten Tatsache ausgegangen, daß die nativen Cellulosefasern in kalter 10%iger Natronlauge zwar quellen; die gequollenen Fasergele besitzen aber gegenüber quetschenden Behandlungen eine gute mechanische Widerstandsfähigkeit, während die Kunstfasern aus Hydratcellulose schon bei einer leichten mechanischen Druckbehandlung in feine Bruch-

\*) Erscheint demnächst ausführlich in Mellands Textilberichten und Kunststoffe u. Zellwolle.

stücke zerteilt werden. Um diese Tatsachen für eine quantitative Trennungsmethode nutzbar zu machen, wurde auf Grund einer Reihe von Versuchen ein einfaches Gerät entwickelt. Es besteht aus einem feinen Körpersieb (400 Maschen pro  $\text{cm}^2$ ) aus Eisendraht, das auf eine geriffelte Glasplatte aufgelegt wird, sowie aus einer kleinen geriffelten Eisenwalze, die einen Kautschuküberzug erhält.

Die Trennung wird in der Weise durchgeführt, daß man 0,3 g des zu prüfenden Materials, das vorher zu entappretieren bzw. zu entschlichten ist und getrocknet oder im Klimaraum ausgelegt wurde, mit 10%iger kalter Natronlauge behandelt, der man zur Erhöhung der Netzfähigkeit ein besonderes Netzmittel (Leophen, Mercerol u. ä.) zugesetzt hat. Das nach wenigen Minuten gequollene Fasermaterial wird nun auf das Sieb, das auf der geriffelten Glasplatte aufliegt, gebracht und mit der Gummivalze mehrere Male unter gelindem Druck ausgewalzt. Die Kunstfasern werden dabei zu einem feinen Brei zerdrückt, der bei der Walzbewegung durch das Sieb gepreßt und von der Riffelung der Glasplatte aufgenommen wird. Zur vollkommenen Aufnahme des Faserbreies durch die Riffelung der Glasplatte kann man die Lage des Siebes auf der Glasplatte während des Auswalzprozesses verändern, damit die Fläche der Glasplatte besser ausgenutzt wird. Die natürlichen Cellulosefasern bleiben dabei auf der Oberseite des Siebes zurück. Die Glasplatte wird abgespült und getrocknet, der Vorgang des Auswalzens unter frischem Laugenzusatz zweimal wiederholt. Nach dieser Behandlung ist die vollständige Entfernung der Kunstfasern praktisch erreicht. Die letzten feinen Faserbruchstücke werden durch Spülen mit Leitungswasser bei mechanischer Durcharbeitung über dem Sieb entfernt, hierauf wird mit verd. Essigsäure abgesäuert, mit destilliertem Wasser nachgespült und vor dem Wägen getrocknet oder besser im Klimaraum ausgelegt. Von der quantitativen Durchführung des Trennungsprozesses hat man sich durch mikroskopische Betrachtung des Faserrückstandes zu überzeugen und den Auswalzprozeß notwendigfalls nochmals durchzuführen.

Während bei den übrigen chemischen Lösungsverfahren das Fasermaterial in kleine Stückchen zerschnitten werden muß, können die Garne bei dieser Methode ohne vorherige Zerkleinerung verwendet werden. Gewebe müssen in Kette und Schuß zerlegt werden.

Da durch die Laugebehandlung auch die nativen Cellulosefasern geringe Gewichtsverluste erleiden, so müssen, wie bei den übrigen chemischen Fasertrennungsvorfahren, auch in diesem Fall Korrekturzuschläge angebracht werden, wenn es sich darum handelt, genaue Bestimmungen vorzunehmen. Nach einer Anzahl von Versuchen wurde die Höhe dieser Korrekturzuschläge wie folgt ermittelt:

Baumwolle, roh .....	2,5 %
Mercerisierte sowie gebleichte Baumwolle	1,0 %
Flockenbast, roh, gut aufgeschlossen	4,0 %

Beim praktischen Arbeiten mit dieser Methode hat sich ergeben, daß nicht jedes Material mit gleicher Leichtigkeit zu trennen ist. Einfache Mischgarne in groben Nummern mit hohem Gehalt an nativen Cellulosefasern erforderten erfahrungsgemäß eine kräftigere Behandlung beim Auswalzen als verwirntes Material. Bei schwerer trennbarem Material ist besonders darauf zu achten, daß die Einwaage nicht größer als 0,3 g ist, da sonst die mechanische Durcharbeitung beim Auswalzen durch die größere Schichtendicke ungenügend ist.

Mit dieser Methode gelingt es in ganz kurzer Zeit, eine vollständige Fasertrennung durchzuführen; die Versuchsanordnung ist einfach genug, um sie auch für betriebsmäßige Prüfungen brauchbar erscheinen zu lassen.

Es wurde noch geprüft, wie sich die Methode gegen andere Faserwerkstoffe verhält. Acetylcellulosefasern gehen dabei nur schwer in Suspension über, sie müssen daher vor dem Versuch durch Lösen in Aceton entfernt werden. Wolle verliert stark an Gewicht, so daß die Methode für Trennungen Wolle-Cellulosekunstfaser nicht geeignet ist, möglicherweise ergibt sich aber bei Abänderung der Behandlung mit Quellungsmittehen die Möglichkeit für eine einfache Trennung von Wolle und Wolle, ebenso besteht auch die Möglichkeit einer Trennung von echter Seide und Cellulosekunstfaser nach der Laugen- auswalzmethode, da die Naturseide nur geringe Gewichtsverluste dabei erleidet. Über die weiteren Versuche, die in diesen Richtungen ausgeführt werden, soll gelegentlich berichtet werden.

(Eingeg. 16. November 1939)

[A. 99.]

## VERSAMMLUNGSBERICHTE

### Fakultät für Chemie der T. H. Karlsruhe.

Chemisches Colloquium am 3. Juli 1939.

Prof. Dr. H. W. Kohlestrücker, Darmstadt: *Chemische Reaktionen, die zu feinteiligen Stoffen führen.*

Die Bildung feinteiliger Niederschläge bei chemischen Reaktionen in Lösungen wird häufig als die Folge von drei Vorgängen angesehen. Man unterscheidet z. B. 1. die Bildung der später im Niederschlag erscheinenden Stoffe in der Lösung; 2. die Bildung der Keime; 3. das Wachstum der Keime. Volmer hat für stofflich besonders einfache Fälle die Gesetzmäßigkeiten der Keimbildung und des Keimwachstums formuliert. In vielen — besonders praktisch wichtigen — Fällen sind die Vorgänge der Stoffbildung in Lösung jedoch so kompliziert, daß sie noch nicht ohne weiteres in die rechnerische Behandlung der Keimbildung und des Keimwachstums mit einbezogen werden können. Hier besteht die Notwendigkeit für zahlreiche Untersuchungen von chemischen Reaktionen, wobei zunächst rein präparative Gesichtspunkte im Vordergrund stehen müssen.

Beispiele für diese Verhältnisse bietet die Chemie der Eisenhydroxyde. Die Bildung von Eisenhydroxyd kann unmittelbar durch Umsetzung gelöster neutraler Eisensalze oder aber auch auf dem Umweg über lösliche basische Eisensalze erfolgen. Werden die auf so verschiedenen Wegen gebildeten Eisenhydroxydniederschläge wieder aufgelöst und wird der Zustand dieser Auflösungen mit dem Zustand der Ausgangslösungen verglichen, so ergibt sich, daß Strukturelemente von molekularen und auch von kolloiden Dimensionen der Ausgangslösungen in den Hydroxydniederschlägen erhalten bleiben und demnach als Strukturelemente des Eisenhydroxyds angesehen werden müssen. Auf Grund ihres verschiedenen Aufbaues verhalten sich die verschiedenen hergestellten Eisenhydroxyde auch bei der Entwässerung verschieden. Sie unterscheiden sich vor allem durch das Verhältnis, in welchem die Wasserabgabe aus dem Hydroxyd und die Kristallisation des wasserfreien Oxyds zueinander stehen. Die Eigenschaften der nicht über 800° ausgeglühten und deshalb noch nicht völlig rekristallisierten Oxydpräparate werden durch den Aufbau der Hydroxyde bestimmt, aus denen sie entstehen. Die Hydroxyde wiederum stehen in naher struktureller Beziehung zu den gelösten Eisensalzen. Die Vorgänge in Lösung vor der Fällung der Hydroxyde bestimmen die Vorgänge bei der Entwässerung der Hydroxyde. Besonders interessant ist die Fällung

von Eisenhydroxyd aus  $\text{SO}_4$ -haltigen Lösungen. Aus allen Versuchen folgt, daß die Vorgänge in Lösung, d. h. die Bildung, die Konstitution und die Reaktionsweise basischer Salze, genauer als bisher bekannt sein müssen.

### Physikalische Gesellschaft zu Berlin und Deutsche Gesellschaft für technische Physik Sitzung am 21. Juni 1939.

G. Hertz: *Der Schallstrahlungsdruck in Flüssigkeiten*<sup>1)</sup>.

Vortr. beginnt mit der Vorführung des bekannten „Ölspringbrunnens“, der bei Erregung eines in ein Ölbad gebrachten Quarzes mit Ultraschall entsteht. Die hin und wieder gegebene Erklärung dieser Erscheinung: die Schallwelle werde an der Oberfläche reflektiert, kann nicht richtig sein. Wie ein weiterer Vorführungsversuch zeigt, tritt dieser Springbrunnen nämlich auch auf zwischen zwei Medien gleichen Schallwiderstandes (gleicher Dichte), wobei keine Reflexion der Schallwellen stattfindet ( $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CCl}_4$ ). Tatsächlich bedingen verschiedene Schallgeschwindigkeiten in verschiedenen Medien verschiedene Energiedichten des Schalles, d. h. die Richtung des Springbrunnens muß von der Lage des Quarzes im einen oder anderen Medium unabhängig sein und immer vom Medium mit der größeren Energiedichte ausgehen. Dies wird ebenfalls in einem Versuch mit Wasser und Anilin gezeigt, wo bei im Anilin angebrachtem Quarz (unterer Teil des Gefäßes) ein Springbrunnen vom darüber liegenden Wasser nach unten, also zum schallerzeugenden Quarz hin, entsteht. Vortr. gibt dann auf einfachem Wege eine Theorie dieser Erscheinungen für Flüssigkeiten und wendet sie auf zwei Fragestellungen an. Auf den Stempel eines allseitig geschlossenen Rohres übt die Schallwelle überhaupt keinen Druck aus, dagegen wird der mittlere Druck der Flüssigkeit in diesem Rohr auf die Seitenwand erniedrigt. Bringt man seitlich ein Loch im Rohr an, so wird infolge dieses verminderten Drucks Flüssigkeit von außen nachströmen, bis der Strahlungsdruck, den wir beobachten, infolge Erhöhung der Dichte sich einstellt. Die genauere numerische Durchrechnung zeigt, daß diese seitliche Druckerniedrigung nur in den Schwingungsknoten stattfindet, in den Schwingungsbäuchen dagegen der Druck unverändert bleibt. Die Erklärung des im Anfang gezeigten „Springbrunnens“-Phänomens ist also die folgende: In den Schwingungsknoten wird von der Seite her infolge verminderten Innendrucks Flüssigkeit angesaugt; hierdurch entsteht in der Säule über dem Quarz eine erhöhte Dichte, die die Flüssigkeit schließlich

<sup>1)</sup> Vgl. diese Ztschr. 49, 851 [1936].