

pigmenten bringt immer Festigkeitsverlust. Öl einspinnungen führen jedoch oft zu einer Blasenbildung an der Faseroberfläche.

Dr. Franz: Festigkeitsrückgang ist nicht feststellbar bei Einspinnung geringer Konzentrationen. Es wurde immer festgestellt, daß bei Überschreitung geringer Konzentrationen eine Verringerung der textiltechnologischen Eigenschaften eintritt.

Dr. habil. F. Horst Müller, Leipzig, und Dr. Wallner, Berlin-Zehlendorf (vorgegr. von Dr. Wallner): Vergleichende Untersuchungen an Faserstrukturen mit Hilfe mikroskopischer Abquetschpräparate.

Es wurden mikroskopische Bilder von Fasern gezeigt, die dadurch gewonnen wurden, daß Fasern nach Anquellung in einem geeigneten Quellungsmittel mit Hilfe einer besonderen Presse zwischen Glasplättchen abgequetscht wurden. Derartige Präparate zeigen in Abhängigkeit von der Faserart charakteristische Strukturen. Bei den Naturfasern auf Cellulosebasis findet sich sehr klar der spirale Bau. Die entsprechenden Kunstfasern geben in Abhängigkeit von der Verstreckung strangförmige Aufspaltung mit mehr oder weniger guter Orientierung. Auch der Polymerisationsgrad, die Fällungsbedingungen sowie eine etwaige Härtung der Faser sind im Bild erkennbar. Caseinfasern, in gleicher Weise behandelt, zeigen ebenfalls typische Unterschiede, während vollsynthetische Fasern sich mehr wie eine plastische Masse breitquetschen. Die Versuche wurden in der Zwischenzeit durch polarisationsoptische Bilder ergänzt.

Dr. Eisenhut, Berlin: Übermikroskopische Untersuchungen an Fasern, Schädigung von Fasern).

Im ersten Teil zeigte Vortr. mikroskopische und übermikroskopische Aufnahmen von den verschiedensten Natur- und Kunstfasern. Die Präparation erfolgte nach einer ähnlichen Abquetschmethode wie die der im Vortrag Wallner gezeigten Mikroaufnahmen, nur daß statt Natronlauge Cuoxan-Lösung als Quellungsmittel verwendet wurde. Die Fasern werden hierdurch stark angelöst und lassen sich sehr gut auseinanderquetschen, so daß leicht ausreichend geringe Präparatdicken für übermikroskopische Untersuchungen erreicht werden können. Auch bei diesen Aufnahmen ist deutlich die komplexe Struktur der Naturfasern im Verhältnis zu der wenig oder gar nicht ausgebildeten Struktur von Kunstfasern zu erkennen. Die übermikroskopischen Aufnahmen führen zum gleichen Schluß. Bei den Kunstfasern werden Abhängigkeit der Zerteilungsart von Polymerisationsgrad, Koagulationsbedingungen und Verstreckung kuiz gestreift. Bei Naturfasern wird aus den Aufnahmen auf das Vorhandensein einer Kitsubstanz geschlossen, die die Fibrillen zusammenhält. Schließlich wird noch die Quellung von Fasern in Glyeerin übermikroskopisch in Ergänzung bekannter Röntgenuntersuchungen beobachtet.

Weiterhin wurde die Schädigung von Fasern durch Bleiche oder Wäsche behandelt. Die Schädigung wird durch Messung des Polymerisationsgrades bestimmt, jedoch als Schädigungsfaktor eine bestimmte Funktion des Polymerisationsgradabbaues gewählt. Erst hierdurch wird es möglich, die Schädigung von Fasern mit verschiedenem Anfangspolymerisationsgrad zu vergleichen. Es folgen einige Zahlenangaben für gewisse bei verschiedenen Bleich- und Waschmitteln gemessene Schädigungswerte. Schließlich wurde der Einfluß des Quellungs- bzw. Entquellungszustandes auf die Schädigung diskutiert und darauf hingewiesen, daß reproduzierbare Ergebnisse nur erhalten werden können, wenn die Fasern einer bestimmten gleichmäßigen Vorbehandlung unterworfen worden sind.

RUNDSCHEIN

Die Einwirkung elementaren Fluors auf Benzol in der Dampfphase haben N. Fukuhara u. L. A. Bigelow untersucht, wobei ein Gemisch aus F_2 , C_6H_6 und N_2 , meist im Vol.-Verhältnis 4 : 1 : 2, über Kupfergaze (bei ~90°) geleitet wurde. Nachstehende Verbindungen konnten durch fraktionierte Destillation isoliert werden: CF_4 , C_2F_6 , C_3F_8 , C_4F_{10} , C_5F_{10} , C_6F_{12} (beste Ausbeute), C_6HF_{11} und $C_{12}F_{22}$ (F : 19°–21°, Kp. 90°: 90%). Die vier letzten genannten sind vermutlich Decafluorocyclopentan, Dodeca- und Undecafluorocyclohexan, sowie Di-undecafluoro-cyclohexyl. Aromatische Fluorverbindungen entstanden nicht. — (J. Amer. chem. Soc. 63, 2792 [1941].) (11)

Die Darstellung sekundärer und tertiärer Lithiumalkylverbindungen gelingt nach H. Gilman, F. W. Moore u. O. Baine durch Umsetzung der Alkyhalogenide, besonders der Chloride mit Li in niedrigsiedendem, von ungesättigten Verbindungen freiem Petroläther (Kp. 28–38°). Die Ausbeute an Isopropyllithium, die in ätherischer Lösung etwa 20% beträgt, wird dadurch auf 75% gesteigert. Die Bereitung von tert. Butyl-Li und anderen sek. und tert. Li-Verbindungen ist in Äther überhaupt nicht möglich, da er von diesen rasch gespalten wird. — (J. Amer. chem. Soc. 63, 2479 [1941].) (12)

Zur Identifizierung carbonylhältiger Verbindungen empfehlen C. F. H. Allen u. J. W. Gates jr. (N-Methyl-β-carbohydrazidopyridinium)-p-toluol-sulfonat, das aus Nicotinsäureäthylester, p-Toluol-sulfosäuremethylester und Hydrazinhydrat leicht darstellbar ist. Die Derivate, erhältlich durch Kochen der Komponenten in

Dr. A. Marschall, Spinnstofffabrik Zehlendorf: Filtrationsuntersuchungen an Viscosen.

Durch Filterwertbestimmung, d. h. Ermittlung der Verstopfungskonstante, wurde der Einfluß folgender Faktoren auf die Filtration von Viscose untersucht: Art des Zellstoffes, Temperatur und Konzentration der Tauchlauge, Zerkleinerung der Alkalicellulose, Einfluß der Hemicellulosen in der Tauchlauge und in der Lösrlauge, Art der Auflösung des Xanthogenats, Schwefelkohlenstoffmenge bei der Sulfidierung, Zusammensetzung der Viscose. Als Filtrierapparat wurde ein etwas handlicherer Apparat als der von der Fachgruppe vorgeschlagene verwendet; ferner wurde durch einen Standard-Barchent filtriert, da die Standardisierung eines solchen Filters erheblich einfacher ist als bei der Verwendung eines 3fachen Filterbelages Nessel-Watte-Batist. Bei letzterer Filterkombination sind jedoch die Unterschiede zwischen dem besten und schlechtesten Filterwert wesentlich stärker als beim einfachen Filter-Barchent. Zur Beurteilung genügte im Gegensatz zur Fachgruppenmethode eine Filtrierzeit von 30 min. Bei der Untersuchung des Einflusses des Zellstoffes auf die Filtrierbarkeit der Viscose ist ferner die Herstellung einer Standardviscose mit hemicellulosehaltiger Lauge der Herstellung nach der Fachgruppenmethode vorzuziehen, weil das Arbeiten mit absolut reiner Lauge eine „Nivellierung“ der Filterwerte ergibt; der Filterbelag Nessel-Watte-Batist hat hier sozusagen eine „innere Reserve“ für bestimmte Viscosen, so daß dabei Unterschiede verwischt werden, die in einem Betrieb auftreten können, dessen Filtration anders geführt wird. Gegen den Hemicellulosegehalt der Tauchlauge ist ein Zellstoff im allgemeinen um so empfindlicher, je schlechter seine Filtration schon bei reiner Tauchlauge ist. Bei Verarbeitung von Zellstoffgemischen (Borregaard-Cellulose und Waldhof-Zellstoff) liefern die Filterwerte den Mischungsverhältnissen parallel. Für einen Zusammenhang zwischen Filtration und Zellstoffanalyse dürften bisher nur wenige Anhaltspunkte gefunden sein. Die Filtration ist eben nicht abhängig von irgendwelchen chemischen Daten, sondern eine Frage des physikalisch-chemischen Zustandes der Cellulose. Ein eindeutiger Zusammenhang konnte bisher nur bezüglich des Aschegehalts ermittelt werden. Daß schon sehr geringe Mengen durch das Filter zurückgehaltener Mineralstoffe eine erhebliche Filtrationsverschlechterung herbeiführen können, wurde durch Versuche an Viscose mit Zusatz kleiner Mengen Kieselgur bestätigt. Der Hauptsache nach sind es aber wohl die nicht vollkommen gelösten Cellulosepartikel, die die Filtration stören. Man kann aber annehmen, daß diese Beeinflussungen durch minimalste Verunreinigungen kommen müssen, da ja für die Filtrationsverschlechterung nicht die Cellulose als solche zu betrachten ist, sondern in ihrem gequollenen Zustande.

Aussprache: Dr. Brennecke: Die Bestimmung des Filterwertes ist weitgehend von der Viscosität abhängig. Eine besondere Bedeutung erhält die Frage dadurch, daß der Betrieb eine eindeutige Angabe über die Filtrierbarkeit der Viscosen erhält, vor allen Dingen dann, wenn es sich um die Feststellung der Wirkung irgendwelcher Zusätze zur Viscose handelt. — Dr. Marschall: Bei der Berechnung des Filterwertes wird in gewisser Hinsicht die Viscosität berücksichtigt. Wenn wir die Tabellen durchsehen, finden wir selbst bei einer Viscosität von z. B. 80' und 40' bei Verwendung von gleichen Zellstoffen einen ungefähr gleichen Filterwert.

Berichtigung.

In dem Vortragsreferat von Fricke, Stuttgart, diese Ztschr. 54, 395 [1941], ist der Vorname falsch angegeben. Statt O. lies R.

absol.-alkohol. Lösung, haben wesentlich höhere Schmelzpunkte als die Dinitrophenylhydrazone. Auch für halogenhaltige Ketone eignet sich das Reagens, weniger für α,β -ungesättigte. Kurze Säurehydrolyse liefert die Carbonylverbindung zurück. Sie kann, ohne isoliert zu werden, in das Dinitrophenylhydrazon übergeführt werden, das zur weiteren Charakterisierung dient. — (J. org. Chemistry 6, 596 [1941].) (37S)

Eine neue Methode zur Veresterung gewisser sterisch gehinderter Säuren hat M. S. Newman angewandt. Man löst die Säure in etwa 100%iger H_2SO_4 und gießt die Lösung in den betreffenden Alkohol. Nach wenigen Minuten ist die Veresterung beendet. In ausgezeichneter Ausbeute wurden die Methyl-, Äthyl- und Isopropylester der 2,4,6-Trimethyl-benzoësäure sowie die Methylester der 2,4,6-Triäthyl- und 2,4,6-Triisopropyl-benzoësäure erhalten. Benzoësäure wird auf diese Weise nur in geringem Grad verestert. — (J. Amer. chem. Soc. 63, 2431 [1941].) (13)

Auf der Bildung stabiler Ca- und Cu-Komplexsalze von Trilon A und B (Na-Salze der Nitritotriessigsäure bzw. Äthylenbis-iminodisägsäure) beruht die Wasserenthärtung und Gewebeentkupferung durch Trilon A und B; das wurde schon vermutet und wird jetzt von Pfeiffer u. Offermann bewiesen. Erstmalig hergestellt und untersucht wurden: Die Cu-Komplexsalze von ininoessigsäurem Na, von Trilon A (I), von Trilon B (II), in dem das Cu noch fester gebunden ist als in I (insbes. polarographische Messungen), weil es wegen der Äthylenbrücke in drei Nebenvalenzringen verankert ist, und die I und II entsprechenden, Na-freien