

# Über einige Beziehungen zwischen morphologischem Aufbau und Güte von Faserstoffen

Von Dr. E. FRANZ, Forschungsinstitut des Zellwolle- und Kunstseide-Ringes, Berlin (Schluß von S. 120.)

## 6. Aufbau der umgefällten Faser.

Wenn wir nun die vom Menschen geschaffene und umgefällte Faser betrachten, so stellt diese ein sehr unvollkommenes Geschöpf dar, da deren Teile weitgehend einander gleichen.

Weder durch mechanische Beanspruchung in der Schwingmühle noch durch langsames Anlösen ist es bisher gelungen, aus umgefällten Cellulose-Fasern ähnlich abgegrenzte Bausteine zu erhalten, wie dies bei Baumwolle gezeigt werden konnte.

Beim Abbau von Zellwolle<sup>24a</sup> entstehen infolge des ungleichen Angriffs auf die Faser (s. Abb. 21) verschieden lange Bruchstücke. Nach bisheriger Auffassung bleiben die Micellen in der zum Spinnen benutzten Konzentration erhalten<sup>25</sup>). Tatsächlich wird der Lösungsdruck des Lösungsmittels den koordinativen Kräften, die zwischen den Makromolekülen bestehen, entgegenwirken.

Und man darf wohl zunächst ein Gleichgewicht zwischen kurzen, jedoch gleich stark gebliebenen Micellbruchstücken, zwischen schmälere Micellen sowie einzelnen Makromolekülen annehmen. Mit verminderter Konzentration an Cellulose soll an Stelle der Micellen ein Filz von Makromolekülen treten, die sich jedoch in ihrer Lage noch durch koordinative Kräfte beeinflussen werden. Die Tatsache, daß Viscosen verschiedener Konzentration verschieden gute Fasern geben, wird wahrscheinlich darauf zurückzuführen sein, daß der Prozeß von Lösung zur koagulierten Faser verschieden schnell verlaufen muß. Sehr verdünnte Lösungen müssen wesentlich mehr Lösungsmittel entzogen bekommen bis zur Verfestigung als konzentrierte Lösungen. Infolgedessen ist sowohl die Vororientierung in der Düse anders, ungünstiger, als auch die Relaxationsmöglichkeit des koagulierenden Gefüges verschieden. Wie maßgeblich diese für den Spinnprozeß sind, zeigt eine Versuchsreihe, in der bei gleichgehaltenem Polymerisationsgrad und Spinnbedingungen lediglich die Konzentration der Spinnlösung variiert wurde<sup>26</sup>). Es zeigt sich, daß mit wachsender Verdünnung scheinbar durch Lageveränderung der Makromoleküle, jedoch bei gleichbleibender Dichte der entstehenden Fasern die Festigkeit stark absinkt. Bemerkenswert ist, daß die Dehnung nicht entsprechend zunimmt.

Tabelle 8. (Dr. Harms.)

% Cellulose in der Viscose	Festigkeit Reißlänge km	Dehnung %
13,8	13,9	17
10,3	11,0	22
7,0	9,1	39
4,0	1,5	22

Polymerisationsgrad 200; Verstreckung, Titer, Fällbad konstant.

Beachtlich erscheint, daß im ursprünglichen nativen Micell die Fadenmoleküle abwechselnd ihre Richtung ändern. Diese Ordnung wird durch die beim Löseprozeß eintretende Aufteilung in Abhängigkeit von der Konzentration unterbrochen und durch einen wahrscheinlich andersartigen Wiedezusammentritt ersetzt.

Um die Ordnung der Moleküle zueinander extrem zu beeinflussen, wurde eine 1%ige und 0,05%ige Viscose hergestellt, bei der die Aufteilung aller Micellen in frei bewegliche Fadenmoleküle anzunehmen ist. Diese wurde anschließend gefällt, filtriert und in eine 11%ige und 8,5%ige Viscose umgewandelt. Die Filtration der Alkalicellulose bereitete erhebliche Schwierigkeiten, da durch

<sup>24a</sup>) Mit HCl zur Bildung von Dermatosomen.

<sup>25</sup>) Betr. der Erhaltung der Micellen in der zum Spinnen benutzten Konzentration liegen die Verhältnisse sicher ähnlich kompliziert wie bei der Auflösung von Kristallen. Schiebold erinnert an die interessanten Arbeiten von Traube und Behren, welche im Ultramikroskop feststellen, daß z. B. bei der Auflösung von Schwefelkristallen ultramikroskopisch sichtbare Teilchen (Submikronen) in der Nachbarschaft des gelösten Kristalls erhalten bleiben, welche erst nach etwa 24 h verschwinden sind. Man kann dies so deuten, daß die ursprünglichen Kristalle ein Mosaik darstellen, dessen einzelnen Bestandteile bei der Lösung zunächst auseinanderfallen, aber selbst sich viel langsamer auflösen, da sie gittermäßig besser geordnet sind.

<sup>26</sup>) Kraky u. Graßmann (3. ZKR-Forschungsheft) erklären die schlechteren Eigenschaften von aus verdünnten Lösungen gesponnenen Fasern mit der Zusammenlagerung der Makromoleküle zu kleinen Bündeln, ähnlich wie dies beim Verfilzen von Lederfasern in konzentrierten Aufschwemmungen von Graßmann beobachtet wurde. Beim Rühren bleiben die Fasern am Stab hängen und wachsen in konzentrierten Suspensionen gewissermaßen zusammen. Begünstigend wirkt eine höhere Stapellänge der Lederfaser.

Uns scheint jedoch, daß man im Gegensatz zu den bisherigen Annahmen von einer rein statistischen Ordnung der in verdünnten Viscose-Lösungen befindlichen Makromoleküle nicht reden darf. Die reaktionsfähigen Gruppen der verschiedenen Cellulose-Moleküle stoßen sich ab oder ziehen sich an, so daß die statistische Ordnung die unwahrscheinlichste sein dürfte. (Vgl. die Anschauungen von R. L. Wolf über die Bildung von Übermolekülen).

die Zerstörung der Faserstruktur bei der ersten Xanthogenierung der Quellgrad und somit die Aufnahmefähigkeit für Natronlauge mindestens verdoppelt wurde.

Die auf diese Weise hergestellte Zellwolle, bei der die ursprüngliche micellare Ordnung durch die erste Xanthogenierung vollkommen aufgehoben war, hatte folgende textile Daten:

Tabelle 9.

Titer .....	den.	1,61
Reißfestigkeit, trocken .....	km	15,6
Reißfestigkeit, naß .....	km	6,9
Rel. Naßfestigkeit .....	%	44
Dehnung, trocken .....	%	21
Dehnung, naß .....	%	45

Auf 0,05% verd., Polymerisationsgrad 272.

Diese liegen in Anbetracht des niederen Polymerisationsgrades sehr günstig, so daß man den Schluß ziehen kann, daß die Ordnung der Makromoleküle zueinander etwa derjenigen normaler Viscose-Fasern entspricht, die angeblich aus micellaren Bausteinen entstanden sind. Da jedoch kaum zu erwarten ist, daß beim Fällen von makromolekularen Lösungen sich wieder Micellen gleicher Ordnung, wie in der nativen Faser vorhanden gewesen, neu bilden, so ist in Betracht zu ziehen, daß die Auflösung des micellaren Verbandes bei der Lösung des Xanthogenats doch ziemlich weit geht<sup>27</sup>). Zu berücksichtigen ist, daß nach Arbeiten von F. H. Müller, W. Kuhn und E. Wöhlisch parallel liegende Ketten sich abstoßen. Das Lösungsmittel, also z. B. NaOH beim Viscose-Prozeß, wirkt als Weichmacher oder als Gleitmittel, so daß beim Hinzukommen von Zugkräften wie beim Spinnprozeß ein Aneinandervorbeigleiten der Makromoleküle innerhalb der Micellen möglich erscheint.

Einige weitere Schlüsse lassen sich aus der mikroskopischen Betrachtung der umgefällten Faser ziehen.

Zunächst lassen sich durch vorsichtiges Anfärben von Querschnitten Außenhäute in Abhängigkeit vom Spinnverfahren nachweisen. Beim Abquetschen plastisch gemachter Zellwollen zeigen sich Netzstrukturen, deren charakteristische Ausbildung mit dem Grad der Orientierung zunimmt.

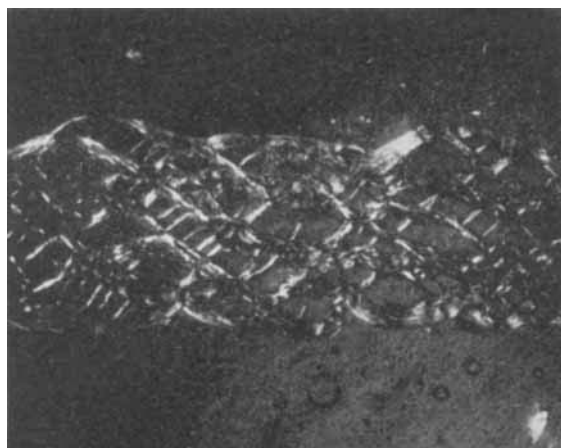


Abb. 18. Abgequetschte Hydratcellulose-Faser zeigt typische Netzstruktur. Zwischen gekreuzten Nicols. (V=170.)

Die geneigt zur Faserachse auftretenden Stränge deuten darauf hin, wenn man von der Bildung von Schubfiguren absieht, daß keineswegs alle Moleküle oder Molekülbündel parallel zur Faserachse laufen, sondern daß ähnlich wie bei einem Streckband ein Teil der Bausteine nicht voll ausgerichtet ist. Je weniger die Faser im plastischen Zustand verstreckt wurde, um so geringer ist die Anzahl der zur Faserachse parallel liegenden Moleküle.

Die orientierten Bausteine, u. zw. in erster Linie deren Lockerstellen, sind für die Festigkeit der Faser verantwortlich, die geneigt liegenden bedingen die Dehnung. Daher wird eine mit schwacher Verstreckung hergestellte Faser eine hohe Dehnung und Schlingenfestigkeit besitzen.

Doch untersuchen wir nun das Verhalten der umgefällten Faser beim Abbau mit Säure in ähnlicher Weise, wie es oben für Baumwolle geschah.

<sup>27</sup>) Neuerdings weisen Meyer u. v. Wijk (Kolloid-Z. 101, 55 [1942]) darauf hin, daß bei Lösungen von Kettenmolekülen die Anzahl der Berührungsstellen und somit der Störungsgrad gegenüber Lösungen von niedermolekularen oder kugelförmigen hochpolymeren Stoffen ein besonders großer ist. Für eine 10%ige Viscose-Lösung vom Polymerisationsgrad 100 werden 10 Berührungsstellen mit anderen Cellulose-Molekülen berechnet.

## 7. Dermatosomen von Zellwolle.

Bruchstücke von Micellen in ähnlich klar abgesprengter Form, wie diese von *Gundermann* bei Zellstoff festgestellt wurden, konnten bisher infolge des ganz anders gearteten viel mehr ineinander übergehenden strukturellen Aufbaues bei Hydratecellulose weder von uns noch von anderer Seite festgestellt werden.

Die Zellwollfaser zerfällt ebenfalls beim Kochen mit verd. Salzsäure in ziemlich gleichmäßige lange Stücke {zunächst quer zur Faserachse, die auf das Vorhandensein von Lockerstellen in regelmäßiger Folge schließen lassen.

Wenn man sich die gezeigten Bilder eingehend betrachtet, so könnte man sich als Ursache für die entstehenden Querbrüche sowie für die Längsspalten folgendes denken:

1. Kerbwirkung, die infolge Spannungsspitzen bekanntermaßen in der Regel senkrecht zur Oberfläche quer durch die Kristallite spaltet.

2. Brüche längs der Endflächen von Micellen. Die Bruchflächen sind absolut nicht eben und könnten mikroskopische bzw. submikroskopische Rauigkeiten haben.

Wenn man sie mit der Lupe genauer betrachtet, so findet man bei verschiedenen Faserbruchstücken derartige Figuren. (Siehe Abb. 20.)

Es sieht aus, als ob einzelne Fibrillen oder Faserbestandteile an der Bruchstelle pfeil- oder pallasadenartig zugespitzt wären. Ähnliche Erscheinungen wurden von *Schiebold* z. B. bei der Korrosion von Metalkristalldrähten beobachtet, welche an den Stoßstellen infolge von Potentialunterschieden (u. U. Verunreinigungen) in gleicher Weise zugespitzt waren. Teilweise sehen die abgebauten Zellwollefasern genau so aus, wie bei stark gewalzten oder gezogenen Stangen oder Drähten, welche mit Längs- bzw. Querspannungen behaftet sind und bei der Korrosion in ganz ähnlicher Weise aufreißen. Dabei könnte auch im Sinne der gemachten Darlegungen gelten, daß die Herausschälung der Längsfibrillen dadurch mit zustande kommt, daß die zwischen den dickeren Micellen in der Faser liegenden dünneren Micellen bzw. Einzelketten wegen ihrer größeren Oberfläche und Reaktionsfähigkeit bevorzugt in Lösung gehen. Bei Metallen bezeichnet man derartige Vorgänge als Holzfaserbruch. Es kommt hier u. U. zur Ausbildung feinsten Fäserchen und Abschlüpfungen.

3. Ferner kann der Bruch durch die Lockerstellen bedingt sein, worauf bereits eingegangen wurde.

4. Schließlich könnte man annehmen, daß die Außenhaut der Fasern mit inhomogenen u. U. periodisch verteilten Zugspannungen behaftet ist, die zu örtlichem Aufreißen führen.

Bei leichtem weiteren Abbau erfolgt bei wenig verstreckten und insbes. bei hochpolymeren - Zellwollen<sup>28)</sup> ein Zer-

fall in ganz ungleichmäßige Bruchstücke, ohne daß von Längsspalten gesprochen werden kann. Diese Eigenschaft ist für die Gebrauchsfestigkeit von besonderer Bedeutung und stimmt mit den von ganz anderer Richtung kommenden Untersuchungen *Weltziens* und *Böhringers* über die Scheuerfestigkeit in der Wäsche überein. Es ist also hier eine erhöhte Querfestigkeit durch zur Faserachse geneigt liegende Makromoleküle oder durch die von *Schramek* für das Streckspinnverfahren gezeigten charakteristischen Häute anzunehmen.

Vollkommen abweichend jedoch verhalten sich die aus 1%iger Viscose und anschließender Fällung hergestellte Faser sowie alle hochverstreckten Zellwollen, also insbes. die naßesten Typen (Abb. 21).

Bei diesen tritt erstmalig beim chemischen Abbau anschließend an die Querteilung eine ganz klare Längsspaltung auf.

Die querspaltene Faser läßt sich wie Brennholz aufspalten, so daß man den Eindruck der Zerlegung von Kristallen hat, ohne daß eine größere ordnungsmäßige Begrenzung im Übermikroskop sichtbar ist. Vielleicht kann hier das Übermikroskop geeignete Objekte finden, was wir feststellen werden für diese Fasern dürfte die von *Staudinger* vorgeschlagene Ordnung für ungefaltete Fasern kaum in Frage kommen, da die vernetzten Micellen keineswegs eine Spaltung zulassen würden (Abb. 23).

Da andererseits in Abb. 21 gezeigt wurde, daß Quervernetzungen zu bestehen scheinen, kann man sich einzelne Makromoleküle oder annähernd geordnete Molekülbündel als in ihrem Richtungsverlauf von der allgemeinen Ordnung abweichend vorstellen (s. a. *Müller*). An dieser Stelle hat das Quellungsmittel, z. B. Wasser, die Möglichkeit, einzutreten. Bei der Einwirkung von Säuren werden die von der Ordnung abweichenden Bereiche, da in ihrer Umgebung die größte Quellung stattfindet, zuerst gestört, und daher erklärt sich die unterschiedliche Struktur der Aufnahmen.

Behandelt man die gleichen Fasern nur mechanisch, also z. B. in der Schwingmühle, so entstehen formlose Bruchstücke. Es kann daher wohl angenommen werden, daß beim chemischen Abbau, u. zw. dürfte dies für die Behandlung mit Säure ebenso wie für die Auswirkung der Wäsche wie des Lichtes gelten, wenige die Faserrichtung überlagernde Bereiche angegriffen oder zerstört werden.

Vor 9 Jahren wurde von uns die Knickbruchfestigkeitsprüfung entwickelt, von der erwartet wurde, daß sie nicht nur indirekte Aussagen über die Querfestigkeit, sondern darüber hinaus Schlüsse auf die innere strukturelle Ordnung der Faser zulasse.

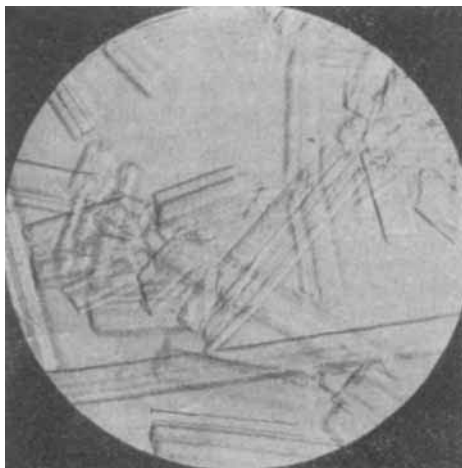


Abb. 19. Merinova-Faser, hochpolymer chemisch abgebaut.



Abb. 20.

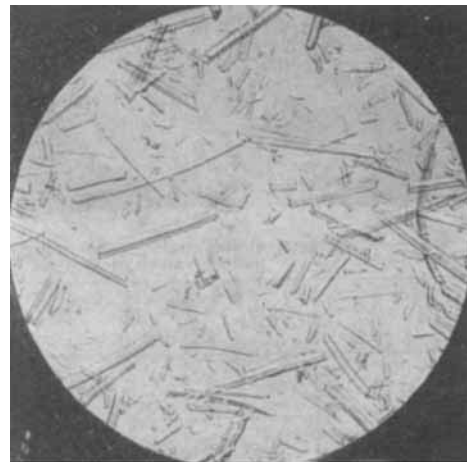


Abb. 22. Hochverstreckte Faser, chemisch abgebaut.



Lagerung der Makromoleküle abgebauter Fasern. (Durchschnittlicher Polymerisationsgrad 300.) (Durchmesser der zwischenmolekularen Spalten = 4–5 Å.)



Lagerung der Makromoleküle von Kunstfasern. (Durchschnittlicher Polymerisationsgrad 300.) Man beachte die Hohlräume.

Abb. 23. (Nach *Staudinger*).

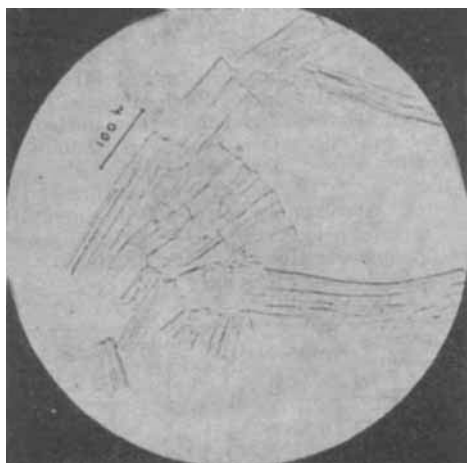


Abb. 21. Normale Zellwolle, chemisch abgebaut.

<sup>28)</sup> *Schramek* hat bei nach dem Streckspinnverfahren gesponnenen hochpolymeren Zellwollen, wie Lanusa und Talusa (Schwarza), eine ganz ausgesprochene Außenhaut feststellen können.

Diese Prüfmethode führte anschließend zu einer freundschaftlichen Zusammenarbeit mit *Staudinger*, der eine gemeinsame Veröffentlichung folgte, in welcher die Zusammenhänge zwischen Polymerisationsgrad und Knickbruchfestigkeit aufgezeigt wurden. Tab. 10 zeigt die damaligen Ergebnisse in einer durch neuere Zahlen vervollständigten Form.

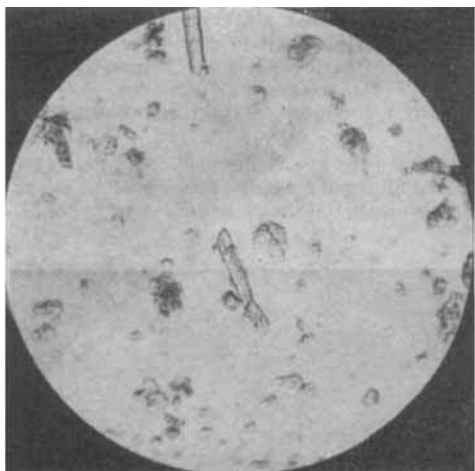


Abb. 24. Zellwolle durch Behandlung in der Schwingmühle mechanisch zertrümmert.

Tabelle 10. Zusammenhang zwischen technologischen Eigenschaften und Polymerisationsgrad.

	P-Grad	Reißlänge km		Dehnung %		Knickbruchfestigkeit	
		tr.	naß	tr.	naß	alt <sup>9)</sup>	neu <sup>10)</sup>
Baumwolle							
roh .....	2 760	33	32,9	10,82	10,8	10 500	64000
unbehandelt .....	2 600	36,6	34,6	9,7	10,9	10 000	
verschieden stark abgebaut	1 940	28,7	25,8	7,1	11,1	8 500	
	990	20,4		5		6 500	
	700	12,0		4,8		4 000	
	630	10,5		4,2		etwa 1 000	
	445	6,0		3,1		150	
	350	4,5		2,3		14	
	275	1,9		1,0		3	
Zellwollen							
	536	13,4	9,2	18,8	37,0	etwa 170	650 (4 den.)
	360	24,2	15,6	17,1	24,1	etwa 100	6 800 (1,5 den.)
	220	16,1	10,3	13,2	19,8	33	
abgebaut .....	107	8,9	4,7	13,8	19,4		
	55	9,6	3,7	10,7	11,6		
Viscose aus verd. (1% u. 0,1%) Lösung gefällt und anschl. neu gelöst	106	19,0	14,9	26	39		
	152	9,0	6,9	31	52		
				16		etwa 90	
				12		100	
				8,8		40	

<sup>9)</sup> Vorspanngewicht 0,5 g je Faser.

<sup>10)</sup> Neuerdings Vorspanngewicht 2,5 kg/mm<sup>2</sup> (Vorschlag *Böhlinger*, 1. Forschungsheft des ZKR, S. 94).

Bei jeder einzelnen Faserart werden durch einen Abbau die technologischen Eigenschaften, u. zw. in der Hauptsache die Knickbruchfestigkeit, abgesenkt. Dies geschieht jedoch, wie aus den obigen Aufnahmen hervorgeht, keineswegs entsprechend der Minderung des Polymerisationsgrades allein. In erster Linie verantwortlich sind Einkerbungen (siehe Abb. 9), die sowohl Reißfestigkeit als auch Knickbruchfestigkeit in ähnlicher Weise senken, als wenn man die Festigkeit eines Drahtseiles, Bindfadens oder normalen

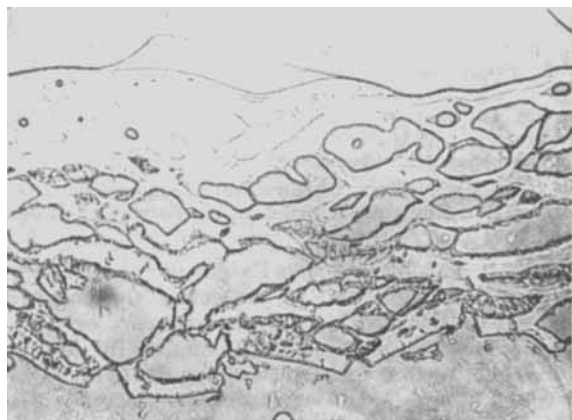


Abb. 25. Kunstseide, abgequetscht. (V=150.)

Gewebestreifens mit einem an der Seite gerissenen vergleicht. D. h. also, daß der Polymerisationsgrad, was allerdings auch von *Staudinger* nie behauptet wurde, keineswegs allein maßgeblich für den Gebrauchswert einer Faser ist, sondern, daß man bei niederen Polymerisationsgraden bei einem angepaßten strukturellen Aufbau noch eine durchaus beachtliche Festigkeit, Dehnung und Knickbruchfestigkeit erhält. So weichen z. B. bei Viscose-Fasern Festigkeit und Dehnung bei Polymerisationsgraden von 550—220 nicht

wesentlich voneinander ab, unterscheiden sich jedoch grundsätzlich von abgebauter Baumwolle.

Viscose, die durch vorübergehende Verdünnung in einen molekulardispersen Zustand und bei der Fällung in eine neue Ordnung gebracht wurde, zeigt sogar bei Polymerisationsgraden von 150 noch durchaus normale technologische Eigenschaften<sup>20)</sup>.

## 9. Bedeutung der Querfestigkeit für die Fasergüte.

Eine mindestens gleich große Rolle spielt jedoch die Stellung der Micellen zueinander.

Man kann sich vorstellen, daß in der flüssigen Viscose eine nur durch koordinative Kräfte bedingte sonst ungeordnete Lage der Makromoleküle vorliegt. Erst beim Strömen durch die Bohrung der Düse sowie vor allem bei der durch den Abzug ausgeübten Streckung tritt eine parallel zur Strömungsrichtung bevorzugte Lagerung der Bausteine ein. Aus der ursprünglich isotropen flüssigen Viscose wird zunächst eine schwach anisotrope Flüssigkeit und anschließend an die Fällung eine stark anisotrope Faser.

D. h., das wirre Netz von Makromolekülen wird durch den Spinnprozeß parallel zur Faserachse ausgerichtet, ähnlich wie ein wirres Krampfelvlies auf den Streckwerken der Kämmerei orientiert wird.

Die Längsquellel nimmt ab zugunsten der Querquellel, die auf 100% steigt. Die Längsquellel kann sogar in eine Schrumpfung je nach der inneren Spannung der Faser übergehen.

Das Verhalten im polarisierten Licht erfährt je nach der Lage der Faser eine grundlegende Änderung.

Vor allem jedoch nimmt mit wachsender Orientierung die Festigkeit der Faser zu und die Dehnung ab. Dies sind jedoch lediglich die Festigkeitsverhältnisse in der Längsrichtung der Faser, während die Veränderung in der Querrichtung infolge der Unmöglichkeit der Durchführung genauer Messungen unberücksichtigt blieben. Stellt man jedoch nicht Fasern, sondern Filme, oder, um in eine andere Größenordnung der Bausteine zu gelangen, Papier her, so besteht ohne weiteres der Vergleich technologischer Eigenschaften in Längs- und Querrichtung.

Tabelle 11. Trockenfestigkeiten und Dehnungen verschiedener Transparentfolien<sup>21)</sup>.

Verfahren	Reißlänge km		Dehnung %	
	Längsrichtung	Querrichtung	Längsrichtung	Querrichtung
Kupfer .....	11,25 (100%)	4,5 (40%)	15	32
Viscose I .....	7,7 (100%)	3,7 (48%)	15	33
Viscose II .....	6,2 (100%)	3,9 (63%)	21	38
Acetat .....	4,8 (100%)	4,3 (30%)	25	32
Gelatine .....	5,95 (100%)	5,95 (100%)	2	2

<sup>21)</sup> Diese Zahlen verdanke ich Herrn v. Schlüter, Zehlendorf.

### Bemerkungen:

Kupfer-Verfahren: Schlitzdüse mit erhöhter Verstreckung in Längsrichtung.  
Viscose-Verfahren I: Schlitzdüse, mit normaler Verstreckung in Längsrichtung.  
Viscose-Verfahren II: Unterlagenguß, -Fronnelguß, -Viscose während der Vorkoagulation ohne Zugbeanspruchung, während der Nachkoagulation und Fällung normale Verstreckung in Längsrichtung.  
Acetat-Verfahren: Unterlagenguß (Bandguß), Acetat-Lösung während der Gelatinierung und Erstarrung fest auf Unterlage verankert.  
Gelatineverfahren: Unterlagenguß (Plattenguß), Gelatinelösung während der Gelatinierung und Erstarrung fest auf Unterlage verankert.

Acetat sowie der Gelatinefilm sind durch Unterlagenguß hergestellt, so daß eine Verstreckung unmöglich ist, was sich in gleichen Längs- und Quereigenschaften ausdrückt. Auffällig ist, daß die Festigkeitswerte für Gelatine ziemlich genau denen von Fasern entsprechen, was heißen würde, daß bei Gelatine durch die Verstreckung keine wesentliche Verfestigung zu erreichen ist. Viscose-Fasern haben eine Trockenfestigkeit von 30 kg/mm<sup>2</sup>, Acetat-Fasern eine solche von 17 kg/mm<sup>2</sup>.

Bei einem durch Guß auf eine Unterlage hergestellten Film hat man sich die Makromoleküle oder deren Bündel innerhalb der Ebene nach allen Richtungen annähernd gleichermaßen statistisch verteilt vorzustellen. Wird der Film verstreckt, so tritt ähnlich, als wenn man aus einem Faserbausch durch Hecheln bei gleichzeitigem Zug ein Band herstellt, eine Ordnung ein. Diese ist allerdings mit der bisherigen Anschauung von der Fransenmicelle nicht voll übereinstimmend, zeigt jedoch ebenfalls Unterbrechungen der Ordnung durch geneigt liegende Moleküle oder Bündel.

Die Verhältnisse bei Papier sind folgende:

Tabelle 12<sup>22)</sup>.

Art des Papiers	Reißlänge		Verhältnis quer : längs	Bruchdehnung		Verhältnis quer : längs
	quer km	längs km		quer %	längs %	
Schreibpapier .....	1,57	4,73	33 : 100	1,7	1,5	113 : 100
Schreibpapier .....	4,11	4,17	99 : 100	4,1	2,4	171 : 100
Konzertpapier .....	3,57	7,01	51 : 100	4,1	1,4	293 : 100
Packpapier .....	3,76	9,76	31 : 100	4,6	2,1	219 : 100

<sup>22)</sup> Diese Zahlen verdanke ich Herrn Prof. Dr. Lorenz, Köthen; s. hierzu Beiheft 47 zur Ztschr. des VDICh., *Graßmann*, S. 7, *Franz*, S. 35.

<sup>23)</sup> Trotzdem bleibt naturgemäß ein beträchtlicher Einfluß des Polymerisationsgrades auf den Gebrauchswert der Faser bestehen, entsprechend einem Garn, das aus langen Fasern hergestellt ist.

Beim Papier wird durch die Schüttelbewegung des Längsiebs eine Ordnung der Cellulose-Faser erzielt, hinzu kommt die Streckung durch den von der Walze ausgeübten Zug. Infolgedessen liegt die überwiegende Anzahl der Fasern in einer Richtung. Ist die Festigkeit der Längsrichtung 100, so sinkt die Querfestigkeit auf 75–60% und geht zuweilen auf 33% zurück. Umgekehrt steigt die Querdehnung auf etwa das Doppelte der Längsdehnung. Die Papierindustrie versucht für besonders hohe Beanspruchung naturgemäß ein Blatt mit gleichen Quer- und Längseigenschaften zu erzeugen, wofür eine gleichmäßige Faserlage in beiden Richtungen Voraussetzung wäre.

Den höchsten Widerstand gegen Abnutzung zeigen naturgemäß solche Gebilde, deren aus Fasern bestehende Bausteine gleichmäßig nach allen drei Dimensionen orientiert sind. Dies ist in idealer Weise von der Natur für die tierische Bekleidung, die Oberhaut, durchgeführt und kommt uns im Leder zugute, das eine hervorragende Festigkeit nach allen Seiten besitzt.

Je stärker wir nun eine Faser orientieren, um so weiter entfernen wir uns von diesem Zustand.

Im Anschluß an frühere Arbeiten wurden kürzlich von uns die verschiedenen textilen Prüfmethode und insbes. die Längsfestigkeit mit der Abnutzung mikrophotographisch verglichen und erhebliche Widersprüche zwischen Abnutzung und Festigkeit aufgedeckt. Es wurde daher nun vorzugsweise eine Querfestigkeit beanspruchende Scheuerprüfmethode gezeigt, die bisher in guter Übereinstimmung zur Gebrauchswertprüfung steht. Die in der Literatur angegebenen Werte der Querfestigkeit beruhen auf der Bestimmung des Elastizitätsmoduls, aus dem man nicht genau auf die Querfestigkeit schließen kann. Darüber hinaus hat *Frey-Wyßling* seine Angabe, daß die Querfestigkeit  $\frac{1}{10}$  der Längsfestigkeit betrage, auf der Berechnung<sup>20)</sup> aufgebaut, daß in der Längsrichtung die Micellen untereinander durch Hauptvalenzen, in der Querrichtung dagegen durch *van der Waalssche* Kräfte verbunden seien. Dem wurden bereits oben die mikroskopischen Befunde entgegengestellt, die keineswegs immer eine wesentlich leichtere Spaltbarkeit in der Längsrichtung andeuten. Hinzu kommt naturgemäß der Einfluß der Orientierung.

Wir sind zurzeit mit der Ausarbeitung einer geeigneten Prüfmethode für Einzelfasern beschäftigt.

Abschließend bleibt festzustellen, welcher Orientierungsgrad der synthetischen Fasern nicht etwa die beste Längsfestigkeit, sondern das für den praktischen Gebrauch optimale Verhältnis von Längs- und Querfestigkeit ergibt.

Es sei nicht verschwiegen, daß diese Arbeitsrichtung keineswegs im Einklang mit der augenblicklichen Praxis steht, die immer noch hochnaßfeste Fasern bevorzugt.

**Praktische Schlußforderung.** Es wurde gezeigt, daß wir beim Aufbau textiler Fasern über Abmessungen und Ordnung des Linearmoleküls auf Grund röntgenologischer Messungen ziemlich genaue Aussagen zu machen vermögen, daß andererseits der unter dem Mikroskop feststellbare Feinbau für das textile Verhalten der Faser von Bedeutung ist. Die zwischen diesen beiden Meßbereichen erfaßbaren Größenanordnungen, die also besonders das micellare Gefüge umfassen, sind ähnlich wie bei anderen Werkstoffen nicht genau erfaßbar. Wir vermögen hierüber nur Vermutungen anzustellen.

Weiter wurde gezeigt, daß die Natur, um Gebilde hoher Festigkeit zu schaffen, entweder Fasern herstellt und diese dreidimensional in vollkommen wirrer Lage anordnet, so daß nach jeder Richtung gleiche Festigkeit und Dehnung erzielt wird. Bringt die Natur die Einzelbausteine, z. B. die Fibrillen, in eine parallele Lage und schafft somit ein anisotropes Gebilde, so bevorzugt sie sowohl bei Baumwolle als auch bei allen Bastfasern einen schraubenförmigen Gang, wobei die einzelnen Schichten ähnlich wie bei Sperrholzplatten zuweilen in verschiedener Richtung übereinander verlaufen. Durch diese Anordnung wird eine Längs- und Querfestigkeit zugleich erreicht, die für den Gebrauchswert maßgeblich ist.

Die vom Menschen ausgeübte Technik schafft bereits bei flächenhaften Gebilden Verhältnisse, bei denen Querfestigkeit und Längsfestigkeit recht unterschiedlich verlaufen. Bei der Herstellung synthetischer Fasern wird die Längsrichtung in noch weitaus höherem Maß bevorzugt, während Querfestigkeit und Querdehnung wegen des Fehlens geeigneter Meßmethoden unberücksichtigt blieben und infolgedessen auch nicht in bezug zum Gebrauchswert gesetzt wurden. Hieraus erklären sich z. B. die Fehlschläge der *Lilienfeld-Faser* sowie die Enttäuschung

über die hochnaßfesten Zellwolltypen, die keinen höheren Gebrauchswert als normale Fasern zeigten. Auffallend ist, daß insbes. aus Zwirn hergestellte Zellwollgewebe auf dem Wäsche-sektor den Vergleich mit Baumwollgewebe ohne weiteres aushalten, diesen sogar z. T. überlegen sind. Dies wird darauf zurückgeführt, daß die hohe Zwindrehung im Garn ähnliche Verhältnisse schafft, wie sie bei den Naturfasern für die Fibrillen-anordnung vorliegen. Es ergibt sich daraus, daß für den Gebrauchswert einer Faser keineswegs die chemische Substanz allein maßgeblich ist, sondern in mindestens gleich hohem Maß die Gestalt, in welcher sie der Abnutzung unterliegt. Diese wäre also dem Zweck anzupassen.

Die im Bau der pflanzlichen und tierischen Faser auftretende „Hierarchie der Gestalten“ vom Makromolekül zur Fibrille und der Faser setzt sich in der textilen Verarbeitung des Menschen fort. Die Einzelfasern werden durch schraubenförmige Anordnung im einfachen Garn verbunden. Der Zwirn ist mit einer schichtenweisen Anordnung zu vergleichen. Das Gewebe, Gewirk und Gestrick bringt die Oberfläche und der fertige Anzug die endgültige Gestalt.

Es ist bekannt, daß ein schlecht gemachter Anzug sich in kürzerer Zeit abträgt als ein gut und passend gemachter. Gleichmaßen beeinflußt jedoch jeder textile Verarbeitungsprozeß in der Art und Weise, wie er Fasereigenschaften, Verarbeitung und Beanspruchung im Gebrauch aufeinander abzustimmen versteht.

In der Metallindustrie hat man in den letzten Jahren gelernt, daß die Materialeigenschaften nicht allein ausschlaggebend sind. Der T-Träger, das Rohr, die Ausfräsungen aus dem Träger im Leichtbau haben zu einem neuen Begriff der „Gestaltfestigkeit“ geführt.

Während bisher die textilchemische Forschung sich vorzugsweise mit der Feststellung und Vermeidung von Faserschädigungen (*Krais*, technologisch und chemisch; *Schöberl*, Schwefelbilanz; *Elöd*,  $p_H$ -Wert; *Eisenhut*, Bleichschäden) beschäftigt hat und somit nur defensive Ratschläge gab, zeigt sich aus dem oben Dargelegten, daß unabhängig von der Substanzgüte für jede einzelne Faserart eine optimal erst noch zu ermittelnde Verarbeitung erforderlich ist.

Für die künftige textile Forschung ergibt sich als wichtigstes Problem, durch Gebrauchswertprüfungen

1. das optimale Verhältnis der Längs- und Querfestigkeit festzustellen,
2. die für jeden einzelnen Verbrauchssektor günstigste Garn-drehung zu ermitteln,
3. die in Abhängigkeit von der Abnutzung günstigste Gewebebindung sowie Appretur zu ermitteln.

#### Literatur-Verzeichnis.

- Abitz, Gerngroß* u. *Herrmann*, Z. physik. Chem. B **10**, 371 [1930].  
*Dillenius*, 3. Forschungsheft des ZKR. S. 61; Beiheft z. Ztschr. des VDeCh Nr. 47 (auszugsweise veröffentlicht diese Ztschr. **55**, 387 [1942]).  
*Dischendorfer*, Angew. Bot. **1925**, 7.  
*Dolmetsch* u. *Reinecke*, Zellwolle dtsh. Kunstseiden-Ztg., September 1931.  
*Eisenhut*, Cellulosechemie **19**, 45 [1941].  
*A. af Ekenstam*, Ber. dtsh. chem. Ges. **69**, 549 [1936].  
*Elöd, H. Novotny* u. *H. Zahn*, Kolloid-Z. **100**, 283 [1942].  
*W. K. Farr*, J. physik. Chem. **41**, 987 [1937]; **42**, 1113 [1938]; Contr. Boyce Thompson Inst. **6**, 189 [1934]; **10**, 71 [1938].  
*Franz* u. *Henning*, Melliand Textilber. **17**, 121 [1936]; *Franz, Staudinger* u. *Sorkin*, ebenda **18**, 681 [1937]; *Franz, Schiebold* u. *Wallner*, 3. Forschungsheft des ZKR., S. 214; *Franz, Riederle* u. Mitarb., J. prakt. Chem. **160**, 133 [1942]; *Franz*, 1., 2. und 3. Forschungsheft des ZKR.  
*Frey-Wyßling*: Die Stoffausscheidung höherer Pflanzen, Berlin 1935; Submikroskopische Morphologie des Protoplasmas, Berlin 1938; Papierfabrikant **36**, 212 [1938]; Kolloid-Z. **100**, 304 [1942].  
*Haberlandt*: Physiologische Pflanzenanatomie, Leipzig 1924.  
*Harms*, 3. Forschungsheft des ZKR., S. 70.  
*Hermans* u. *Kratky*, Kolloid-Z. **88**, 173 [1939]; *Hermans* u. *Platzek*, Z. physik. Chem. **86**, 260 [1939]; *Hermans*, Kolloid-Z. **82**, 58 u. **84**, 108 [1938].  
*Hess*: Chemie der Cellulose, Leipzig 1928; Naturwiss. **22**, 469 [1934]; Kolloid-Z. **98**, 148 [1942].  
*Rosemann*, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **46**, 549 [1940].  
*Rosemann* u. *Weber*, J. prakt. Chem. **159**, 334 [1941].  
*Jayne*, diese Ztschr. **55**, 325 [1942]; Cellulosechemie **20**, 43 [1942]; *Jayne* u. *S. Mo*, Papierfabrikant **39**, 193 [1941].  
*Klauditz*, Papierfabrikant **40**, 153 [1942].  
*Kratky*, diese Ztschr. **53**, 153 [1940]; Z. physik. Chem. B, **50**, 255 [1941]; 3. Forschungsheft des ZKR. S. 79.  
*W. Kuhn*, Kolloid-Z. **78**, 258 [1936] u. **68**, 1 [1934].  
*Lieser*, Liebigs Ann. Chem. **538**, 99 [1939].  
*Lüdke*, Cellulosechemie **13**, 191 [1932]; **14**, 1 [1933].  
*Mark*: Physik und Chemie der Cellulose, Berlin 1932; Allg. Grundlagen der hochpolymeren Chemie, Leipzig 1940.  
*Marschall*, 3. Forschungsheft des ZKR. S. 93.  
*Meyer*: Die hochpolymeren Verbindungen, Leipzig 1940.  
*K. H. Meyer* u. *van der Wijk*, Kolloid-Z. **101**, 52 [1942].  
*Moll*, 3. Forschungsheft des ZKR. S. 105.  
*F. Horst Müller*, Kolloid-Z. **95**, 307 [1941].  
*Herbert Müller*, Faserforsch. **1929**, 205.  
*H. Müller*, Kolloid-Z. **95**, 138 [1941].  
*Vögeli*: Die Micellartheorie, Leipzig 1928.  
*Pierce* u. Mitarb., The colloid Aspects of Textile Materials, Gen. discussion, Trans. Faraday Soc. **29** [1933].  
*Reimers*, Mitt. Forsch.-Inst. Karlsruhe 1922.

<sup>20)</sup> Diese Angabe verdanke ich einer persönlichen Mitteilung von *Frey-Wyßling*.

Reumuth, Melland Textilber. **23**, 1 [1942].  
 Signer u. Tavel, Helv. chim. Acta **21**, 535 [1938].  
 Schieber, 2. Forschungsheft des ZKR. S. 5; Schieber u. Böhringer: Gebrauchswertprüfung an Textilfasern, Schwarza 1939.  
 E. Schmidt, Ber. dtsch. chem. Ges. **67**, 2037 [1934]; **68**, 542 [1935]; **69**, 366 [1936]; **70**, 2345 [1937].  
 Schramek, Papierfabrikant **36**, 226 [1938]; Mschr. Text.-Ind. **1941**, 11; Mitt. dtsch. Forsch.-Inst. Text.-Ind. Dresden **1941**, 5; **1942**, 1.  
 O. V. Schulz u. Husemann, Z. physik. Chem. B, **52**, 1 [1942]; O. V. Schulz, ebenda **B**, **52**, 50 [1942].  
 Schwarz u. Wannow, Kolloid-Z. **97**, 193 [1941].  
 Schwendner: Das mechanische Prinzip im anatomischen Bau der Monokotyledonen, Leipzig 1874.  
 Staudinger: Die hochpolymeren organischen Verbindungen Kautschuk und Cellulose, Berlin 1932; Organische Kolloidchemie, Braunschweig 1941; 3. Forschungsheft des ZKR., S. 1.  
 H. Staudinger u. Signer, diese Ztschr. **42**, 71 [1929]; H. Staudinger u. Jurisch, Melland Textilber. **20**, 1, 693 [1939]; H. Staudinger u. Husemann, Naturwiss. **29**, 531 [1941]; H. Staudinger u. Reinecke, Melland Textilber. **20**, 109 [1939]; H. u. M. Staudinger u. Sauter, Z. physik. Chem. B, **37**, 403 [1937]; Melland Textilber. **18**, 849 [1937].  
 M. Staudinger, J. prakt. Chem. **160**, 203 [1942].  
 C. Steinbrink, s. z. B.: Technologie der Textilfasern, Bd. V, 1. Teil, 1930, Zur Physik der natürlichen Cellulose-Faser im Zusammenhang mit ihrem Feinbau.  
 Wilhelm Troll: Gestalt und Urbild, Halle (Saale) 1942.  
 O. H. Weber, J. prakt. Chem. **158**, 33 [1941].  
 Welzien, 3. Forschungsheft des ZKR. S. 51.  
 Wergin, Naturwiss. **26**, 613 [1938]; Kolloid-Z. **100**, 436 [1942]; Protoplasma **1939**, 116.  
 C. Weygand: Chemische Morphologie der Flüssigkeiten und Kristalle, Leipzig 1941; „Morphologie der Kohlenstoffverbindungen“, diese Ztschr. **49**, 243 [1936].  
 Wießner: Die Rohstoffe des Pflanzenreiches, Leipzig 1928.  
 Wohlisch, Helv. chim. Acta **22**, 1358 [1939].  
 L. Wolf: Einführung in die theoretische Chemie, Leipzig 1941/42.  
 L. Wolf u. W. Troll: Goethes morphologischer Auftrag, Halle (Saale) 1942.

Eingeg. 18. Dezember 1942. [A. 6.]

### Nachtrag.

Während der Durchsicht der Korrekturbogen erschienen zwei Arbeiten K. Lauers\*). In diesen (S. 132) wird im Gegensatz zu den Ausführungen Eugen Dörers in dieser Zeitschrift\*\*) festgestellt, daß unabhängig von der Herkunft der Cellulose (Einkahrespflanzen, Buche, Fichte oder Kiefer), vom Alphacellulose-Gehalt sowie gleichgültig, ob vorhydrolysiert oder nachveredelt, Fasern mit gleichen textilen Eigenschaften gefunden werden. Eine Ausnahme wird lediglich bei Sulfat-Zellstoffen gemacht.

Gleichzeitig wird im Anschluß an Arbeiten der Schramekschen Schule gefunden, daß eine Veränderung des Polymerisationsgrades zwischen 250 und 500 ohne Einfluß auf Fasereigenschaften und Tragfähigkeit wäre (S. 123). Dies steht im Gegensatz zu Feststellungen von Staudinger, Eisenhut, Zart, Schieber sowie von unserer Seite. Aus neuerdings von dritter Seite durchgeführten Versuchsreihen für

\*) Zellwolle, Kunstseide, Seide **48**, 123, 132 [1943].

\*\*) Vgl. diese Ztschr. **53**, 13, 292 [1940].

die Quellfestmachung sowie aus eigenen Bewertungen für die Erhöhung der Naßfestigkeit (hochnaßfeste Faser) kann man ebenfalls auf keine Erhöhung des Gebrauchswertes schließen. Man könnte danach vermuten, daß die Zellwolle-Qualität unabhängig von den verschiedensten Einflüssen über den jetzigen Normalstand nicht zu verbessern wäre, was zu äußerst pessimistischen Betrachtungen über die Aussichten weiterer Arbeit auf diesem Gebiet führen müßte.

Dem stehen die bisherigen Ergebnisse der umfangreichsten bisher durchgeführten Gebrauchswertprüfung entgegen, bei der 26 Provenienzen unter Einbeziehung ägyptischer und amerikanischer Baumwolle zu je 50 Hemden und Kitteln verarbeitet und bei einer Tragdauer von jeweilig 3 Tagen und anschließender kontrollierter Maschinenwäsche mit RIF-Seifenpulver bewertet werden. Nach bisher 50 (!) Wäschen weisen einige Handelsprovenienzen\*\*\*) nicht die halbe Tragfähigkeit anderer trotz fast gleicher textiler Daten auf, es bestehen somit erhebliche Unterschiede. Einige Zellwoll-Provenienzen lassen nach ihrem jetzigen Zustand eine Tragdauer von etwa 100 Wäschen voraussagen. Überraschend ist die ganz andere Reihenfolge in der Bewertung bei Hemden gegenüber Kitteln. Im ersteren Fall kommt das Gewebe direkt mit dem Körper in Berührung, ist daher erheblichen chemischen Einwirkungen ausgesetzt im Gegensatz zu den über der Kleidung getragenen Kitteln. Besonders bemerkt sei, daß bei den Hemden die Baumwolle mit wachsender Anzahl der Wäschen stark abfällt und heute schon sich im unteren Drittel der Gesamtreihe befindet, während sie sich bei den Kitteln weitaus besser verhält. Diese Tatsachen stehen im Gegensatz zu mannigfachen Publikationen von anderer Seite über den Wert nativer Fasern, worauf wir in Kürze des näheren eingehen werden. Da noch die chemische Beanspruchung in der Wäsche dazukommt, treten außerordentlich mannigfaltige kombinierte chemische sowie mechanische Angriffe auf.

Dabei zeigt sich wieder, daß man endlich von dem primitiven Verfahren abgehen sollte, nur eine einzelne Eigenschaft hochzuzüchten und alles übrige, insbes. die Spinnbedingungen, vollkommen unverändert zu lassen. Für einen bestimmten Polymerisationsgrad sind ebenso wie für einen neuen Zellstoff oder für ein Quellfestverfahren die gesamten Verarbeitungsbedingungen spezifisch abzustimmen, in voller Berücksichtigung des außerordentlich feinen Zusammenspiels, das beim Aufbau hochpolymerer Fasern herrscht und das wir heute in seinen Einzelheiten noch keineswegs überschauen. Hierzu versucht die vorstehende Arbeit einen größeren Beitrag zu liefern.

\*\*\*) Vgl. auch E. Franz, Beiheft 47 z. Ztschr. d. V.D.Ch., auszugsweise veröffentlicht diese Ztschr. **55**, 987 [1942].

## Analytisch-technische Untersuchungen

### Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Alkylaminen

Von Dr.-Ing. JULIUS HIERNEIS

Aus dem Laboratorium der Dr. Alexander Wacker G. m. b. H., Werk Burghausen

Bei der Herstellung von Alkylaminen auf einem der üblichen Wege entsteht meist ein Gemisch von primärem, sekundärem und tertiärem Amin.

Es ist eine Anzahl von Methoden bekannt<sup>1)</sup>, die drei Amine zu trennen, sie dadurch nebeneinander nachzuweisen und so die Zusammensetzung des Gemisches zu erkennen. Alle diese Methoden haben den Nachteil, daß sie mehr Zeit beanspruchen, als für eine während des laufenden Versuches durchzuführende Analyse zur Verfügung steht, da durch die Analyse der Verlauf der Reaktion bei den gewählten Arbeitsbedingungen schnell und einwandfrei erkennbar sein soll. Bei den bisher bekannt gewordenen Methoden müssen die Bestandteile des Gemisches quantitativ isoliert werden, was mit einer Hauptursache der langen Dauer der Analyse ist.

Im folgenden wird ein Verfahren angegeben, durch das es möglich ist, nach Kenntnis des Gehaltes an einer der Komponenten des Amin-Gemisches, u. zw. des primären Amins, das am einfachsten und schnellsten zu bestimmen ist, auf graphischem oder rechnerischem Weg bzw. nach einem graphisch-rechnerischen Kombinationsverfahren die Zusammensetzung des Gemisches rasch und hinreichend genau zu ermitteln.

Hierzu müssen zunächst von der Synthese stammende unveränderte Ausgangssubstanzen abgetrennt werden. Dies geschieht auf folgendem Wege:

Die zu untersuchende Lösung, die aus Ammoniak, Alkohol, Wasser und den entstandenen Aminen besteht, wird mit gasförmiger oder reiner konz. Salzsäure bis zur deutlich kongosauren Reaktion versetzt. Dabei werden alle Basen in die nicht wasserdampf-flüchtigen Chlorhydrate übergeführt. Anschließend wird die Lösung durch Destillation vom Alkohol und Wasser befreit und der Rückstand schließlich im Vakuum im siedenden Wasserbad bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Im Destillat kann der Alkohol quantitativ bestimmt und so der Umsatz des Alkohols zu Aminen hinreichend genau festgestellt werden.

Die Trennung des unveränderten Ammoniaks von den Aminen wird durch Extrahieren des trockenen feingepulverten Salzgemisches mit Chloroform im Soxhlet-Apparat erreicht. Die Chlorhydrate der Amine lösen sich im siedenden Chloroform, das Monoäthylaminchlorhydrat ziemlich schwer, das Chlorhydrat des Di- und Triäthylamins wesentlich leichter; Ammoniumchlorid ist vollkommen unlöslich in Chloroform. Nach ~ 2stündiger Extraktion sind die Aminchlorhydrate restlos aus dem Ammoniumchlorid, das in der Extraktionshülle hinterbleibt, herausgelöst, was durch eine Chlor-Bestimmung des im Vakuum vom Chloroform befreiten Rückstandes erkennbar ist.

Durch diese Trennung des Ammoniaks von den Aminen ist gleichzeitig das Verhältnis des umgesetzten Ammoniaks zu nicht umgesetztem festgestellt. Es folgt jetzt die Analyse des Gemisches der vom Ammoniumchlorid befreiten Aminchlorhydrate.

Die Chloroform-Lösung der Aminchlorhydrate wird zur Trockne verdampft (die letzten Chloroform-Reste im Vakuum im siedenden Wasserbad vertrieben) und das zurückbleibende Aminchlorhydrat-Gemisch fein gepulvert und gut durchgemischt. Nun

<sup>1)</sup> C. C. Erdmann, J. biol. Chemistry **8**, 41 [1910]. François, C. r. heb. Séances Acad. Sci. **144**, 567 [1907]. Lea, Jber. Fortsch. Chemie **1861**, 493. Duvalier u. Buisine Ann. chimie (5) **23**, 346 [1881]. P. Leone, Gazz. chim. ital. **55**, 246 [1925]. Weber u. Wilson, J. biol. Chemistry **35**, 385 [1918]. Van Slyke, ebenda **10**, 121 [1913]. Ber. dtsch. chem. Ges. **43**, 3170 [1910]. Briner u. Gaudillon, Helv. chim. Acta **14**, 1283 [1931]. Beilstein 4. Aufl. Bd. 4, S. 88.