

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 (Einhjahrespflanzen, 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. Gandillon, Helv. chim. Acta 14, 1283 [1931]. Beilstein 4. Aufl. Bd. 4, S. 88.