

ist die vom Vortr. [1] entwickelte 1.1.2.2-C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>Br<sub>4</sub>-Extraktions-Pyknometer-Methode, die einen erheblich geringeren apparativen Aufwand voraussetzt und gegenüber der IR-Methode Vorteile, jedoch auch Nachteile, zeigt. Die Methode beruht auf der einstufigen Extraktion von gepufferten 5-l-Wasserproben mit 20 ml Lösungsmittel und nachfolgender Dichtebestimmung der getrockneten Extraktionslösung; die

[1] Dissertation Aachen 1961.

Reproduzierbarkeit beträgt  $\pm 0,1$  mg/l, die untere Nachweisgrenze 0,3 mg Kohlenwasserstoffe/l. In Modellwässern, die eingewogene Mengen an Benzin, Dieselkraftstoff, leichtem, mittlerem oder schwerem Heizöl enthielten, wurden im Mittel 101,6 % der Einwaagen wiedergefunden. Alle Analysenergebnisse lagen im Bereich von 85-115 % der Einwaagen und für den Konzentrationsbereich von 0,4-50 mg Kohlenwasserstoffe/l errechnete sich eine Standardabweichung von  $\pm 8,9$  % der Einwaagen.

[VB 602]

## Verein der Textilchemiker und Coloristen

### 6. bis 9. Juni 1962 in Baden-Baden

In Würdigung der fundamentalen Bedeutung der makromolekularen Chemie für die Textilforschung wurde Prof. Dr. H. Staudinger, Freiburg/Brsg. mit der Goldmedaille des Vereins ausgezeichnet. Die Ehrenmitgliedschaft wurde Dir. C. Zuber, Creil (Oise) und Dr. P. Rabe, Leverkusen, verliehen.

Aus den Vorträgen:

#### Beobachtungen an „Modifier“-Fasern

W. Kling, Düsseldorf

Zwischen normalen Viscose-Mantelfasern und entspr. Fasern die unter Zusatz von sog. Modifizieren (höhermolekulare Amine) gesponnen wurden, zeigen sich charakteristische Unterschiede im Quellungsverhalten beim Behandeln mit Jaymeschem Reagenz (Eisen-Weinsäure-Komplex): Modifiz.-Zusatz verhindert unter bestimmten Bedingungen die Auflösung. Eine Deutung des Phänomens ist bis jetzt nicht möglich.

Im elektronenmikroskopischen Bild zeigen unter Zusatz von sogen. Viscose-Ölen dop-gesponnene Fasern eine charakteristische Längsorientierung. Bei Zusatz von Modifizieren wird die gleiche Orientierung beobachtet, es treten aber charakteristische Einschlüsse bzw. Vakuolen mit Längsorientierung auf.

#### Zur Reaktionsweise von Reaktivfarbstoffen

W. Beckmann, D. Hildebrand und H. Pesenecker, Leverkusen

Reaktivfarbstoffe reagieren unter Färbebedingungen bevorzugt mit der Faser und nur wenig mit dem bei der Färbung vorhandenen Wasser. Eine allgemein anerkannte Deutung dieser fundamentalen Tatsache fehlt bis heute.

Vortr. konnte die Hydrolysenkonstante des Farbstoffes auf der Faser und im Färbebad bestimmen und an Dichlortriazin-Farbstoffen zeigen, daß eine sterische Hinderung der Hydrolyse des adsorbierten Farbstoffes kaum für die bevorzugte Reaktion mit der Faser verantwortlich sein kann.

Die Annahme, daß lediglich Anionen mit dem Farbstoff reagieren und Cellulosehydroxyle wegen stärkerer Dissoziation gegenüber Wasser bevorzugt reagieren, läßt sich nach Auffassung des Vortr. nicht beweisen. Seine kinetischen Messungen deuten darauf hin, daß keine reine Reaktion II. Ordnung vorliegen kann und daß farbstoffspezifische Faktoren eine wesentliche Rolle spielen sollten. Alle Meßergebnisse lassen sich zwangsläufig deuten, wenn man die gegenüber Wasser ausgeprägte Nucleophilie der nicht dissozierten Cellulosehydroxyle für die bevorzugte Reaktion verantwortlich macht. Die Reaktion mit dem Cellulose-Anion ist als Nebenreaktion nicht ausgeschlossen.

Die bekannte pH-Abhängigkeit der Farbstoff-Faser-Reaktion ergibt sich nach der Deutung des Vortr. aus der Eigenschaft der Hydroxyl-Ionen als Protonenacceptoren.

#### Betrachtungen über kinetische Messungen an Reaktions-Farbstoffen

U. Baumgarte und F. Feichtmayr, Ludwigshafen

Nach Messungen des Vortr. reagieren manche Reaktivfarbstoffe, z. B. solche mit Chlor-methyl-Gruppen, nach einem S<sub>N</sub>1-Mechanismus, andere, z. B. Dichlortriazin- und Chlortriazin-Farbstoffe, nach einem S<sub>N</sub>2-Mechanismus.

Vortr. schließt aus seinen Messungen, daß Cellulose-Anionen mit dem Reaktivfarbstoff reagieren. Die gegenüber der Hydrolyse bevorzugte Reaktion der praktisch brauchbaren Reaktivfarbstoffe mit Cellulose wird durch eine spezielle Solvathülle gedeutet, die den pK-Wert der mehrwertigen Alkohole senkt und damit die Ionenzahl innerhalb der Cellulose erhöht. Gleichsinnig soll die Alkaliadsorption der Faser wirken. In der Diskussion wurde der Unterschied zu den Auffassungen von W. Beckmann (siehe voriges Referat) herausgestellt.

#### Eigenschaften der Bindung zwischen Reaktivfarbstoffen und Cellulose

Hch. Zollinger, Zürich (Schweiz)

Beim mikrobiologischen Abbau von Cellulosefasern, die mit Reaktivfarbstoffen vorgefärbt worden waren, konnten neben Farbstoff, der an Glucose und Cellulose gebunden vorliegt, auch Oligomere der Cellulose isoliert werden, die Farbstoff gebunden enthielten.

Vortr. untersuchte die Beständigkeit der Farbstoff-Faser-Bindung im pH-Bereich von 1,5 bis 10,5 bei Reaktivfarbstoffen mit folgenden reaktiven Gruppen: Mono- und Dichlortriazin (I), Trichlortriazin (II),  $\beta$ -Hydroxyäthyl-sulfon-schweifelsäureester (III),  $\beta$ -Hydroxyäthylsulfonamido-schweifelsäureester (IV). Um vergleichbare Resultate zu erzielen, wurden jeweils Farbstoffe verwendet, die sich von der Bromoaminoäure ableiten. Jede Farbstoffart zeigt bei einem spezifischen pH-Wert ein Stabilitätsmaximum, woraus sich die unterschiedlichen Echtheitseigenschaften erklären lassen. In den Hydrolysaten sind auch Spaltstücke enthalten, die zeigen, daß nicht nur die Bindung Farbstoff-Faser hydrolysiert wird. I und II haben ihr Stabilitätsmaximum im alkalischen, III und IV im schwach sauren Gebiet.

#### Levafix-Farbstoffe, Chemismus und Praxis

K. G. Kleb, Leverkusen

#### Reaktivfarbstoffe mit der Gruppierung

SO<sub>2</sub>NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>OSO<sub>3</sub>H (I) (<sup>3</sup>Levafix) reagieren mit nucleophilen Partnern, z. B. mit Hydroxyl-Gruppen der Cellulose. In Gegenwart von Protonen-Acceptoren tritt Alkylierung ein. Nach Befunden des Vortr. wirkt die Gruppierung R-SO<sub>2</sub>NH- (II) im dissoziierten Zustand oberhalb pH 9,5 aktivierend. Substitution des Sulfamidwasserstoffs in II