

bestimmen. Z. B. zeigt das bei 283—285° unscharf unter Zersetzung schmelzende Strychnin folgende E. T.: Mit Coffein 203°, mit Theophyllin 232°, mit Carbanilid 221°, mit Anissäure 115°, das bei 175—176° unter Zersetzung schmelzende Lobelinhydrochlorid gibt mit Benzanilid eine E. T. von 135° und mit Veronal 151°.

Die eutektischen Temperaturen bilden somit eine Ergänzung und Vereinfachung der vor kurzem veröffentlichten Tabellen zur mikroskopischen Identifizierung organischer Substanzen²⁾. In diesen Tabellen sind die Substanzen nach ihren Schmelzpunkten geordnet und außerdem die besonderen Kennzeichen angegeben, die sich bei der Schmelzpunktbestimmung offenbaren. Ferner ist bei den einzelnen Substanzen der Brechungsexponent der geschmolzenen Substanzen angegeben, der sich mit Hilfe einer Glaspulverskala von bestimmter Lichtbrechung im Anschluß an den Schmelzpunkt unter dem Mikroskop bestimmen läßt. Zur Identifizierung wird zunächst der Schmelzpunkt bestimmt, gleichzeitig werden die besonderen Kennzeichen beobachtet. Diese ergeben in vielen Fällen einen Hinweis, welche von den gleich oder ähnlich schmelzenden Substanzen vorliegt. Für die endgültige Diagnose und ihre Sicherung wird dann der Brechungsexponent der Schmelze bestimmt. Mit Hilfe der eutektischen Temperaturen wird unsere Methode nun noch weiter vereinfacht. Wir fügen in den Schmelzpunkttabellen bei jeder Substanz noch die eutektische Temperatur des Gemisches mit einer bestimmten anderen Substanz ein, z. B. mit Phenacetin für alle Substanzen, deren Schmelzpunkte zwischen 120° und 150° liegen. Auf diese Weise läßt sich unter den gleich und ähnlich schmelzenden Substanzen sehr rasch eine Auswahl treffen, die dann mit Hilfe der „besonderen Kennzeichen“ und des Brechungsexponenten auf eine einzige Substanz eingeschränkt werden kann. Mitunter genügen zur Identifizierung allein schon der Schmelzpunkt der Substanz und die eutektische Temperatur des Gemisches. Durch dieses neue Hilfsmittel läßt sich nach unserer Methode eine Identifizierung organischer Substanzen in noch kürzerer Zeit durchführen, als dies bisher möglich war.

Wenn die beiden Substanzen einer Mischung eine Molekülverbindung bilden, treten bekanntlich zwei Eutektika

auf. Es war daher zu erwarten, daß man bei unserer Arbeitsweise je nach dem Mischungsverhältnis einmal zuerst die Temperatur des niedrigeren Eutektikums, ein andermal nur die des höheren Eutektikums beobachtet. Dadurch ergäbe sich zur Wahrung der Reproduzierbarkeit die Notwendigkeit, die beiden Substanzen für die Mischung zu wägen, statt sie, wie oben angegeben, einfach nach dem Augenmaß zu gleichen Teilen zu mischen. Darauf gerichtete Versuche ergaben jedoch, daß in den meisten Fällen unter dem Mikroskop zunächst das niedrigere Eutektikum zur Beobachtung gelangt, auch bei Mischungsverhältnissen, die in der Nähe des höheren Eutektikums liegen. Nur bei Vorliegen eines sehr feinen Pulvers und einer innigen Mischung sieht man in letzterem Fall erst bei der Temperatur des höheren Eutektikums die ersten Schmelzvorgänge. Liegt ein etwas gröberes Pulver vor, so sieht man unter dem Mikroskop immer einige Stellen, an denen das niedrige Eutektikum schmilzt. Aber auch bei feinsten Pulvern tritt bei flüchtigen Substanzen durch Sublimationsvorgänge nicht selten eine Vergrößerung des Kornes ein, womit gleichzeitig eine teilweise Entmischung verbunden ist. So verändert sich z. B. ein feines Pulver einer entsprechenden Mischung von 1,2,4-Dinitrotoluol und Naphthalin, das im frisch gepulverten Zustand nur das höhere Eutektikum mit 57° erkennen ließ, nach 24 h derart, daß nun auch das untere Eutektikum von 54° beobachtet werden kann. Diese Versuche und Überlegungen bilden eine Erklärung für die rein empirisch unabhängig von mehreren Mitarbeitern gemachte Beobachtung, daß allerfeinstes Pulverisieren der Mischungen nicht nur überflüssig, sondern für die Reproduzierbarkeit der erhaltenen Werte eher nachteilig ist.

Unter dem Mikroskop läßt sich auch das Ende des Schmelzens einer Mischung, d. i. der Punkt der primären Kristallisation, einfacher und rascher festlegen als nach den üblichen Methoden. Man kann dadurch in wenigen Stunden das Zustandsdiagramm eines binären Systems aufnehmen. Das Vorhandensein einer Molekülverbindung läßt sich durch Feststellung zweier Eutektika in wenigen Minuten erkennen. Dariüber wird an anderer Stelle berichtet³⁾.

Eingeg. 13. Juli 1940. [A. 78.]

²⁾ A. Kofler, Z. physik. Chem. Abt. B im Druck.

RUNDSCHEAU

Auerforschungsstiftung.

Ergebnis des Preisausschreibens 1938.

Die Auerforschungsstiftung hatte im Juni 1938 zwei Preisaufgaben gestellt, von denen sich die eine auf eine Verbesserung des Auer-Gasglühlichtes, die andere auf das Auffinden eines technisch wertvollen Anwendungsbereites für die bei der Aufbereitung von Monazitsand anfallenden Mengen von Lanthanverbindungen bezog.

Zu der ersten Preisaufgabe

Lichttechnische Verbesserung der Geleuchte für gasförmige Brennstoffe

ist keine preiswürdige Arbeit eingegangen. Es konnte nur einer Einsendung zur Ermunterung eine Anerkennung in Höhe von 500 RM. zuerkannt werden.

Die Beteiligung an der Preisaufgabe Nr. 2

Für Lanthan oder Lanthanverbindungen ist ein neues wirtschaftlich wertvolles Anwendungsbereite zu finden

war größer. Es ging eine Reihe von zum Teil recht guten Arbeiten ein.

Hierzu wurde eine Einsendung mit einem Preis von 5000 RM. ausgezeichnet, und zwei Arbeiten erhielten Preise von je 1000 RM.

Einige weitere Einsendungen zu der gleichen Preisaufgabe enthielten wertvolle Anregungen, und es wurden in Anerkennung der geleisteten Arbeit vier Einsendern je 500 RM. zuerkannt und zwei Einsendern je 250 RM.

Außerhalb des Preisausschreibens gingen vier Einsendungen ein, die sich auf das Arbeitsgebiet von Auer von Welsbach bezogen. Hierzu wurden zwei Gemeinschaftsarbeiten mit einer Anerkennung von je 500 RM. ausgezeichnet.

Preisausschreiben für 1940.

Die Auerforschungsstiftung hat den Zweck, Arbeiten auf dem Gebiete der seltenen Erden und den damit in einem sachlichen Zusammenhang stehenden weiteren Gebieten zu fördern. Der Vorstand der Auerforschungsstiftung hat in einer Sitzung im April 1940 beschlossen, für das Jahr 1940 vier Preisaufgaben bekanntzugeben.

Preisaufgabe Nr. 1:

Der Wirkungsgrad des Gasglühlichtes ist zu erhöhen
(ausführlich veröffentlicht in „Chemische Fabrik“ Heft 17).

Preisaufgabe Nr. 2:

Die technischen Einrichtungen der bekannten Gasleuchten (einschl. der Glühkörper) sind zu verbessern (ausführlich veröffentlicht in „Chemische Fabrik“ Heft 17)

Preisaufgabe Nr. 3:

Für Thorium oder Thoriumverbindungen ist ein neues wirtschaftlich wertvolles Anwendungsbereite zu finden. Ein gleichzeitig auf S. 417 dieser Zeitschrift erscheinender Bericht gibt eine Übersicht über die Kenntnis des Thoriums und seiner Verbindungen. Von diesem Bericht stehen Sonderdrucke in beschränkter Anzahl beim Sekretariat zur Verfügung.

Preisaufgabe Nr. 4:

Für Thorium ist ein schnellanalytisches Mikro-Bestimmungsverfahren zu finden, bei dem die Anwesenheit von anderen seltenen Erden nicht stört. (Eine Meßgenauigkeit von etwa 1 Gew.-% wird gefordert.) Die Schnellmethode soll gestatten, im Verlauf einiger Stunden eine, wenn auch nicht absolut genaue, so doch auf etwa 1% des erzielten Wertes richtige Bestimmung von Thorium in Gegenwart der seltenen Erden und Phosphorsäure in Lösungen durchzuführen, wie sie beim Aufschluß von Monazitsand durch Schwefelsäure erhalten werden. Es kann sowohl ein Titrierverfahren als auch eine mikroanalytische Methode oder eine Bestimmung durch Sedimentierung mittels Zentrifuge oder dgl. angewandt werden.

Für die Lösung der ersten Aufgabe sind Preise in Höhe bis zu insgesamt 10000 RM., für die zweite Aufgabe bis zu insgesamt 5000 RM., für die dritte Aufgabe bis zu insgesamt 10000 RM., für die vierte Aufgabe bis zu insgesamt 2000 RM. ausgesetzt worden.

An dem Preisausschreiben sind alle Reichsbürger im Sinne der Nürnberger Rassengesetze teilnahmeberechtigt.

Die Bewerber behalten alle Rechte an ihrer Arbeit. Nicht ausgezeichnete Arbeiten werden spätestens innerhalb von 3 Monaten nach Verkündung des Ausschreibungsergebnisses zurückgegeben.

Der Stiftungsvorstand entscheidet über die Zuteilung von Preisen unter Ausschluß von Rechtsansprüchen.

Die Arbeiten, die noch nicht veröffentlicht sein dürfen, sind unter einem Kennwort einschreichen. Es sind ihnen in einem geschlossenen Briefumschlag, der außen das gleiche Kennwort trägt, Name und Anschrift des Verfassers beizufügen. (Satzungsgemäß können auch Arbeiten, die sich nicht mit der Lösung der vier genannten Aufgaben befassen, eingereicht werden, sofern sie dem Stiftungszweck entsprechen. Danach sollen die Arbeiten lebensnahe Wissenschaft sein und sich mit dem Gebiet der seltenen Erden

bnd solchen, die damit in einem sachlichen Zusammenhang stehen, befassen. Für Arbeiten, die außerhalb der in diesem Jahr gestellten Preisaufgaben eingereicht werden, sind Preise bis zu einer Höhe von je 1000 RM. vorgesehen.)

Die Einreichung der Lösungen der vier Preisaufgaben soll bis zum
31. Dezember 1941 erfolgen. Das Ergebnis wird öffentlich bekanntgegeben.

Alle Einsendungen und Zuschriften sind zu richten an das Sekretariat der Auerforschungsstiftung, Berlin N 65, Friedrich-Krause-Ufer 24, welches auch alle weiteren Auskünfte über Einzelheiten gibt. (29)

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Arbeitsgruppe für Chemie der Kunststoffe des VDCh.

Unterausschuß C 1 „Kunststoffe an Stelle von Kautschuk, Gutta-percha und Blei“.

5. Sitzung am 21. Juni 1940 im Ingenieurhaus zu Berlin.

Obmann: Dr.-Ing. P. Nowak, Berlin.

An der Sitzung nahmen etwa 65 Mitglieder des Unterausschusses und des gemeinsamen Beirats der Kunststoff-Fachausschüsse des VDCh und VDI teil.

Dr.-Ing. P. Nowak, Berlin: Die bisherigen und zukünftigen Aufgaben des Unterausschusses unter Berücksichtigung des derzeitigen Einsatzes der Kunststoffe.

Auf der letzten Sitzung der Arbeitsgruppe, am 2. Dezember 1938, konnte auf Grund der eingeleiteten engen Zusammenarbeit der beteiligten Kreise ein klarer Überblick über den Stand des Kunststoffeinsatzes auf dem Arbeitsgebiet des Ausschusses gegeben werden. In einer weitgehend abgeschlossenen Entwicklung standen Igelite, Oppanole, Plexigumtypen, Buna und Perbunan in den verschiedensten Verarbeitungsformen zur Verfügung. Inzwischen trat das Suchen nach weiteren Einsatzmöglichkeiten für die neuen Werkstoffe als Aufgabe des Unterausschusses zurück gegenüber der von Industrie und Behörden immer stärker erhobenen Forderung nach Schaffung technischer Abnahme- und Güteprüfungen für das angelieferte und verarbeitete Material. Diese vordringliche Aufgabe wurde von einem Arbeitsausschuß des Unterausschusses in vier Sitzungen bearbeitet. Über das Ergebnis wird unten berichtet (Vortrag Dr. Esch).

Die weiteren Aufgaben des Unterausschusses ergeben sich zunächst aus dem Ausbau dieser Abnahme- und Güteprüfungsrichtlinien und ihrer Ausdehnung z. B. auch auf die Hilfsstoffe, wie Weichmacher. Zweitens werden neue Wege und Formen für den Einsatz der Kunststoffe aufzufinden sein. So wurden z. B. die Möglichkeiten zur Verarbeitung von Mipolam auf der Ademaschine weiter untersucht, und es wurde ein für die breitere Anwendung gangbarer Weg gefunden.

Weiterhin ist man verstärkt bemüht, den Einsatz von weichmacherfreien Kunststoff-Folien, z. B. der Igelit- und Cellulose-triacetatfolien, zu fördern. W. Fischer hat einen gangbaren Weg hierfür aufgezeigt und dadurch auch die übrige Industrie verstärkt veranlaßt, zum Teil bereits bekannte Verfahren für diesen Zweck einzusetzen. Es gelingt mit dem Folienbedeckungsverfahren, dünne Isolationsschichten von 10 bis 20 μ aufzubringen und so wertvolle Leitungen unter Anwendung geringster Kunststoffmengen herzustellen. Die Überprüfung der verfügbaren Folien auf ihre Einsatzmöglichkeiten bei diesem Verfahren stellt ein neues Betätigungsgebiet für den Unterausschuß dar. — Auf Wunsch einer Behörde ist auch das schwierige Gebiet der Klassifizierung und Nomenklatur der Kunststoffe im Tagungsprogramm berücksichtigt worden, ohne daß der Unterausschuß die Absicht verfolgt, die hiermit zusammenhängenden Fragen von sich aus zu bearbeiten.

Dr. W. Esch, Staatliches Materialprüfungsamt Berlin-Dahlem: Bericht über die Tätigkeit des Arbeitsausschusses.

Nach Abschluß der Arbeiten über Vinylchloridpolymerisate und -mischpolymerisate und Ausarbeitung geeigneter Prüfverfahren, die in die Vorschriften der Tafach Aufnahme gefunden haben¹⁾, wurden Untersuchungen über die Polyacrylate Plexigum BB und Plexigum D ausgeführt. Für Plexigum BB wurde ein Verfahren zur Viscositätsbestimmung festgelegt. Die Bestimmung der Asche erfolgt bei beiden Plexigumtypen ähnlich wie bei Igeliten als Sulfatasche. Die Bestimmung des Gewichtsverlustes erfolgt an zerkleinertem Material unter genau festgelegten Arbeitsbedingungen. Das gleiche gilt für die Bestimmung des pH-Wertes eines wäßrigen Auszuges.

Auch für Buna S, Buna SS und Perbunan wurden Analysenverfahren ausgearbeitet. Bei Buna S und SS wird der Acetonextrakt, bei Perbunan der Petrolätherextrakt bestimmt. Als Apparatur dient die in der Gummi-analyse übliche Extraktionsapparatur nach DIN DVM 3555.²⁾ Nach 8 h Extraktion und Eindampfen der Extrakte wird der Rückstand von Buna S bzw. Buna SS

bei 100°, von Perbunan bei 80°, getrocknet und gewogen. Die Asche wird ebenfalls als Sulfatasche bestimmt. Der N-Gehalt von Perbunan wird nach Kjeldahl bestimmt. Der Arbeitsausschuß hat für die genannten Prüfungen Grenzwerte festgelegt, die in die Tafach-Vorschriften Aufnahme fanden. — In Untersuchung befinden sich mechanische Prüfverfahren, die an Testmischungen bestimmter Zusammensetzung ausgeführt werden sollen, Viscositätsprüfverfahren sowie Prüfverfahren zur Ermittlung des Abbauverhaltens von Buna S und SS. Über ein vom Staatlichen Materialprüfungsamt ausgearbeitetes Verfahren für den letztgenannten Zweck wird unten berichtet (Vortrag Dr. Esch).

In der Aussprache betonte Nowak, daß es sich bei den Abnahmeverordnungen der Tafach zunächst um vorläufige Prüfungen handele, die die verarbeitende Industrie allerdings als verbindliche Richtlinien betrachte. Man sei jedoch bereit, diese Prüfverordnungen abzuändern, wenn es die Umstände erforderten, wie dies auch bereits mit den Mipolam-Vorschriften geschehen sei.

Dr.-Ing. H. Hofmeier, Berlin: Über Spannungerscheinungen in plastifizierten Igeliten.

Es wurden Untersuchungen an Drahtisolationen aus weichgemachten Igeliten ausgeführt. Zur Feststellung der Spannungen wurden die Längenänderungen messend verfolgt, die die vom Draht entfernten Isolationen beim Erwärmen erleiden. Es zeigte sich, daß die Spannungen, die in den Isolationen von der Herstellung auf der Spritzmaschine her enthalten sind, weitgehend beseitigt werden können, wenn man anschließend an den Spritzvorgang den isolierten Draht durch ein Heizrohr schickt. Zugleich mit der Entspannung wurde hierbei ein wesentlicher Anstieg der Zugfestigkeit und Bruchdehnung beobachtet. Es besteht aber kein unmittelbarer Zusammenhang zwischen den inneren Spannungen und den genannten mechanischen Werten, da bei etwa 80° entspannte Isolationen den Anstieg der mechanischen Werte nicht zeigten.

In der Aussprache teilte der Vortr. auf Anfrage noch mit, daß es sich bei den verwendeten Mischungen um eine handelsübliche, ziemlich weiche Mischung handelt, die im besonderen Hinblick auf Kälteschlagfestigkeit entwickelt worden war und deren Zerreißfestigkeit mit 100 kg/cm² verhältnismäßig niedrig lag.

Dr. W. Schröder, Berlin: Untersuchungen an Weichmachern für Igelite.

In die Abnahmeprüfungen für weichgemachte Igelitmassen geht der verwendete Weichmacher mit ein. Es ist daher zunächst von Interesse festzustellen, inwieweit Weichmacher diesen Vorschriften entsprechen. Darüber hinaus besitzen die Weichmacher weitere prüfenswerte Eigenschaften. Vor allem ist ihre Verträglichkeit mit den Werkstoffen des Kabel- und Leitungsbau zu ermitteln.

Die chemische Prüfung von Igelitmassen sieht eine Bestimmung des Chlorgehaltes vor. Da alle zur Zeit wichtigen Weichmacher für Igelite kein Chlor enthalten, erübrigt sich für diese eine Chlorbestimmung. Das gleiche gilt für die Aschebestimmung, da der Aschegehalt der Weichmacher überall Null oder praktisch Null ist. Auch das zur Prüfung der chemischen Stabilität ermittelte pH eines in der Hitze hergestellten wäßrigen Auszuges hält sich bei den meisten Weichmachern, da es i. allg. über 6 liegt, in den zulässigen Grenzen. Einzelne Werte fallen jedoch heraus; besonders stark sauer ist z. B. der Extrakt des Weichmachers 3626. Es besteht hier durchaus die Möglichkeit, daß der Weichmacher das pH einer Igelitmasse unter den zulässigen Grenzwert von 6,0 drückt. Die Gewinnung des Extraktes mit kochendem Wasser führt bereits zu Zersetzung- und Verseifungerscheinungen. Bei kalt gewonnenen Extrakten liegt das pH z. T. erheblich näher am Neutralpunkt. Die Bestimmung der thermischen Stabilität nach der modifizierten Methode von Abel ergibt bei Weichmachern z. T. schon bei Zimmertemperatur verhältnismäßig kurze Zersetzungzeiten. Das Fehlen von Salzsäure mindert zwar die Korrosionsgefahr, die Entstehung saurer Verbindungen muß aber trotzdem beachtet werden. — Die Abdampfverluste der Weichmacher schwanken je nach Zusammensetzung und Reinheit sehr erheblich.

Hinsichtlich des Einflusses von Al, Fe, Cu und Zn auf die Beständigkeit von Weichmachern ergab sich bei einer Untersuchung bei 100° während 4 Wochen, daß fast alle Weichmacher sich verfärbten. Mit Cu ergeben einige (Dikosol, Palatinol F und HS usw.) grünbraune Abscheidungen. Mit Zn ergaben z. B. alle Palatinole, Dikosol, Weichmacher ED 133 und ED 140 weiße bis gelbliche Abscheidungen. Dabei ergeben sich beträchtliche Verschiebungen in den Verseifungszahlen, die bei Al und Fe am größten sind und ausnahmslos zu einem Ansteigen der Verseifungszahlen führen, während Cu i. allg. keinen besonderen Einfluß ausübt und bei Zn anscheinend ein stabilisierender Einfluß auftritt, der indessen auch durch Überlagerung zweier verschiedener Prozesse vorgetäuscht sein kann. Ähnliche Ergebnisse zeigen die Säurezahlen und das pH. Die Beeinflussung der Leitfähigkeit wäßriger Extrakte der Weichmacher durch die Alterung mit Metallen ist sehr unterschiedlich. Al und Fe führen i. allg. zu geringeren, Zn und Cu teils zu geringeren,

¹⁾ Erscheint demnächst in Chem. Fabrik.