

kurzer Zeit von den Flecken nichts mehr zu sehen war. Statt Natronlauge kann auch Sodalösung verwendet werden, beide müssen 5 bis 10 proc. sein. Nach unseren Laboratoriumsversuchen genügt ein 1 Minute langes Kochen des Spiegelglases in 10 proc. Natronlauge, um den Fleck vollkommen zu entfernen.

Um nun zu verhindern, dass die Spiegelglastafeln beim Versilbern fleckig werden, ist es sehr empfehlenswerth, dieselben zuerst in 10 proc. Sodalösung 1 Minute lang zu kochen, mit Wasser sehr gut zu spülen und dann zu versilbern. Diese Behandlung kann, ohne dem Glanz der Glastafeln zu schaden und ohne ein Springen derselben befürchten zu müssen, dadurch ausgeführt werden, dass sie in einem Gitterkasten in die Sodalösung gestellt und diese allmählich auf 100° erhitzt wird. Nennenswerthe Kosten werden dadurch nicht entstehen.

Unter allen Versuchen, die wir im Laboratorium ausgeführt haben, ist die Behandlung der Spiegelscheiben mit Sodalösung die beste und empfehlenswerthe. Natronlauge ist im Stande, auch das schwerlösliche braune Schwefelsilber zu lösen. Wo aber dieser Bildung vorgebeugt werden soll, ist Sodalösung besser, weil es wohl Kieselsäure, Schwefel, Natriumsulfit u. s. w. löst, aber die eigentliche Glasfläche weit sicherer unangegriffen lässt, wie Natronlauge.

### Brennstoffe, Feuerungen.

Vorrichtung zum Aufgeben von Brennstoff bei Schachtöfen. Nach F. Kawalewski und L. du Pasquier (D.R.P. No. 55 801) setzt sich der Kanal *G* (Fig. 127) im Gewölbe des Schachtöfens in einen Fülltrichter *H* fort, in dessen Achse eine Stange *a* verschiebbar angebracht ist, welche oben eine Handkurbel *b* und unten einen den Kanal *G* verschliessenden Kolben *b'* trägt. Diese Stange wird durch einen Ring *c* gestützt, der mittels eines Gelenkes *d* mit einem Handhebel *e* verbunden ist, welcher an dem zur Führung der Stange *a* dienenden Bock drehbar gelagert ist. Soll Brennstoff aufgegeben werden, so wird durch Handhabung des Hebels *e* der Kolben *b'* gesenkt und dadurch dem im Kanal befindlichen Brennstoff der Zugang zum Schacht freigegeben. Zugleich wird durch Drehen des Kolbens der auf diesen niedergesunkene Brennstoff bis an die entfernteren Stellen

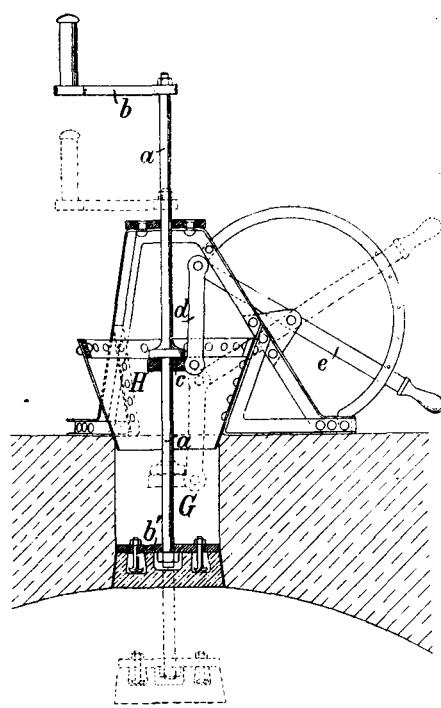


Fig. 127.

des Ofeneinsatzes geschleudert. Die Regelung erfolgt durch Heben und Senken des Kolbens in Verbindung mit schnellerem oder langsamem Drehen derselben.

### Hüttenwesen.

Beschickungsvorrichtung für Hochöfen u. dgl. Schachtöfen. Nach Solvay & Co. (D.R.P. No. 55 811) wird der bekannte stillstehende Kegel ersetzt durch einen unter der Einschicköffnung *D* (Fig. 128 und 129) um eine lotrechte Achse durch Getriebe *G* drehbaren Kegel *A*, dessen unterer Rand eine Schneckenlinie bildet.

Will man z. B. ein gleichförmiges Beschicken in ebener Schichte erzielen, d. h. so, dass jeder Punkt des zu bedeckenden Querschnittes das gleiche Verhältniss an Materialien erhält, so wird die Kegelbasis durch eine der Gleichung  $r = a \sqrt{e}$  entsprechende Spirale begrenzt, wobei  $r$  den von 0 bis zu einer Länge gleich der des Ofenschachtradius oder einer geringeren Länge wachsenden Radiusvector und  $\theta$  den zwischen diesem und dem Anfangsradius eingeschlossenen Winkel bedeutet. Jeder einem constanten Winkel im Centrum entsprechende Theil dieser Schneckenlinie erzeugt eine constante ringförmige Fläche. Die auf diesen Schneckenkegel *A* fallende Beschickung vertheilt sich dessen Umfang gemäss, und wenn der Kegel während des Einfallens der Beschickung eine volle Umdrehung macht, so wird die Beschickung als ebene Schichte gleichmässig über den Schachtquerschnitt vertheilt. Schüttet man ferner hinter einander verschiedene Materialien ein und lässt man

bei jeder Einschüttung den Kegel eine volle Umdrehung machen, so werden die verschiedenen Materialien in gleichförmigen ebenen Schichten über einander gelagert; wurden die verschiedenen Materialien aber vorher gut gemischt, so werden sie als solche Mischung in gleichförmiger Dicke über alle Punkte des Ofenschachtquerschnittes verteilt.

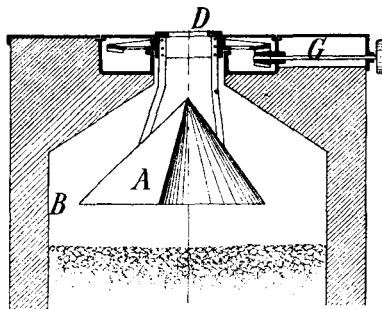


Fig. 128.

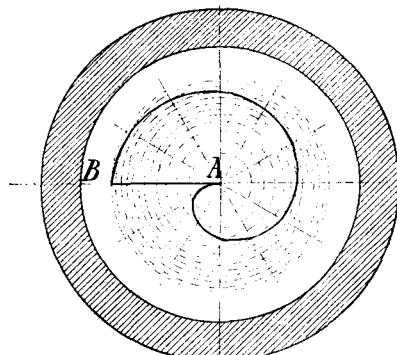


Fig. 129.

Durch entsprechende Änderung der Basiscurve des Kegels kann man einen Beschickungskegel erzeugen, der mehr Material am Umfang als in der Mitte, mehr in der Mitte als am Umfang oder sonst in einem bestimmten Orte aufhäuft. Die Beschickung im Ofen *B* bietet alsdann keine ebene Oberfläche mehr dar und kann man so theilweise Entmischung bez. Localisirung der Gemengtheile nach Belieben bewirken, z. B. mehr kleinere Theile an die Schachtwand bringen u. s. w.

Derselbe Grundgedanke lässt sich zur Vertheilung von Flüssigkeit z. B. im oberen Theile eines Scrubbers, Absorptionsthurmes o. dgl. verwerthen, indem man den Kegel durch ein von kleinen gleich grossen Löchern in gleichen Abständen durchbrochenes flaches Rohr ersetzt, welches in einer Schneckenlinie verläuft und in welches die zu vertheilende Flüssigkeit eingeleitet wird.

**Elektrischer Schmelzofen.** Nach The Electric Construction Corporation (D.R.P. No. 55700) ist der Ofenschacht *F* (Fig. 130 und 131) mit Einschütttrichter *a*, Doppelschieber *A* und Füllschnecke *B* versehen. In den Schmelzraum ragen von

beiden Seiten her die Elektroden *c*<sup>1</sup> herein; dieselben sind als Kohlencylinder angenommen und in metallenen Hülsen *c* befestigt, welche durch Leitungsdrähte *d* mit den betreffenden Polklemmen der Dynamomaschine *D* verbunden sind. Die zur Vermittelung der Herstellung des Stromkreises dienenden dünnen Kohlen- oder Metallstangen *c*<sup>2</sup> können durch besondere Löcher in mit den Hülsen *c* elek-

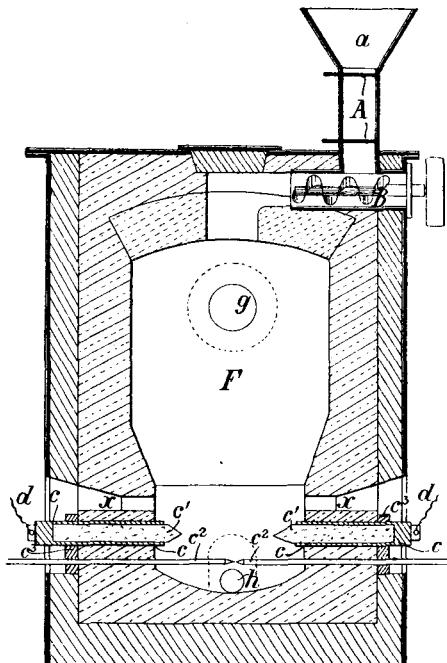


Fig. 130.

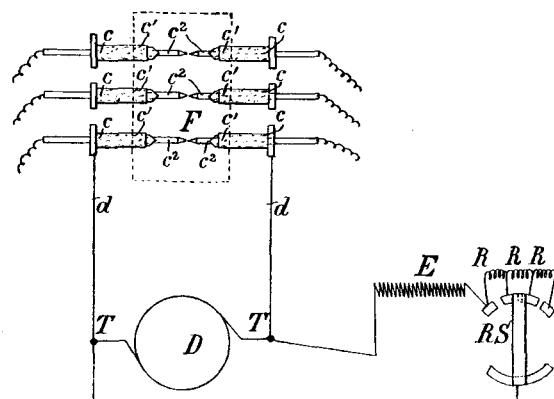


Fig. 131.

trisch verbundenen Leitern oder durch Kanäle in den eigentlichen Elektroden *c*<sup>1</sup> entweder nur von einer Seite her bis an die gegenüberliegende Elektrode heran, oder bis zum gegenseitigen Zusammentreffen von beiden Ofenseiten her in den Schmelzraum herein geschoben werden (s. Fig. 131).

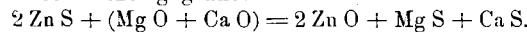
Entwickelte Gase und Dämpfe ziehen im oberen Schachttheil bei *g* ab, die Schlacke wird bei *h* abgelassen; *x* sind mit Thonpropfen oder durch Verschmieren mit Thon

zu schliessende Arbeitslöcher. Zur Regelung der Stromstärke ist im Beispiel Fig. 131 mit dem Erregungsstromkreis *E* der Dynamomaschine *D* mittels selbstthätige Verstellung erfahrenden Schalthebels *R S* eine Widerstandsreihe *R* verbunden.

Um die entwickelte Wärme gleichmässig zu vertheilen, kann man den unteren Ofentheil mit geschmolzenem Metall oder mit einem geeigneten leitenden Bade gefüllt halten. Auch kann man beim Beschicken den Raum zwischen den Elektroden mit Koksstücken ausfüllen, die dann in's Glühen gerathen. Um den Abbrand der Elektroden, wenn aus Kohle bestehend, auszugleichen, kann man durch die Löcher *x* hindurch die Elektrodenenden mit Kohlenpulver bestreuen.

Den Altendorf-Bernhauer Blei- und Silberbergbau bespricht A. Artl (Österr. Zft. Bergh. 1891 S. 155). 100 hk Roherz gaben beim Verhüten 74 hk Blei und 3 k Silber.

Zum Entschwefeln roher Zinkblende wird dieselbe nach W. Minor (D.R.P. No. 56307) mit geglühtem, dolomithaltigem Galmei oder mit Dolomit u. dgl. gemischt und gegläut:



Bei Anwendung eines anderen Oxyds der alkalischen Erden verläuft die Reaction in entsprechender Weise. Die gegläutete Masse wird sodann 2 bis 3 Mal mit heissem Wasser behandelt, wodurch die Schwefelverbindungen der alkalischen Erden in Lösung gehen, während die in dem betreffenden Erz enthaltenen Metalle als Oxyde ungelöst zurückbleiben.

**Elektrolytische Zinkgewinnung.** Nach G. Nahnse (D.R.P. No. 56700) sind die erforderlichen Stromdichten abhängig von der Temperatur der Elektrolyten. Der Zinkniederschlag ist bei einer:

Stromdichte Amp./qm	und bei einer Temperatur von			
	0°	10°	20°	30°
10	fest	schwammig beginnend	schwammig	schwammig
50	fest	schwammig	schwammig beginnend	schwammig
100	fest	fest	schwammig	schwammig beginnend
150	fest	fest	fest	schwammig
200	fest	fest	fest	fest

Will man also mit einer Stromdichte von 100 Amp./qm arbeiten, so muss man gleichzeitig die Temperatur des Elektrolyten auf unter 20° halten. Es empfiehlt sich jedoch im Grossbetrieb, um an elektrischer Arbeit zu sparen, mit einer Stromdichte von 50 Amp. und darunter zu arbeiten und

demgemäß den Elektrolyten dauernd und gleichmässig kühl zu erhalten. Für geringe Stromdichten bei elektrolytischer Scheidung von Legirungen, bei der Verarbeitung von Zinkschaum u. dgl. ist Abkühlung mit Eismaschinen erforderlich.

Zur Bestimmung des Mangans im Eisen und Stahl werden nach L. Rürup 6 g der Probe gelöst, oxydiert, mit schwefelsaurem Natrium versetzt, zum Liter aufgefüllt, durch zwei Faltenfilter filtrirt; vom Filtrate werden 500 cc mit Zinkoxyd versetzt und mit Chamäleon titriert. L. Blum (Zft. anal. 1891 S. 210) verwirft dieses Verfahren als unbrauchbar.

Zur Bestimmung des Phosphors im Roheisen wird nach E. E. Metz (Zft. anal. 1891 S. 200) das Gewicht des Niederschlages auf densimetrischem Wege nach folgender Gleichung gefunden:

$$x = \frac{S}{S-s} (G - g),$$

worin S das specifische Gewicht des betreffenden Niederschlages, s das specifische Gewicht der Lösung, in welcher sich der Niederschlag befindet, G das Gewicht des Pyknometers sammt Lösung und Niederschlag, g das Gewicht des Pyknometers mit der Lösung allein gefüllt und x das zu suchende Gewicht des Niederschlages darstellt.

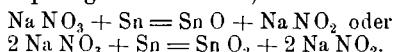
Als specifisches Gewicht für Ammoniumphosphordodekamolybdat fand er im Mittel von 4 Bestimmungen 3,252.

Zur Ausführung der Bestimmung gibt man 50 cc Eisenlösung (entspr. 0,5 g der Probe) in einen Scheidetrichter, dessen getheiltes Rohr einen Glashahn hat, setzt 20 cc concentrirtes Ammoniak hinzu, dann tropfenweise concentrirte Salpetersäure, bis der entstandene Niederschlag bei gehörigem Umschwenken sich wieder gelöst hat. Dadurch nimmt die Flüssigkeit eine Temperatur an, welche die schnelle Ausfällung des

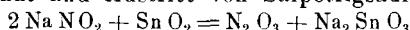
Phosphors begünstigt. Das geschieht durch Zusatz von 100 cc gewöhnlicher, auf etwa 60° erhitze Molybdänlösung und tüchtiges Umschütteln der Lösung. Dann lässt man absitzen und füllt ein Pyknometer von bekanntem Inhalt mit der über dem Niederschlage stehenden Flüssigkeit, nachdem man

vorher einige Mal mit derselben Flüssigkeit ausgespült hat, trocknet vorsichtig ab und wägt. Hierdurch findet man das specifische Gewicht der über dem Niederschlage stehenden Lösung oder die Werthe  $s$  und  $g$  der oben stehenden Gleichung. Man entleert nun das Pyknometer und füllt, ohne es vorher auszuspülen, durch Öffnen des Hahnes den Niederschlag sammt einer genügenden Menge Lösung hinein. Das vorsichtig abgetrocknete Pyknometer wird gewogen, woraus sich der Werth  $G$  ergibt. Aus den gefundenen Angaben lässt sich nun das wirkliche Gewicht des Niederschlages nach der oben aufgestellten Gleichung berechnen, aus welchem man durch Multiplication mit dem Factor 1,73 den gesuchten Phosphorgehalt findet.

**Entzinnen von Weissblechabfällen.** Wird nach Bertsch & Harmsen (D.R.P. No. 56713) Zinn mit salpetersauren Alkalien geschmolzen, so entsteht je nach der Höhe der Temperatur Zinnoxydul oder Zinnoxyd und salpetrigsaures Alkali, z. B.



Die letztere Reaction verläuft bei dunkler Rothglühhitze unter Bildung von Natriumstannat und Austritt von Salpetrigsäure:



weshalb es sich empfiehlt, die Schmelze bei möglichst niedriger Temperatur (etwa 400°) zu leiten.

Man erhitzt in einem halbkugelförmigen, mit einem Ablaufstutzen versehenen Kessel von etwa 8 hl Inhalt 500 k Chilisalpeter zum Schmelzen und taucht, sobald die Masse vollständig dünnflüssig geworden ist, einen aus Flacheisen genieteten Korb, dessen Form sich der des Kessels anpasst und in dem sich die Weissblechabfälle befinden, in die Schmelze ein; dieser Korb wird durch eine geeignete Vorrichtung beständig auf- und abbewegt. Sobald das Zinn vollständig oxydirt ist, zieht man den Korb auf und schüttet den Inhalt in einen liegenden eisernen Kessel von 9 cbm Inhalt, in dem sich 10 hl Wasser befinden. Man bringt nun eine neue Menge Weissblechabfälle in den Kessel und wiederholt dieses, bis der Salpeter völlig in Nitrit übergegangen ist. Alsdann wird der Inhalt des Kessels ebenfalls in den Cylinder entleert, das Wasser durch eingeleiteten Dampf in's Sieden gebracht, die Trommel verschlossen und nun in langsam drehende Bewegung versetzt. Hierbei löst sich das Gemisch der Zinnoxyde vollständig vom Eisen. Die Lösung des salpetrigsauren Natrons wird von den Zinnoxyden abfiltrirt und zur Krystallisation eingedampft. Die Abfälle werden alsdann

nochmals mit Wasser durchgerührt, die hierbei erhaltene, sehr leichte Lauge dient zum Aufschliessen neuer Schmelzen. Das Gemisch der Zinnoxyde wird in einem Schachtofen mit Kohle zu metallischem Zinn reducirt.

Folgendes Verfahren wird empfohlen für die Entzinnung fest auf einander liegender Abfälle, welche beim Entzinnen im Korbe nicht genügend mit dem Salpeter in Berührung kommen. Ein in einer Feuerung liegender, drehbarer gusseiserner Cylinder von 50 hl Inhalt wird mit Weissblechabfällen bis zur Hälfte gefüllt und auf je 100 k derselben 20 k Chilisalpeter hinzugegeben. Nunmehr wird stark angefeuert und die Füllung auf die Weise gerührt, dass der mit Zahnradantrieb versehene Kessel gedreht wird, während ein an der wagrechten Welle befestigtes Rührwerk sich in entgegengesetzter Richtung bewegt. Sobald das Zinn vollständig oxydirt ist, bringt man auf 100 k Salpeter 2 hl Wasser in den Kessel, rübrt gut um und verarbeitet die Schmelze, wie oben beschrieben. Die etwa 50 Proc. Nitrit und 50 Proc. Salpeter enthaltende Lösung wird zur Trockne eingedampft. Das hier erhaltene Salzgemenge dient zum Entzinnen neuer Weissblechabfälle.

### Unorganische Stoffe.

Den Siedepunkt des Schwefels bestimmte H. Callendar und E. H. Griffiths (Chem. N. 63 S. 1) mittels Luftthermometers zu 444,5°.

Das Verfahren zur Darstellung von Chromaten bez. Bichromaten von J. Massignon und E. Watel (D.R.P. No. 56217) besteht darin, dass man das gepulverte Chromerz mit kohlensaurem Kalk, bez. unter Beigabe von gebranntem Kalk oder mit Kalk und Chlorcalciumlauge zusammenmischt, die Mischung im Ofen bei der Reductionstemperatur des kohlensauren Kalkes zur Zersetzung des letzteren brennt, darauf die Oxydation bei niedriger Temperatur sich vollziehen lässt, auslaugt und zur Darstellung von Alkalichromaten den das Calciumchromat enthaltenden Rückstand mit einer Lösung von schwefelsaurem oder kohlensaurem Alkali umsetzt.

Zur Darstellung von Magnesiumoxychlorid für die Chlorgewinnung wird nach F. M. Lyte und J. G. Tatters (D.R.P. No. 56454) gebräunte Magnesia angefeuchtet und zu Ballen oder Blöcken geformt, welche sich nach einigem Stehen namentlich an einer feuchten Stelle in harte

zusammenhängende Körper umwandeln. Wenn man diese erhitzt, so werden sie wasserfrei und sehr aufsaugfähig. Die Porosität dieser Körper kann noch dadurch sehr gesteigert werden, dass man der Magnesia Kleie, Sägemehl, Stärke, Mehl, gepulverte Lohe o. dgl. zusimst.

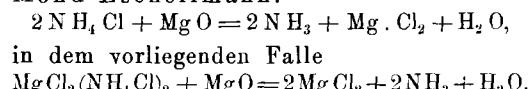
Wasserfreies Magnesiumchlorid kann dargestellt werden, indem man Ammoniummagnesiumchlorid zur Trockene eindampft, es bis zum wasserfreien Zustande erhitzt und dann die Erhitzung fortsetzt, bis das Doppelsalz unter Verflüchtigung des Ammoniumchlorids in wasserfreies Magnesiumchlorid umgewandelt ist. Dieses wasserfreie Magnesiumchlorid wird geschmolzen, und die Magnesiablöcke in die geschmolzene Masse gethan, oder das geschmolzene Salz wird in irgend einer anderen geeigneten Weise mit den Blöcken zusammengebracht, worauf das Chlorid mit Begierde von der geballten porösen Magnesia aufgenommen wird und mit dieser Magnesioxychlorid bildet.

Eine Abart des Verfahrens besteht darin, dass man das trockene Ammoniummagnesiumchlorid pulvert, mit ungefähr  $\frac{3}{15}$  seines Gewichtes gepulverte trockener Magnesia mischt und dann bis ungefähr zum Schmelzpunkt des wasserfreien Magnesiumchlorids erhitzt, worauf Ammoniak ausgetrieben wird. Die Erhitzung darf ungefähr  $300^{\circ}$  nicht übersteigen. Sie muss sehr allmählich erfolgen, weil sonst unzersetztes Ammoniumchlorid oder freie Chlorwasserstoffsäure entweichen und dies einen Verlust von Chlor zur Folge haben würde.

Bei diesem Verfahren werden Chlorwasserstoffsäure und Ammoniak von einander geschieden; letzteres geht zuerst ab, und dann wird bei vorsichtigem stärkeren Erhitzen die Chlorwasserstoffsäure gespalten und bildet Magnesiumchlorid und Wasser. Letzteres entweicht langsam, theils als solches, theils als Chlorwasserstoffsäure. Auf diese Weise wird nicht nur das ursprünglich in dem Doppelsalz enthaltene Magnesiumchlorid, sondern auch noch ebenso viel aus der Verbindung der Magnesia mit der in dem Ammoniumchlorid enthaltenen Chlorwasserstoffsäure erhalten. Die erhaltene Masse hat dann fast die Zusammensetzung eines Magnesioxychlorids  $MgCl_2 \cdot MgO$ , welches ein wenig Magnesia mehr enthält, wie dieses.

Von dem Mond-Eschellmann'schen Verfahren unterscheidet sich das vorbeschriebene wesentlich dadurch, dass bei jenem Ammoniumchlorid, bei diesem aber ein Doppelsalz, Magnesiumammoniumchlorid

angewendet wird. Die Reactionen sind bei Mond-Eschellmann:



Apparat zur Concentrirung von Schwefelsäure von C. Negrier (Engl. P. 1890 No. 14022.) Die Säure läuft durch die Heber  $a'$  (Fig. 132 u. 133) aus dem Behälter  $a$  auf die Platte  $b$  und von dort durch die Röhre  $b'$  in die Concentrationsschalen  $C$ .

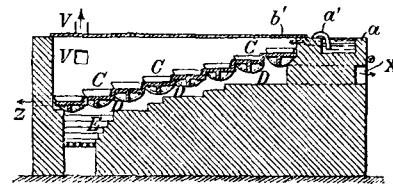


Fig. 132.

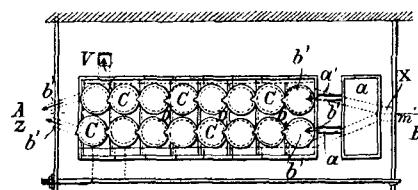


Fig. 133.

Die Schalen sind paarweise so angeordnet, dass jedes folgende Paar tiefer als das vorhergehende liegt. Die Schalen sind aus Porzellan und ruhen auf Asbestpappe, umgeben von Sand in durchbrochenen Eisen-schalen  $D$ . Die Feuerung ist bei  $E$  angebracht, sodass die stärkst concentrirte Säure auch mit der grössten Hitze in Berührung kommt. Die Säure verlässt bei  $Z$ , die Verbrennungsgase bei  $H$  den Ofen. Die Dämpfe des Ofens werden bei  $V$  abgezogen.

### Organische Verbindungen.

Das Verfahren zur Darstellung einer Naphtosulfondisulfosäure von H. Koch (D.R.P. No. 56058) besteht darin, dass man die Naphtalintrisulfosäure des Patentes No. 38281 nitriert, die Nitroverbindung reducirt und aus der so erhaltenen neuen Naphtylamintrisulfosäure durch Überführung in die Diazoverbindung und Kochen derselben mit angesäuertem Wasser bis zum Aufhören der Stickstoffentwicklung die Naphtosulfondisulfosäure erzeugt.

Die Trennung der im Handels-Xyldin enthaltenen Isomeren geschieht nach E. Börnstein und S. Kleemann (D.R.P. No. 56322) dadurch, dass man das käufliche Xyldin mit Schwefigsäure

sättigt und a) aus der von dem ausgeschiedenen Krystallbrei getrennten Lauge das reine p-Xyldin durch kurzes Aufkochen mit Wasser gewinnt, b) aus dem krystallisierten Antheil nach dem Erwärmen mit Wasser und Zusatz einer stärkeren Mineralsäure zu dem abgeschiedenen Öl das Salz des m-Xyldins abtrennt.

Die Darstellung einer Disulfosäure der  $\alpha$ -Oxynaphtoësäure geschieht nach P. Seidler (D.R.P. No. 56328) dadurch, dass  $\alpha$ -Oxynaphtoësäure bei  $130^{\circ}$  nicht übersteigenden Temperaturen mit rauchender Schwefelsäure behandelt wird.

Anthranilsäure erhält die Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 55988) durch Einwirkung von Chlor oder Brom oder von unterchlorig- oder unterbromigsauren Salzen auf Phtalimid oder Phtalaminsäure bei Gegenwart von Wasser und einem Überschuss an fixen Alkalien oder Erdalkalien.

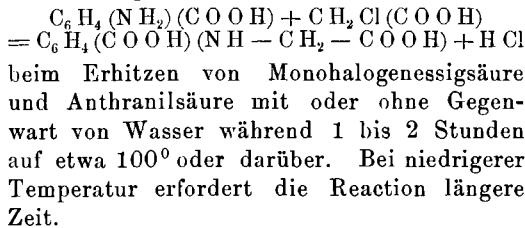
### Farbstoffe.

Darstellung von künstlichem Indigo. Nach Angabe der Badischen Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 56273) lässt sich durch Einwirkung von Monohalogenessigsäure auf o-Amidobenzoësäure (Anthranilsäure) eine Phenylglycin-o-carbonsäure von der Zusammensetzung



darstellen, welche beim Erhitzen ihrer Salze mit Alkalien oder alkalischen Erden in eine Verbindung übergeht, die bei der Oxydation Indigo liefert.

Die Bildung der Phenylglycin-o-carbonsäure erfolgt nach der Gleichung:



Zweckmässig werden 6,8 Th. Anthranilsäure und 4,7 Th. Monochloressigsäure mit 50 Th. Wasser 2 Stunden am Rückflusskühler gekocht. Die entstandene Säure scheidet sich bei mehrstündigem Stehen der erkalteten Lösung körnigkrystallinisch aus. Sie wird von der Mutterlauge getrennt, abgeschleudert und getrocknet. Durch Eindampfen der Mutterlauge gewinnt man die in Lösung gebliebene Säure. Die Phenyl-

glycin-o-carbonsäure stellt, aus Wasser umkrystallisiert, ein gelbliches, krystallinisches, bei ungefähr  $198^{\circ}$  unter Zersetzung schmelzendes Pulver dar. Ihre alkoholische Lösung fluorescirt stark blau. In kaltem Wasser ist sie nur schwer löslich.

Erhitzt man die neue Säure oder ein Salz derselben mit überschüssigem Kalkhydrat oder Baryhydrat oder Ätzalkali auf Temperaturen über  $200^{\circ}$ , so bildet sich eine Leukoverbindung, deren alkalische Lösung an der Luft Indigo abscheidet; in saurer Lösung liefert sie durch Zusatz von Eisenchlorid oder einem anderen der gebräuchlichen Oxydationsmittel ebenfalls Indigo. 1 Th. Phenylglycin-o-carbonsäure wird mit 3 Th. Ätzalkali und 1 Th. Wasser in einem Kessel unter Röhren geschmolzen. Bei etwa  $200^{\circ}$  beginnt die Masse sich gelb zu färben. Man erhitzt nun weiter, bis die Intensität der Färbung nicht mehr zunimmt und die Masse leichtflüssig geworden ist. Hierauf trägt man die Schmelze in etwa 200 Th. Wasser ein und leitet in die entstandene Lösung so lange einen Luftstrom, als sich noch Indigo abscheidet. Letzterer wird dann auf ein Filter gebracht, ausgewaschen und getrocknet. Statt Luft einzuleiten, kann man auch in der Art verfahren, dass man z. B. die Lösung der Schmelze mit Salzsäure ansäuert und dann so lange Eisenchloridlösung zusetzt, als noch ein Niederschlag von Indigo erfolgt.

Bei Verwendung von Erdalkalien statt Kali- oder Natronhydrat kommt die Masse nicht zum Schmelzen, im übrigen ist das Verfahren das gleiche.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung von Indigo, darin bestehend, dass man:

1. durch Erhitzen von Monochloressigsäure mit Anthranilsäure auf etwa  $100^{\circ}$  oder darüber Phenylglycin-o-carbonsäure erzeugt,
2. die Phenylglycin-o-carbonsäure oder ein Salz derselben mit Alkalien oder Erdalkalien auf Temperaturen über  $200^{\circ}$  erhitzt und die entstandene Leukoverbindung in alkalischer Lösung durch den Sauerstoff der atmosphärischen Luft oder in saurer Lösung durch Eisenchlorid oder ein anderes der gebräuchlichen Oxydationsmittel oxydiert.

Roher Farbstoff aus der Gruppe des Bernsteinsäure-Rhodamins der Gesellschaft für chemische Industrie in Basel (D.R.P. No. 54997) färbt Baumwolle und Seide schön rosa.

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Herstellung rother Farbstoffe aus der Gruppe des Bernsteinsäure-Rhodamins, darin bestehend, dass in dem Verfahren des Patentes No. 56293 an Stelle des dort verwendeten Fluoresceins das Resoreinsucinein mit Dimethylamin auf Temperaturen von 150 bis  $210^{\circ}$  erhitzt wird.

**Rothe basische Farbstoffe aus Fluorescein von L. Casella & Cp. (D.R.P. No. 56293).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung eines rothen basischen Phtaleinfarbstoffes (Dimethyl-Rhodaminol) und von Tetramethyl-Rhodamin durch Erhitzen von Fluorescein bez. Fluoresceinmethylether mit Dimethylamin auf Temperaturen von 140 bis 220°.

**Darstellung eines wasserlöslichen napthalinhaltigen Indulins der Badischen Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 56112).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung eines wasserlöslichen Indulins, darin bestehend, dass man die durch Einwirkung der Diazoverbindung des Anilins, des p-Phenylen-diamins oder des Acet-p-phenylen-diamins auf 1. 5-Naphylendiamin gewonnenen Azokörper entweder als Chlorhydrate mit p-Phenylen-diamin oder als Basen mit p-Phenylen-diamin unter Zusatz von Benzösäure oder p-Phenylen-diamin-chlorhydrat bei Temperaturen von 120 bis 170° verschmilzt.

**Zur Darstellung eines rothvioletten Farbstoffes erwärmt das Farbwerk Griesheim W. Noetzel & Cp. (D.R.P. No. 55 532) 50 Th. o-Toluidin mit 30 Th. Salzsäure (20° B.) auf dem Wasserbade bis 90° und setzt dann langsam unter beständigem Umrühren 40 Th. salzaures Nitrosodimethyl-anilin zu; es findet unter heftiger Reaction die Farbstoffbildung statt. Man erwärmt nun bis zur beendigten Reaction noch 3 Stunden; nach dem Erkalten löst man die inzwischen fest gewordene Schmelze in heissem säurehaltigen Wasser auf, fällt den Farbstoff mit Kochsalz, filtrirt und reinigt ihn durch Umlösen. Er bildet ein braunes Pulver, das sich leicht in heissem Wasser mit rothvioletter Farbe auflöst, und färbt sowohl mit Brechweinstein und Tannin vorgebeizte Baumwolle, als auch Wolle und Seide in neutralem Bade und ungebeizte Baumwolle unter Zusatz von Kochsalz rothviolett.**

**Patent-Anspruch:** Darstellung eines rothvioletten Farbstoffes durch Einwirkung von je 1 Mol. salzaurem Nitrosodimethyl-anilin auf je 2 Mol. o-Toluidin in der Wärme bei Gegenwart von überschüssiger Salzsäure.

**Zur Indigosynthese macht L. Lederer (J. pr. Ch. 43 S. 303) Bemerkungen gegen Heumann.**

**Neue Farbstoffe der Antrachinonreihe von den Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cp. werden von R. E. Schmidt (J. pr. Ch. 43 S. 237) und L. Gattermann (das. S. 246) besprochen.**

Indulingruppe untersuchten O. Fischer und E. Hepp (Lieb. Ann. 262 S. 237), besonders die Rosinduline, Chinonanilide und Azophenine, Benzolinduline und Indazin.

**Darstellung von Farbstoffen aus der Gruppe des m-Amidophenolphthaläins, Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 56018).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung von Tetramethyl- bez. Tetraäthylbenzorhodamin, darin bestehend, dass 1 Mol. Benzotrichlorid mit 2 Mol. Dimethyl- bez. Diäthyl-m-amidophenol bei Ausschluss oder in Gegenwart von Condensationsmitteln condensirt wird.

**Azofarbstoffe aus Thiometaxylidin nach Dahl & Cp. (D.R.P. No. 56651).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung von rothen und bordeauxfarbenen Azofarbstoffen durch Combination des in Alkohol leicht löslichen geschweifelten Xylylins (Thioxylidin A) mit  $\beta$ -Naphtol- $\alpha$ - und  $\beta$ -monosulfosäure,  $\beta$ -Naphtol- $\alpha$ - und  $\beta$ -disulfosäure und Naphthionsäure.

**Blaue Azofarbstoffe der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 56500).**

**Patent-Anspruch:** Nenerung in dem durch Patent No. 46134 geschützten Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen, darin bestehend, dass man:

a) die Äther des Tetrazomonoxydiphenyls bez. des Tetrazomonoxyphenyltolyls statt auf die dort genannten Phenolsulfosäuren auf diejenigen Dioxynaphthalinsulfosäuren einwirken lässt, welche sich aus der  $\beta$ -Napholdisulfosäure R, der  $\beta$ -Naphtol-disulfosäure G des Patents No. 3229, ferner der  $\beta$ -Napholdisulfosäure F des Patents No. 44079 und der Schöllkopf'schen  $\alpha$ -Napholdisulfosäure S des Patents No. 40571 durch Verschmelzen mit Alkali bilden lassen;

b) die Äther des Tetrazomonoxydiphenyls bez. des Tetrazomonoxyphenyltolyls (1 Mol.) auf 1 Mol. jener unter a) erwähnten Dioxynaphthalinsulfosäuren zur Darstellung von Zwischenproducten einwirken lässt und diese mit 1 Mol. einer anderen Dioxynaphthalinmonosulfosäure combinirt.

**Gemischte Diazofarbstoffe erhalten dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 55798) aus Benzidin bez. Tolidin und o-Oxy-p-toluylsäure.**

**Gelber Farbstoff aus der Diazoverbindung der Dehydrothio-p-toluidinsulfosäure nach J. R. Geigy & Cp. (D.R.P. No. 56593).**

**Patent-Anspruch:** Verfahren zur Darstellung eines gelben, ungebeizte Baumwolle färbenden Farbstoffes, darin bestehend, dass man statt der im Haupt-Patente No. 53666 angegebenen Diazoverbindung des Primulins die Diazoverbindung der

Dehydrothio-p-toluidinsulfosäure auf Ammoniak einwirken lässt.

Wasserlöslicher blauer Farbstoff aus Gallocyanin nach Kern & Sandoz (D.R.P. No. 55942).

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung eines wasserlöslichen blauen Farbstoffes durch Behandeln der durch Einwirkung von Anilin auf Gallocyanin entstehenden Verbindung mit Schwefelsäure und Überführen der gewonnenen Sulfosäure in deren Salze.

Rother Farbstoff aus Fluorescein der Société anonyme des matières colorantes et produits chimiques de St. Denis (D.R.P. No. 56506).

*Patent-Anspruch:* Darstellung eines lachsrothen Farbstoffes durch Behandeln von Fluorescein mit Ammoniak und nachträgliche Einwirkung von Bromäthyl auf das gebildete Zwischenprodukt.

Verfahren zur Darstellung von Disazofarbstoffen des Azoxyanilins und seiner Homologen derselben Société (D. R. P. No. 56456).

*Patent-Anspruch:* Verfahren zur Darstellung von Disazofarbstoffen des Azoxyanilins und seiner Homologen durch Paarung der Diazoverbindungen von p-Nitranilin mit  $\alpha$ -Naphtol- $\alpha$ -sulfosäure (der Naphtylaminsulfosäure von Piria entsprechend) oder mit  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure (R-Salz), von m-Nitranilin, der Nitro-o-toluidine (Schmp. 107° bez. 127°), von Nitro-p-toluidin (Schmp. 78°) oder von Nitroxylidin (Schmp. 123°) mit der oben genannten  $\alpha$ -Naphtol- $\alpha$ -sulfosäure, und Reduktion der auf diese Weise dargestellten nitrierten Azofarbstoffe mittels Zinkstaub, arseniger Säure, Traubenzucker, Formaldehyd, Zinn oder Zinnoxydul in alkalischer Flüssigkeit.

### Nahrungs- und Genussmittel.

**Butteruntersuchung.** Nach den zahlreichen Untersuchungen von M. Schrodt und O. Heuzold (Landw. Vers. 38 S. 349) ergaben sich für Butterfett folgende Grenzen:

Flüchtige Fettsäuren	23,66	bis	34,02 cc
Unlös. Fettsäuren	85,63	-	89,76 Proc.
Jodzahl	28,57	-	42,88
Brechungsexponent	1,4580	-	1,4615

Die Analysen führten zu folgenden Schlussfolgerungen:

Der Gehalt des Butterfettes an flüchtigen und an unlöslichen Fettsäuren, sowie an Olein, ist von dem Stande der Lactationszeit abhängig. Nach dem Kalben behält der Gehalt an flüchtigen Fettsäuren ungefähr 2 Monate lang seinen höchsten Stand, um dann mit dem Vorrücken der Lactationszeit eine allmähliche Abnahme zu erleiden. Der Gehalt an Olein erfährt dagegen eine allmähliche Steigerung. In der Altmilchperiode ist der Gehalt an unlöslichen Fettsäuren ein höherer, als in der Frischmilchperiode. Der Brechungsexponent des Butterfettes unterliegt nur geringen Schwankungen, die anscheinend weder durch den Stand der

Lactationsperiode, noch durch die Fütterung hervorgerufen sind.

Ein durch die Individualität bedingter Einfluss auf die Zusammensetzung des Butterfettes machte sich nur in der Weise bemerkbar, dass das Butterfett einer Kuh grössere Schwankungen in dem Gehalte an flüchtigen Fettsäuren und Olein, sowie in der Grösse des Brechungsexponenten aufwies, als es bei dem von mehreren Kühen stammenden Butterfett der Fall war.

Die durch winterliche Stallfütterung und sommerlichen Weidegang bewirkte Ernährung der Milchkühe hatte keinen Anteil an den Veränderungen in der Zusammensetzung des Butterfettes.

### Faserstoffe, Färberei.

Die verschiedenen Ansprüche an die Echtheit der Baumwollfärbungen bespricht E. Weiler (Färberzg. 1890/91 S. 114 und 127). Die Prüfung auf Reibechtheit erfolgt durch Reiben mit der Hand auf weissem Papier oder Baumwollstoff. Zur Prüfung auf Schweißechtheit wird die Probe in 0,2 proc. Essig gelegt und zwischen Pergamentpapier getrocknet; die Behandlung wird mehrfach wiederholt.

Chlor- oder Bleichechtheit wird von Farben gefordert, welche zu bunten, im Stück zu bleichenden Tisch- und Tücherzeugen Verwendung finden und haben solche Farben demnach den verschiedenen Arbeiten des Chlor-Bleichprocesses Widerstand zu leisten.

Das Auskochen ist für Farben, die nicht schon durch heisses Wasser zerstört oder der Faser ganz oder theilweise entzogen werden, nicht nur unschädlich, sondern sogar vortheilhaft, weil Dämpfen stets die Verbindung mit der Faser festigt. Dagegen ist Chlorkalk für die Mehrzahl der Farben sehr gefährlich. Derselbe hat die Bestimmung, der Faser die ihr von Natur aus anhaftenden gelblich-braunen Farbstoffe zu entziehen. Da für ihn ein Unterschied zwischen Natur- und Kunstfarben nicht besteht, so dehnt er seine Wirksamkeit auch auf letztere aus und dem vermögen nur wenige zu widerstehen.

Das jetzt folgende Salzsäurebad, womit der Kalk aus dem Gewebe entfernt wird, ist in der angewandten Verdünnung für die meisten Farben unschädlich, in erster Linie für solche, welche das Chlorbad schadlos ausgehalten haben. Hingegen ist es nicht ohne Einfluss auf durch Chlor angegriffene Farben. Die durch letztere gelockerten Verbindungen zwischen Faser und Lack widerstehen auch dieser schwachen Säure nicht mehr. Viele Farben verschwinden hierin vollständig. Das den Bleichprocess beschliessende Seifen hat die Bestimmung, die Faser wieder geschmeidig zu machen. Da hierzu nur Marseiller- oder

Talgkernseife verwendet wird; ist ein nachtheiliger Einfluss ausgeschlossen.

Die Zahl der chlorbeständigen Farben ist eine sehr geringe. Ausser Küpenblau und Türkischroth gehörten bisher noch die Eisenoxydfarben, also Eisenchamois bis Rostbraun und die mittels Thouerde-Eisen erzeugten Alizarintöne, wie Ostindischviolett und Ostindischrothbraun. Ganz unverändert gehen aber auch diese nicht aus der Behandlung hervor. Sie werden alle unter Beibehaltung des Tones einige Scheine heller.

Die Prüfung auf Bleichechtheit erfolgt durch Behandeln der Proben in Chlorkalk und Salzsäure. Doch ist auch vorheriges Auskochen zu empfehlen, weil jetzt vielfach Küpenblau und Türkischroth mit Benzidinfarben unter- oder überfärbt werden. Wenn solche auch im Chlorbad verschwinden, so ist es doch eine Täuschung, durch welche die Farbe heller ausfällt, als zu erwarten war. Das gefärbte Garn wird mit gleicher Menge weissem Garn zu einem Zopf verflochten und dieser  $\frac{1}{2}$  bis 1 Stunde mit Wasser gekocht. Benzidinfarben machen sich hierin durch Bluten bemerkbar. Dann stellt man das Muster  $1\frac{1}{2}$  bis 2 Stunden auf ein klares, kaltes Chlorkalkbad von  $20^{\circ}$  B., spült gut und bringt es in verdünnte Salzsäure (auf 1 l Wasser 3 g Salzsäure von  $20^{\circ}$  B.), spült nochmals gut und trocknet.

Fitzgarne braucht man in Baumwollspinnereien zum Abtheilen — Abfitzen — der Gebinde und zwar neben rohweissen auch verschiedenen gefärbte, um mit je einer Farbe je eine Garnnummer leicht kenntlich zu machen. Die farbigen Fitzen dürfen nun beim Auskochen oder Färben oder Bleichen der Garne keine für letztere nachtheiligen Veränderungen erleiden. Es wird also kein Widerstand gegen eine bestimmte Einwirkung gefordert, sondern jede Farbe, ob durch eine der nachfolgenden Behandlungen veränderlich oder unveränderlich, ist hierzu brauchbar, sofern sie auf das damit gefitzte Garn in keiner bleibenden Form übergeht. Die Sache wäre nun sehr einfach, wenn die Bestimmung der Garne bereits beim Spinnen bekannt wäre, und in Rücksicht hierauf die Wahl der Fitzfarben getroffen werden könnte. Dies ist aber in der Regel nicht der Fall. Deshalb sind nur solche Farben zu verwenden, die ohne Rücksicht auf eine einzelne der späteren Behandlungen, aber unter Berücksichtigung aller — also für alle Fälle obiger Forderung genügen.

In erster Linie sind dies die bleichechten Farben; dieselben erleiden gar keine Veränderung. Doch ist deren Zahl gegenüber den Bedarf zu klein, da nur die vier Haupt-

farben Roth, Blau, Violett und Rostbraun in Betracht kommen. Mit den Abstufungen von Roth zu Violett oder von Nangking zu Rostbraun würden zu wenig in die Augen fallende Unterschiede in der Fitzenkala entstehen und diese dann ihren Zweck nicht erfüllen. Ausserdem sind die bleichechten Farben, mit Ausnahme von Rostbraun, für diese nebensächliche Bestimmung zu theuer und stehen billigere genügend zu Gebote.

Hierher gehören die Farben, welche bereits durch Wasser zerstört und deshalb damit gefärbte Fitzen schon beim Auskochen ganz oder theilweise entfärbt werden.

Dabei ist allerdings geringes Anfärbeln der Garne — bedingt durch deren dichtes Zusammenliegen — nicht zu vermeiden; doch lässt sich dies schon durch kaltes Wasser wieder entfernen oder verschwindet bei einer der nachfolgenden Behandlungen. Solche Farben sind die Thonerdelacke einiger Säurefarbstoffe, wie Croceinscharlach, Croceinorange und Baumwollblau. In dritter Linie sind zu nennen die natürlichen und Mineralfarben, wie Curcumagelb, Catechubraun, Sumachgrau, Chromgelb und Chromorange. Dieselben sind gegen Auskochen vollständig echt und gehen auch beim Färben auf anderes Garn nicht über. Theilweise oder ganz zerstört werden sie beim Auskochen mit Ätznatron und übrig bleibende Bruchtheile durch das Chlorbad.

Die beiden letzteren Farbengruppen eignen sich besonders deshalb zu Fitzfarben, weil ihre Herstellung eine sehr einfache, wenig Zeit und Arbeit beanspruchende ist, und die lebhaften Töne der sauren Farbstoffe, Curcumagelb und das Chromorange, dem Zweck besonders entsprechen. Beide Gründe würden zwar ebenso gut für die Benzidinfarben sprechen, doch ist deren Verwendung deshalb ausgeschlossen, weil sie in kochendem Wasser stark bluten und die entstehenden Flecken bei Farbgarnen ohne Vorbleiche nicht zu beseitigen sind. Dies verursacht fleckigen Ausfall der Farbe, der allerdings in dunklen Tönen nicht sichtbar ist, wohl aber in hellen bis mittleren. Den gleichen Übelstand würden blutende, indirect färbende Anilinfarben erzeugen. Solche und auch die nicht blutenden werden aber schon deshalb weniger benutzt, weil deren Herstellung mittels drei Bädern zu viel Zeit und Arbeit erfordert.

Zur Prüfung werden einige Fäden des zu untersuchenden farbigen Fitzgarnes mit bedeutend mehr — vielleicht einem Gebinde — rohweissen unausgekochten Garnes zu einem Zopf verflochten und dieser in möglichst wenig Wasser  $\frac{1}{2}$  bis 1 Stunde gekocht. Geht die Farbe in das Kochwasser und auf

das weisse Garn über, so legt man den Zopf noch  $\frac{1}{2}$  Stunde in lauwarmes Wasser. Wird hierin das Garn wieder entfärbt oder hält nur Spuren von Farbe zurück, so erfüllt das Fitzgarn seinen Zweck. Selbstverständlich auch, wenn kein Bluten eintritt.

In selteneren Fällen wird von Baumwollfärbungen Säure- oder Schwefelechtheit verlangt. In der Regel betrifft dies nur türkischrothe oder küpenblaue Garne, die als Leisten- oder Effectfäden in rein wollenen, im Stück zu färbenden oder zu bleichenen Waaren verwebt werden.

Behufs Prüfens derselben flechtet man eine solche Farbe mit weissem wollenen Garn in einen Zopf und kocht diesen — wenn es sich um Säureechtheit handelt — in mit Schwefelsäure versetztem Wasser. Säure nehme man soviel, dass die Flotte nach Umrühren essigsauer schmeckt.

Zur Erprobung von Schwefelechtheit legt man den gut genetzten Zopf eine Nacht oder die entsprechende Zeit in kalte unverdünnte Schwefigsäure, welche in der Regel  $7^{\circ}$  B. hält. Unverdünnt ist sie deshalb zu nehmen, um dem trockenen Schwefeln, welches der grösseren Bleichkraft und der Billigkeit wegen im Grossbetrieb meist noch verwendet wird, möglichst nahe zu kommen. Wer Gelegenheit hat, die Echtheit im Schwefelkasten erproben zu können, der wird dies natürlich dem nassen Schwefeln vorziehen.

#### Fettindustrie, Leder u. dgl.

Zur Prüfung der Mineralschmieröle auf Kältebeständigkeit dient nach A. Künker (Dingl. 279 S. 137) die Vorrichtung Fig. 134. In dem offenen Mantel *a*,

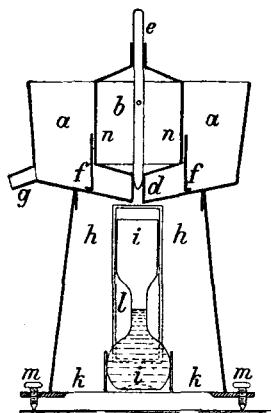


Fig. 134.

welcher zur Aufnahme der Kältemischung dient, ist durch die 4 seitlichen Stützen *f* das 6 cm weite und bis zu den Marken *n* 75 cc Öl fassende Viscosimeter *b* befestigt.

Die Auslaufspitze *d* ist 20 cm lang, 7 mm weit und wird mittels des Stiftes *e*, welcher in seiner Verlängerung durch den Deckel ragt, verschlossen. Der Auslauf *g* an dem Mantel *a* dient zum Ablassen des Wassers und wird durch Gummischlauch und Quetschhahn verschlossen. Dieser obere Theil des Apparates sitzt auf dem Gehäuse *h*, welches die Auslaufspitze vor Erwärmung von aussen schützt und den Einfluss derselben auf das ausgelangene Öl verringert. Das auf 50 cc geachte Messgefäß *i* steht fest zwischen den seitlichen Stützen *k*. Zwei gegenüber liegende schmale Fenster *l* gestatten die Beobachtung des auslaufenden Öles bez. die Füllung des Messgefäßes. Drei Stellschrauben *m*, welche in ihrer Richtung den drei Marken *n* des Viscosimeters entsprechen, dienen zur leichten Einstellung des Öles.

Der Apparat ist mit Glycerin von spec. Gew.  $1,220 = 27^{\circ}$  B. bei  $17^{\circ}$  in der Weise zu aichen, dass man das Glycerin ausserhalb des Apparates auf  $0^{\circ}$  abkühlt und, nachdem man alsdann in den Mantel *a* des Apparates Eiswasser gegeben hat, das Glycerin bis zu den Marken einfüllt und vor dem Auslaufe 5 Minuten ruhig stehen lässt. Hierbei ist zu beachten, dass das Eiswasser stets auf  $0^{\circ}$  bleibt. Die Auslaufgeschwindigkeit des Glycerins — aus drei Bestimmungen das Mittel — nimmt man als Einheit an und bezieht hierauf die bei den Ölen erhaltenen Resultate.

**Türkischrothöl.** Nach Arthur Wilson (J. Chem. Ind. 1891 S. 25) wird in hölzernen rechteckigen Gefässen, zweckmässig mit Blei ausgelegt und mit einem Rührwerk versehen, Ricinusöl mit der geeigneten Menge Schwefelsäure zusammengebracht. Dieses geschieht möglichst langsam und unter beständigem Umrühren. Das Hinzusetzen der Schwefelsäure wird verschiedentlich gehandhabt, und zwar fügen die Einen den ganzen Betrag an Säure auf einmal hinzu, die Anderen allmäthlich, sodass in 12 Stunden die Hälfte und in 24 Stunden erst die Gesamtmenge hinzugesetzt ist; jedenfalls muss aber eine Temperaturerhöhung vermieden werden, weil dadurch ein dunkel gefärbtes Product bedingt würde. Nach Verlauf von 12 bis 24 Std. ist es zum Waschen fertig, welches gewöhnlich durch heißes Wasser, dem mehr oder weniger Kochsalz zugesetzt ist, geschieht. In einigen Fabriken wäscht man auch zuerst mit gewöhnlichem Wasser und erst hinterher mit salzhaltigem. Auch beim Waschen des Öls muss darauf geachtet werden, dass die

Waschwässer (namentlich die salzhaltigen) eine nicht zu hohe Temperatur haben, da es leicht geschehen kann, dass die Sulfosäure wieder zersetzt wird. Nach dem Waschen beginnt die Neutralisation, welche allerdings nur zum Theil vorgenommen wird. Natron und Ammoniak finden hierbei Verwendung; letzteres ist immer vorzuziehen, obwohl ersteres gewöhnlich angewendet wird. Zum Schluss fügt man noch Wasser hinzu, sodass ein Product von 45 bis 50 Proc. Fettsäure erzielt wird. Die Neutralisation erstreckt sich auf  $\frac{1}{4}$  bis  $\frac{1}{2}$  der theoretisch nothwendigen Basis, sodass die durchschnittliche Zusammensetzung ist:

1,30 bis 1,50 Proc.  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  
20,0 bis 27,0 Proc. freie Fettsäuren,  
25 Proc. gebundene Säure und Glycerin.

Die Anwendung ist eine ziemlich beträchtliche, namentlich zum Präpariren von mit Alizarin zu färbenden bez. zu bedruckenden baumwollenen Waaren. Die Constitution ist schon oft der Gegenstand von Untersuchungen gewesen, deren Resultate in Anbetracht der Schwierigkeiten auf diesem Gebiete immer nur einen speculativen Charakter trugen.

Die Analyse des Türkischrothöls zerfällt in zwei Theile: 1) die Bestimmung des gebundenen Alkalis, der freien Fettsäure und der gesammten Menge Fettsäure, 2) die Prüfung der Fettkörper auf ihre Reinheit.

Das spec. Gewicht ist sehr verschieden, es wird am besten mit Hilfe der Westphal'schen Waage bestimmt. In einem 45 proc. Öl sind die Grenzen 1,035 bis 1,017.

Zur Bestimmung des Gesammt-Alkalis werden 5 bis 7 g des Öls auf etwa 50 cc verdünnt, mit einigen Tropfen Methylorange versetzt und mit  $\frac{1}{2}$  Normal-Schwefelsäure titriert. Gibt das Öl mit Wasser eine tiefe milchige Trübung, so ist der Prozentgehalt an Natron 0,8 bis 1 Proc.; ist die Trübung nur schwach oder gar nicht bemerkbar, dann 1,2 bis 1,5 Proc.

Die Bestimmung der freien Fettsäuren geschieht in der gewöhnlichen Weise durch Ausziehen derselben mit Alkohol und Äther und Titriren derselben mit  $\frac{1}{2}$  normal alkoholischer Kalilösung bei Anwendung von Phenolphthalein als Indicator. War Ammoniak zum Neutralisiren benutzt, dann wird die Bestimmung allerdings nur annähernd, da die Kalilauge immerhin etwas Ammoniak austreibt. Der durchschnittliche Gehalt an freier Fettsäure in einem 45 proc. Öl ist, berechnet auf Ricinusölsulfosäure, 22 bis 30 Proc.

Die Bestimmung der Gesammtfettsäuren

für technische Zwecke geschieht in einem 100 cc fassenden Kolben, dessen Hals in  $\frac{1}{10}$  cc getheilt ist. Man wägt 25 g der Probe ab, gibt sie in diesen Kolben, fügt 50 cc concentrirte Kochsalzlösung hinzu und 10 cc concentrirte Salzsäure, kocht auf, bis die Lösung klar ist und fügt nun nochmals Salzlösung hinzu, bis die Flüssigkeit über dem Nullpunkt steht, lässt abkühlen und liest dann die cc Fettsäure ab, aus der sich leicht der proc. Gehalt berechnen lässt.

Eine genauere Methode ist folgende: 10 cc vollständig gesättigter Salzlösung werden in einen runden Scheidetrichter von etwa 100 cc Inhalt pipettirt und dazu gegeben 5 bis 6 g des zu bestimmenden Öls, dann fügt man etwa 0,5 cc Salzsäure (1 : 2) hinzu, schüttelt tüchtig durch und gibt dann ungefähr 50 cc Äther hinzu und schüttelt nochmals tüchtig durch. Die Ätherschicht wird in eine trockene Flasche gelassen, die wässerige dagegen mit 25 cc Äther nochmals geschüttelt. Die letztere ätherische Lösung wird dann zur ersten gegeben, der Äther abgedunstet und der Rückstand durch 10 Minuten andauerndes Hineinblasen trockener Luft getrocknet. 25 bis 35 cc absol. Alkohol werden nun dem Rückstand zugefügt, umgeschüttelt, eine kurze Zeit der Ruhe überlassen und dann durch ein trockenes Filter gegeben. Das Filtrat wird zugleich in ein tarirtes Gläschen gebracht, das Filter wie die Schüttelflasche mehrmals mit Alkohol gewaschen, die Waschflüssigkeit dem Filtrat zugesetzt und von letzterem nun auf dem Wasserbade der Alkohol abgedunstet, unter gleichzeitiger Benutzung eines trockenen Luftstromes. Die Flasche wird dann gewogen und der Prozentgehalt leicht berechnet. Die Behandlung mit Alkohol hat den Zweck, die bei der Ätherextraction mit aufgenommenen wässerigen Anteile leichter zur Verdunstung zu bringen und die anorganischen Bestandtheile zu fällen. Sch.

Ozonöl will die Firma Dr. Graf & C. (D.R.P. No. 56392) durch Einleiten von ozonisirtem Sauerstoff in Öl herstellen. Das Öl soll dadurch hervorragende antiseptische Eigenschaften erhalten.

### Dünger, Abfall.

Düngeruntersuchung. Nach gef. Mittheilung haben H. und E. Albert, Biebrich, in ihrem Fabriklaboratorium zur Selbstkontrolle folgende rasch ausführbare Untersuchungsverfahren eingeführt:

## Analyse von Phosphorsäure und Kali.

Um die Phosphorsäureanalysen nach bewährten Methoden und zur eigenen Controle in 2 bis 3 verschiedenen Arten auszuführen, gehören folgende Lösungen:

## Zur Molybdänmethode und Citratmethode.

Molybdänlösung: 110 g reine Molybdänsäure werden in Ammoniakflüssigkeit von 0,9 spec. G. gelöst und mit Wasser zu 1 l aufgefüllt; 1 l dieser Lösung wird in 1 l Salpetersäure vom 1,2 spec. G. gegossen und das Gemisch nach einigen Tagen filtrirt.

Conc. Ammonnitratlösung: 750 g reines  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  werden in Wasser gelöst und zu 1 l aufgefüllt.

Magnesiamixtur: 55 g krystall. Chlor-magnesium, 70 g Chlorammonium, 130 cc Ammoniak (0,9 spec. G.) werden mit Wasser auf 1000 cc gebracht.

$2\frac{1}{2}$  proc. Ammoniakflüssigkeit: 100 cc Ammoniak (0,9 spec. G.) werden mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

Alkalische Citratlösung nach Joulie: 400 g Citronensäure werden mit Ammoniak von 0,9 spec. G. zum Liter aufgefüllt.

Saure Citratlösung nach Wagner: 150 g Citronensäure werden mit Ammoniak gut neutralisiert, sodann noch 10 g Citronensäure hinzugefügt und zum Liter aufgefüllt.

## Zur Urantitrirmethode.

Essigsäure Natronlösung: 100 g Natriumacetat (kryst.) werden in Wasser gelöst, mit 100 cc Essigsäure versetzt und zu 1 l aufgefüllt.

Calciumphosphatlösung zur Titerstellung der Urantlösung: Etwa 10 g gut trockenes reines dreibasisches Calciumphosphat werden in Salpetersäure gelöst und mit Wasser zu 1 l aufgefüllt. In dieser Lösung bestimmt man gewichtsanalytisch (nach der Molybdän- oder Citratmethode) den  $\text{P}_2\text{O}_5$ -Gehalt und notirt den Gehalt der Lösung ein für alle Mal auf der Vorrathssflasche.

Titrierte Urantlösung: 250 g Urannitrat werden in Wasser gelöst, 25 g essigsaurer Natron hinzugefügt und mit Wasser zu 7 l aufgefüllt. 1 cc dieser Lösung wird etwa 0,005 g  $\text{P}_2\text{O}_5$  entsprechen. Um den Wirkungswert dieser Urantlösung genau festzustellen, verfährt man folgendermaassen:

25 cc der aufgeführten Calciumphosphatlösung, welche beispielsweise 0,10317 g  $\text{P}_2\text{O}_5$  enthalten mögen, werden in einer Porzellanschale mit Ammoniak neutralisiert, mit Essigsäure angesäuert, mit 10 cc essigsaurer Natronlösung versetzt und erwärmt. Man lässt nun aus einer Bürette so viel Urantlösung zufließen, bis ein herausgenommener Tropfen mit einem Tropfen Blutlaugensalzlösung eine eben beginnende braune Färbung zeigt. Um ganz sicher zu gehen, wiederholt man dieses mindestens 2 bis 3 Mal mit neuen Mengen à 25 cc Calciumphosphatlösung.

Beispiel. Man habe auf 25 cc Calciumphosphatlösung (= 0,10317 g  $\text{P}_2\text{O}_5$ ) gebraucht das erste Mal 23,3, das zweite Mal 23,1, das dritte Mal 23,2 cc Urantlösung bis zum Eintritt

der Braunkärbung mit Blutlaugensalz, im Mittel also 23,2 cc, dann ist 23,2 cc Urantlösung = 25 cc Calciumphosphat = 0,10317  $\text{P}_2\text{O}_5$ , also 1 cc Urantlösung =  $\frac{0,10317}{23,2} = 0,00445$  g  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Der Wirkungswert der Urantlösung ist nun in Bezug auf  $\text{P}_2\text{O}_5$ -haltige Flüssigkeiten bekannt.

Braucht man z. B. bei der Analyse eines Phosphats auf ein Flüssigkeitsvolum, welches 0,5 g Phosphat entspricht, 10 cc Urantlösung, so heisst dies mit anderen Worten: in 0,5 g der zu untersuchenden Substanz sind  $10 \times 0,00445$  g  $\text{P}_2\text{O}_5 = 0,0445$  g  $\text{P}_2\text{O}_5$  enthalten, in 100 g Substanz also 8,90 g  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

## Allgemeines über die Molybdänmethode.

Princip. Ausfällung der  $\text{P}_2\text{O}_5$  durch salpetersaure Lösung von molybdänsaurem Ammon als phosphormolybdänsaures Ammon, Auflösung des Niederschlages in Ammoniak und Fällung mit Magnesiamischung als phosphorsaure Ammoniakmagnesia.

Ausführung. 25 oder 50 cc der zu einem bestimmten Volum aufgefüllten Lösung des zu analysirenden Phosphats, in denen annähernd 0,1 g  $\text{P}_2\text{O}_5$  enthalten sein sollen, werden im etwa 200 cc fassenden Becherglase mit 100 cc Molybdänlösung und soviel conc. Ammonnitratlösung versetzt, dass die Flüssigkeit einen Gehalt von 15 Proc. Ammoniumnitrat hat, gut gemischt und etwa 20 Minuten bei 60 bis 80° erwärmt. Nach dem Erkalten wird filtrirt und der Niederschlag auf dem Filter mit kaltem Wasser so lange gewaschen, bis eine Probe des Filtrats mit Ammoniak übersättigt, auf Zusatz von oxalsaurem Ammon sich nicht mehr trübt. Nach dem Auswaschen löst man den Niederschlag im Filter mit  $2\frac{1}{2}$  proc. Ammoniakflüssigkeit und fällt langsam unter stetigem Umrühren mit Magnesiamixtur. Nach 2 stündigem Stehen wird die phosphorsaure Ammoniakmagnesia abfiltrirt, mit  $2\frac{1}{2}$  proc. Ammoniak gewaschen, bis das Filtrat kein Chlor mehr enthält und gegläut.

## Allgemeines über die Citratmethode.

Princip. Durch Zusatz von genügend Ammoncitrat zu Phosphatlösungen werden Eisenoxyd, Thonerde, Kalk u. s. w. in Lösung gehalten, während durch Zusatz von Magnesiamischung, bei Gegenwart von freiem Ammoniak, phosphorsaure Ammoniakmagnesia rein niederfällt und gegläut gewogen, oder gelöst titriert werden kann.

Ausführung. 10 bis 50 cc der zu untersuchenden Lösung werden mit 15 cc Joulie-Citratlösung unter Vermeidung von Erwärmung versetzt, einige Stückchen Filtrirpapier von bekanntem Aschengehalt hineingeworfen und unter Umrühren langsam 15 cc Magnesiamischung und nötigenfalls noch freies Ammoniak hinzugegeben. Durch kleine Stückchen Filtrirpapier wird festes Anhaften des Magnesia-phosphatniederschlages an den Wänden des Becherglases und am Glasstäbe verhindert, sowie das Entstehen des Niederschlages beschleunigt. Nach  $1\frac{1}{2}$  bis 2 stündigem Stehen filtrirt man, glüht und wägt wie bei der Molybdänmethode. Will man titriren, so löst man das Präcipitat in wenig Salpetersäure, macht mit Ammoniak alkalisch, mit Essigsäure sauer und titriert.

*Allgemeines über die Uranmethode.*

Princip. Salpetersaures oder essigsäures Uranoxyd fällt aus phosphorsäurehaltigen Flüssigkeiten, die keine andere freie Säure als Essigsäure enthalten, phosphorsaures Uranoxyd bez. bei Gegenwart von Ammoniaksalzen phosphorsaures Uranoxyd-ammoniak ( $\text{PO}_4 \text{NH}_4 \text{UrO}_2$ ). Der geringste Überschuss von löslichem Uransalz wird durch gelbes Blutlaugensalz erkannt, indem dieses mit löslichen Uransalzen, nicht aber mit dem in Essigsäure unlöslichen phosphorsauren Uranoxyd, rothbraunes Uranferrocyanid bildet.

Ausführung. In allen Fällen macht man die Lösung zunächst durch einige Tropfen Ammoniak ammoniakalisch, dann durch einige Tropfen Essigsäure sauer, damit keine freien Mineralsäuren vorhanden sind.

a) Eisenfreie Flüssigkeiten. Entsteht auf Zusatz von essigsaurem Ammoniak oder Natron keine Trübung, ist demnach die Flüssigkeit eisen- und thonerdefrei, so versetzt man 10 bis 50 cc derselben (etwa 0,1 g  $\text{P}_2\text{O}_5$  enthaltend) mit 10 cc essigsaurer Natronlösung, darauf mit einer dem vermuteten  $\text{P}_2\text{O}_5$ -Gehalt entsprechenden Menge titrirter Uranslösung und erhitzt zum Kochen. Der heissen Flüssigkeit entnimmt man mit Hülfe eines Glasstabes 1 bis 2 Tropfen, breitet dieselben auf einem weissen Porzellanteller aus und lässt in die Mitte dieser etwa 2 cm Durchmesser haltenden Flüssigkeitsmenge 1 Tropfen frisch bereiteter Blutlaugensalzlösung hineinfallen. Tritt noch keine Braunfärbung an der Berührungsstelle ein, so lässt man so lange (cubikcentimeterweise) Uranslösung zu der in einer Porzellanschale befindlichen phosphorsäurehaltigen Flüssigkeit fliessen, bis nach Aufkochen durch Blutlaugensalz in einem herausgenommenen Tropfen eine deutlich sichtbare braune Färbung entsteht. Damit wäre der Vorversuch, welcher annähernd die nötige Menge Uranslösung angibt, beendet. Sodann versetzt man eine weitere Probe der zu untersuchenden Flüssigkeit mit soviel Uranslösung, als nach dem Resultat der Vorprüfung nötig erscheint, kocht auf, prüft mit Blutlaugensalz und gibt nun tropfenweise Uranslösung zu, bis die braune Färbung bei dem Tüpfeln mit Blutlaugensalz entsteht.

b) Eisen- und thonerdehaltige Lösungen von Phosphaten und Superphosphaten. Man versetzt am besten die Lösung mit Ammoniumcitratlösung von Joulie, fügt langsam Magnesiamischung hinzu, sammelt den Niederschlag im Filter, wäscht ihn mit verdünntem  $2\frac{1}{2}$  proc. Ammoniak aus, löst ihn sodann mit verdünnter Salpetersäure, macht ammoniakalisch, dann essigsauer, und versetzt diese Lösung mit 10 cc essigsaurem Natron und titriert mit Uran, wie in a) beschrieben. Oder man versetzt 200 cc Superphosphatlösung mit 50 cc essigsaurer Natronlösung, lässt einige Zeit stehen, filtrirt durch ein trockenes Filter von bekanntem Aschengehalt und titriert in 50 cc des Filtrats, welche 40 cc der Originallösung entsprechen, wie oben angegeben, die Phosphorsäure. Der Niederschlag (aus  $\text{AlPO}_4 + \text{FePO}_4$  bestehend) wird auf dem Filter drei Mal mit siedendem Wasser ausgewaschen, getrocknet und im Platiniegel verascht. Das Gewicht des gebrühten Nieder-

schlags ergibt, durch zwei dividiert, diejenige Menge  $\text{P}_2\text{O}_5$ , welche der durch Titration der Lösung gefundenen Menge  $\text{P}_2\text{O}_5$  hinzuzuzählen ist.

*Phosphorsäurebestimmung in allen Phosphaten, Präcipitaten und Thomasschlacke.*

a) Gesamtphosphorsäure. 5 g feines Phosphatmehl oder Schlackenmehl werden in einem Kolben von 500 cc Inhalt mit etwas Wasser angefeuchtet und mit 40 cc Salzsäure von 16 bis 20° Bé. auf dem Sandbade gekocht. Man kocht so lange, bis nur wenige cc eines dicken Breis von Kieselsäuregallerte übrig bleiben, lässt erkalten und gibt etwas Wasser hinzu. Man schüttelt so lange, bis die dicken  $\text{SiO}_2$ -Klumpen ganz fein vertheilt sind, füllt dann mit Wasser zu 500 cc auf und filtrirt. 50 cc des Filtrats werden mit 15 cc Joulie-Lösung versetzt, und dann in der öfter erwähnten Weise mit Magnesiamischung gefällt, gebrüht und gewogen. Man braucht nicht zu befürchten, Kieselsäure in den Magnesianiederschlag zu bekommen, denn vielfache Versuche haben ergeben, dass das Eindampfen der salzsäuren Schlackenlösung zur dicken Gallerte genügt, um die  $\text{SiO}_2$  unlöslich zu machen. (Falls eine titrirtre Uranslösung vorhanden ist, so löst man, wenn man das Vorhandensein von  $\text{SiO}_2$  vermutet, den nassen Niederschlag auf dem Filter in wenig Salpetersäure und titriert wie bereits angegeben.)

b) Citratlösliche  $\text{P}_2\text{O}_5$  in Phosphaten. 1 g Thomasmehl oder Phosphat wird in einem 100 cc-Kölbchen mit Wagner's saurer Citratlösung übergossen, so dass das Gesamtvolum 100 cc beträgt. Man erwärmt nun unter öfterem Umschütteln eine Stunde lang auf 40° oder lässt auch 12 Stunden bei gewöhnlicher Temperatur unter häufigem Umschütteln stehen, dann wird filtrirt und in 50 cc des Filtrats, wie gewöhnlich, der Magnesianiederschlag erzeugt. Da in vorliegendem Falle der Niederschlag von  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$  noch Kieselsäure enthält, so kann man denselben nicht sofort glühen und wägen, sondern muss nach einer der folgenden Angaben verfahren.

a) Man wirft Filter und Niederschlag in eine Porzellanschale, zerreißt das Filter mit dem Glasstabe, gibt behufs Lösung des Niederschlages etwas Salpetersäure hinzu, neutralisiert mit Ammoniak, säuert mit Essigsäure an und titriert mit Uranslösung.

b) Oder wenn man gewichtsanalytisch verfahren will, so löst man nochmals den Niederschlag in Salzsäure oder Salpetersäure, dampft zur Trockne ab, trocknet etwa 1 Stunde bei 110 bis 120°, löst nochmals in Salzsäure, filtrirt und wäscht das Filter gründlich aus. Zu dieser nunmehr ganz kieselsäurefreien Lösung setzt man Joulie-Lösung und fällt mit Magnesiamischung, um den entstehenden Niederschlag zu wägen.

Es empfiehlt sich bei der Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure in Thomasschlacken, wenn man gewichtsanalytisch arbeiten will, die Anwendung der Molybdänmethode.

Man würde also 50 cc des Filtrates (aus der Lösung 1 g Schlacke in 100 cc Wagner'scher Citratflüssigkeit) mit 100 cc Molybdänlösung und 30 cc Ammonnitratlösung 20 Minuten auf 80° erwärmen, nach dem Erkalten filtrieren, und den gelben Niederschlag mit kaltem Wasser auswaschen. Das Wasser

nimmt nach vielen Versuchen alle Kieselsäure des gelben Niederschlages in's Filtrat. Der gelbe Niederschlag wäre dann in  $2\frac{1}{2}$  proc. Ammoniakflüssigkeit zu lösen und zu der Lösung tropfenweise unter Umrühren 15 cc Magnesiamischung hinzuzufügen. Nach 2 Stunden könnte man filtriren glühen und wägen.

Die Joulie-Lösung gibt in magnesiahaltigen und Mineralphosphaten zu geringe Mengen assimilirbare Phosphorsäure an. (Vgl. d. Z. 1890, 702.)

#### Analyse der Superphosphate.

a) Citratlösliche Phosphorsäure. 5 g Superphosphat werden mit 100 cc saurer Citratlösung nach Wagner in einer Reibschale angerieben und in einem Kolben zu 500 cc mit Wasser aufgefüllt. Dann lässt man unter Umschütteln 12 Stunden stehen und filtrirt. 50 cc des Filtrates werden mit 10 cc Joulie-Lösung und 15 cc Magnesiamischung versetzt, nöthigenfalls mit Ammoniakzusatz gut alkalisch gemacht, tüchtig umgerührt und nach 2 Stunden filtrirt. Man wäscht, glüht, wägt wie vorher angegeben, oder titirt den in wenig Salpetersäure gelösten Niederschlag, nach Zusatz von essigsaurem Natron, mit Uran.

Beispiel. Gewicht des geglühten Niederschlages 0,1272 g  $Mg_2 P_2 O_7$ ; dann enthält das Superphosphat  $12,72 \times 2 \times 0,64 = 16,28$  Proc. citratlösliche  $P_2 O_5$ .

b) Wasserlösliche Phosphorsäure. 20 g Superphosphat werden mit Wasser in einer Reibschale verrieben und in einem Literkolben bis 1000 cc mit Wasser aufgefüllt. Nach 2 stündigem Digestion unter gelegentlichem Umschütteln filtrirt man durch ein Faltenfilter. 25 cc des Filtrates =  $\frac{1}{2}$  g Substanz werden mit Magnesiamischung ausgefällt, das Magnesiapräcipitat filtrirt, gewaschen, gebrüht und gewogen, oder die nasse Fällung von phosphorsaurer Ammoniakmagnesia auf dem Filter in wenig Salpetersäure gelöst, mit essigsaurem Natron versetzt und mit Uranlösung titirt.

Beispiel. Es seien nöthig 14,5 cc obiger Uranlösung, dann ist in 25 cc Originallösung = 0,5 g Superphosphat enthalten  $14,5 \times 0,00445$  g  $P_2 O_5 = 0,0645$  g  $P_2 O_5$ ; demnach hat das Superphosphat 12,90 Proc. wasserlösliche  $P_2 O_5$ .

c) Gesammtphosphorsäure. 20 g Superphosphat werden mit 50 cc Salzsäure von etwa 16 bis 18° Bé. etwa 10 Minuten gekocht und nach dem Erkalten zum Liter aufgefüllt und filtrirt. 25 cc des Filtrates werden mit 10 cc ammoniakalischer Citratlösung nach Joulie versetzt, einige Filtrirpapierstückchen hineingeworfen und nun 15 cc Magnesiamischung hinzugefügt und gründlich umgerührt. Nach 2 stündigem Stehen filtrirt man, wäscht den Niederschlag mit verdünnter Ammoniakflüssigkeit aus und bringt Filter und Niederschlag in einen gewogenen Platintiegel. Man erhitzt anfangs langsam, bis die Feuchtigkeit verdunstet und das Filter verbrannt ist, dann stärker, bis der Tiegelinhalt ganz weiss ist. Nach dem Erkalten wägt man auf einer bis 0,1 mg angebenden genauen Wage.

Beispiel. Der Niederschlag wiegt nach Abzug der Filterasche 0,1390 g. Dann hat das Superphosphat  $13,90 \times 2 \times 0,64 = 17,79$  Proc. Gesammtphosphorsäure.

#### Analyse der Kalisalze.

Allgemeine Bemerkungen für schwefelsäurehaltige und schwerlösliche Salze. Die fein geriebene Substanz bringt man in einen Literkolben, giesst etwa 400 cc Wasser und 3 cc Salzsäure hinzu, erhitzt zum Sieden und fügt tropfenweise Chlorbaryumlösung hinzu, so lange noch ein Niederschlag dadurch hervorgebracht wird. Nach dem Erkalten füllt man bis zur Marke auf, schüttelt um, filtrirt durch ein trockenes Filter, dampft einen abgemessenen Theil der Flüssigkeit mit Platinchloridlösung in einer glatten Porzellanschale beinahe zur Trockne, doch so, dass die Masse noch feucht erscheint, sonst fügt man 1 Tropfen Wasser hinzu, behandelt die Masse mit Alkohol, filtrirt durch ein gewogenes Filter und wäscht mit Alkohol aus, bis das Filtrat ganz farblos ist. Dann trocknet man das Filter im Luftbad bis zum constanten Gewicht, d. h. bis eine Wägung nach etwa halbstündigem nochmaligen Trocknen mit der vorhergehenden übereinstimmt.

Je nach dem Inhalt der verschiedenen Handelsalze empfehlen sich folgende Mengenverhältnisse.

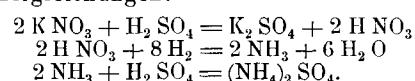
Kainit = Carnallit. 20 g zu 1 l Lösung; 50 cc Filtrat mit 40 cc Platinlösung abgedampft. Das Kaliumplatinchlorid mit 19,3 multipliziert, gibt Procente  $K_2 O$ .

Schwefelsaures Kali. 15 g = 1 l Lösung; 20 cc Lösung mit 15 cc Platinlösung abgedampft. Das Kaliumplatinchlorid  $\times 64,33$  gibt Procente  $K_2 O$ .

Chlorkalium, reines schwefelsaures Kali. 10 g = 1 l Lösung. 25 cc Filtrat werden mit 15 cc Platinlösung abgedampft.  $K_2 PtCl_6 \times 77,2$  gibt Procente Kali.

Darstellung der Platinlösung. Reines  $PtCl_4$  wird in Wasser gelöst und so verdünnt, dass 100 cc 5 g Platin entsprechen.

Die Bestimmung der Salpetersäure durch Wasserstoffdeficit erfolgt nach K. Ulsch (Z. anal. 1891, S. 175) entsprechend den Formelgleichungen:



Für 1 Mol. Kaliumnitrat wird somit eine gegebene Säuremenge mit Eisen 10 At. Wasserstoff weniger entwickeln, 1 mg Nitrat also 1,106 cc Wasserstoff.

Man übergiesst in einem Zersetzungskolben 3 g Eisenpulver mit 20 cc einer Kupferlösung (100 g Kupfervitriol zu 1 l), giesst nach beendeter Zersetzung ab und wäscht mit Wasser. Nun verbindet man mit dem Azotometer, lässt durch einen Hahntrichter 20 cc  $\frac{1}{10}$  Normalschwefelsäure, gemischt mit dem Nitrat, einfließen und misst den entwickelten Wasserstoff. Die Schwefelsäure ohne Salpeter gibt 22,11 cc Wasserstoff.

Bestimmung von Eisenoxyd und Thonerde in Phosphaten. Nach v. Gru-

ber (Zst. anal. 1891 S. 207) haben sich die von Jones (S. 3 d. Z.) vorgeschlagenen Verbesserungen durchaus bewährt.

### Verschiedenes.

Über die Betriebsaufsicht in englischen Fabriken macht R. Hasenclever (Z. deutsch. Ing. 1891 S. 399) folgende beachtenswerthe Mittheilung:

„Es musste früher dem Besucher industrieller Werke auffallen, dass die deutschen Fabriken durchgängig den englischen gegenüber sich durch Sauberkeit, Ordnung und wirthschaftliches Zusammenhalten der Rohmaterialien auszeichneten und eine aufmerksame Behandlung der Betriebe bekundeten, während die Einrichtungen drüben umfangreicher und die Vorrichtungen grossartiger waren. Die Folge der besseren Überwachung im Kleinen war in manchen Zweigen, namentlich der chemischen Industrie, auf deutscher Seite ein Übergewicht im Ausbringen und in den Selbstkosten, welches den Engländern den Wettbewerb so erschwepte, dass manche Fabrikationszweige von ihnen gar nicht aufgenommen wurden. Wo lag die Ursache hierzu?

In Deutschland wohnen die Betriebsbeamten meistens auf den Werken; ihre gute technische Ausbildung, ihr Pflichteifer und das rege Interesse, welches durch den Aufenthalt in nächster Nähe des Werkes stete Nahrung erhielt, brachte die günstigen Erfolge hervor, da den Betrieben eine jederzeitige, selbst nächtliche Überwachung gesichert war. Anders lag die Sache in England. Die industriellen Werke sind dort so dicht beisammen, dass in der rauch- und staubgeschwängerten Luft kein Beamter wohnt.

Die Betriebsbeamten kommen Morgens zum Werke und arbeiten daselbst, allerdings sehr energisch und andauernd, bis Nachmittags 5 Uhr, um dann wieder in ihre entfernt gelegenen Wohnsitze zurückzukehren. Eine Folge davon war eine weniger dauernde Überwachung der Betriebe und manchmal ein Zurückbleiben in den Erfolgen hinter der deutschen Industrie. Darin hat sich nun in England ein Umschwung vollzogen, der auf mich einen überraschenden Eindruck ausübte. Man geht jetzt dort vielfach sorgfältiger mit den Rohstoffen um, man hat sich Betriebsbeamte mit besserer technischer Ausbildung herangezogen; die Betriebe in der chemischen Industrie werden meistens von Chemikern geleitet und von diesen chemisch-technisch ausgebildeten Beamten Tag und Nacht unausgesetzt überwacht.

Um letzteres mit der englischen Lebensweise zu vereinbaren, hat man für derartige Betriebsbeamte 8stündige Dienstzeit eingeführt, sodass auf Betriebszweigen drei Beamte in 24 Stunden sich abwechseln und der Betrieb so unter steter Aufsicht bleibt. Durch dieses Vorgehen ist der seitherige Vorsprung der deutschen Industrie ernstlich bedroht und erfordert unsere Aufmerksamkeit im höchsten Maasse, da durch die günstigen Transportverhältnisse bei Beschaffung der Rohstoffe England uns ganz bedeutend überlegen ist. Wenn unserer Industrie Seitens des

Herrn Arbeitsministers nicht zeitgemäße Transporttarife eingeräumt werden, welche die Vortheile der englischen Industrie einigermaassen ausgleichen, so droht der deutschen Industrie auf dem Weltmarkte Seitens der englischen ein schwerer Wettbewerb.“

Die Aufgaben der technischen Hochschule auf dem Gebiete der allgemeinen Bildung besprach K. Haushofer in seiner Antrittsrede als Rector der technischen Hochschule in München (vgl. Civiling. 1891, 122).

Er führte aus, dass Niemand mehr im Stande sei, die Naturwissenschaften, ja selbst nur einzelne Zweige derselben zu beherrschen, wie es noch vor wenigen Jahrzehnten möglich war, dass vielmehr nur durch Specialisirung Fortschritt möglich sei. „Man wird aber auch die Gefahren nicht erkennen, die aus der ungemessenen Vereinzelung wissenschaftlicher Thätigkeit erwachsen können. Diese Gefahren liegen in der Nothwendigkeit, dass derjenige, welcher sich der Forschung auf eng begrenztem Wissensgebiete widmet, leicht einer handwerksmässigen Einseitigkeit verfällt, die grossen Beziehungen aus den Augen verliert, welche alles menschliche Wissen verknüpfen und damit sogar leicht zu einer Art Geringschätzung der ihm in ihren Hauptaufgaben unbekannten Wissenskreise kommt. Der erste Übelstand gereicht fast nur dem Specialisten selbst zum Nachtheil; der zweite schädigt aber das gesamme wissenschaftliche Leben, indem erfahrungsgemäss gerade aus dem Zusammenwirken verschiedener Wissenszweige, aus dem Übertragen und aus dem Verwerthen der neuen Erfahrungen einer Disciplin auf anderem Gebiete die gewaltigsten Fortschritte hervorgegangen sind.“

Der einzige wirksame Ausgleich gegenüber der nothwendigen Specialisirung mit ihren nachtheiligen Folgen für die Gesamtheit liegt nur in dem Streben aller, die an dem wissenschaftlichen Unterrichte betheiligt sind und auf seine Gestaltung Einfluss haben, unablässig darauf hinzuwirken, dass jeder, der sich einem wissenschaftlichen Berufe widmet, mit einer Summe von Kenntnissen ausgestattet werde, die nicht in unmittelbarem Zusammenhange mit seiner künftigen Berufstätigkeit stehen, die aber seinen geistigen Gesichtskreis so weit ausdehnen, dass er im Stande ist, die Beziehungen seiner Wissenschaft zu allen verwandten festzuhalten, die Bedeutung auch entfernter Wissenskreise für die Gesamtheit zu ermessen und zu würdigen und dadurch jenen umfassenden Überblick über den Culturzustand seiner Zeit zu gewinnen, der ihn befähigt, über die grossen Fragen, die die Menschheit bewegen, ein eigenes Urtheil zu schöpfen. In solcher intellectuellen Ausrüstung müssen wir das wichtigste Erforderniss der allgemeinen Bildung erkennen.“

Über die Bedeutung der Geschichte sagte er:

„Neben den Sprachstudien sind es die geschichtlichen Wissenschaften, deren Bahnen sich am weitesten von den Brennpunkten des technischen Studiums entfernen. Darin liegt aber auch ihre specifische Kraft, dem doch einseitigen Zug der technischen Disciplinen ausgleichend entgegenzuwirken. Geschichte und Literatur eines Volkes ergänzen sich wie Leib und Seele zu einem

vollen Leben. So wenig es möglich ist, ohne die Kenntniß der Literatur eines Volkes über sein inneres Wesen zu urtheilen, so wenig kann man die Gegenwart ohne die Kenntniß der Vergangenheit verstehen. Die Bedeutung der Geschichte als mächtiges Bildungslement ist unbestreitbar. Deshalb wird ihr auch in den Unterrichtsprogrammen aller Mittelschulen Rechnung getragen — man könnte nur noch darüber im Zweifel sein, ob es in genügendem Maasse geschieht. Wenn dies auch zugegeben werden darf, so besteht doch noch ein wesentlicher Unterschied zwischen dem Ergebniss eines nothwendig gedrängten Schulunterrichtes und der Wirksamkeit akademischer Vorträge. Hier können und müssen gerade jene Gesichtspunkte und Fragen zur Erörterung kommen, welche die Geschichte als unerschöpfliche Lehrmeisterin der Menschheit erkennen lassen; hier kann das Wesen der historischen Forschung, hier kann die Kritik der Quellen in den Vordergrund treten, für welche der Aufgabenkreis der Mittelschulen keinen Raum bieten kann und soll. — Neben der Geschichte, dieser altehrwürdigsten aller Wissenschaften, geht, aus ihr entsprungen und vielfach in sie eingreifend, eine der jüngsten Disciplinen einher: die Culturgeschichte — eine Geschichte des Fortschreitens der Menschheit in ihrem geistigen und materiellen Zustande von den ältesten Zeiten an. So vielfach die Wege sind, welche menschliches Denken und Empfinden einschlägt, so mannigfaltig sind auch die Richtungen, in welche die Culturgeschichte sich nothgedrungen theilen muss, da ein Einzelner dieses unabsehbare Gebiet nicht mehr beherrschen kann. Es thut uns noth, zu erkennen, dass wir in all unserem geistigen und materiellen Vermögen auf der Grundlage stehen, welche vergangene Geschlechter uns aufbauten. Es thut uns gut, zu wissen, wie sie und wie wir emporgekommen sind, denn das Geschehene ist der Spiegel des Kommanden. Ein Chemiker, der nichts mehr von Stahl und Lavoisier wüsste, ein Physiker, dem Newton und Keppler nur Namen wären, ein Maschineningenieur, der für die Entwicklung seiner Wissenschaft durch Papin, Newcomen und Watt kein Interesse besäße — sie würden so wenig auf die Bezeichnung eines Gebildeten Anspruch haben, wie ein Mensch, der nichts von dem weiss, was sein Volk vor Zeiten gedacht, geschafft, erlitten und erkämpft hat.“

G e i r c h t l i c h e E n t s c h e i d u n g e n .  
Reichsgericht, 25. October 1890.

Die durch ein patentirtes Verfahren hergestellten Nahrungs-, Genuss- und Arzneimittel stehen unter Patentschutz. — Eine Waare ist auch dann im Inlande in Verkehr gebracht, wenn sie vom Auslande in ein Freihafengebiet gesandt und von dort aus in das Ausland verkauft ist.

Im Namen des Reichs.

In der Strafsache gegen den Kaufmann E. K. in H. wegen Vergehens gegen das Patentgesetz hat das Reichsgericht, dritter Strafsegen, in der öffentlichen Sitzung am 25. October 1890 nach mündlicher Verhandlung für Recht erkannt:

dass die Revision des Angeklagten gegen das Urtheil des Landgerichts zu H. vom 3. Juni

1890 zu verwerfen und dem Beschwerdeführer die Kosten des Rechtsmittels aufzuerlegen.

Von Rechts Wegen.

G r ü n d e .

Die vom Instanzrichter getroffenen Feststellungen erschöpfen den gesetzlichen Thatbestand des dem Angeklagten beigemessenen Vergehens wissentlicher Verletzung des in den Urtheilsgründen gedachten Patentrechts und lassen einen Verstoss wider Vorschriften des materiellen Rechts nicht erkennen.

Von Seiten des Angeklagten ist in der erstinstanzlichen Verhandlung eingewendet worden, durch das dem Professor Dr. K. in J. am 22. Juli 1883 ertheilte Patent für das von demselben erfundene Verfahren zur Darstellung des Antipyrin sowie der sonstigen Pyrazotene seien nicht zugleich die mittels dieses Verfahrens hergestellten Stoffe, insbesondere das auf diesem Wege hergestellte Antipyrin, sondern lediglich jenes neu erfundene Verfahren zur Herstellung der genannten Producte des Rechtsschutzes theilhaftig geworden. Der vorige Richter hat diesen Einwand verworfen und angenommen, dass auch die mittels des patentirten Verfahrens erzeugten Stoffe rechtlich geschützt seien, indem er den Gründen sich angeschlossen hat, aus denen die angeregte Rechtsfrage durch das Urtheil des Ersten Civilsenats des Reichsgerichts vom 14. März 1888 (Entscheidungen des Reichsgerichts in Civilsachen Band 22, S. 8 fg.) in gleichem Sinne beantwortet worden ist. Der gegenwärtig erkennende Dritte Strafsegen des Reichsgerichts hat bei der vorgenommenen Prüfung der verschiedenen in Betracht kommenden rechtlichen Gesichtspunkte den Erwägungen, auf welchen das angezogene reichsgerichtliche Urtheil beruht, allenthalben beipflichten müssen, und kann, da die einschlagende Rechtsfrage in jenen Urtheilsgründen eine erschöpfende Würdigung gefunden hat, auf die gedachte Entscheidung hiermit Bezug genommen werden. Man geht aber auch in gegenwärtiger Instanz von der — übrigens bereits in dem mehrerwähnten Urtheil vertretenen — Auffassung aus, dass ein für ein bestimmtes chemisches Verfahren zur Darstellung gewisser Stoffe ertheiltes Patent das auf diesem Wege geschaffene Product selbst dann schützt, wenn das letztere als Arzneimittel verwendet wird. Diese Auffassung rechtfertigt sich, wenn man erwägt, dass, wie schon aus dem Wortlauten folgt, überdies aber auch die Entstehungsgeschichte des § 1 des Patentgesetzes klar darlegt, die dort unter 2 am Ende sich findende Bestimmung: „soweit die Erfindungen nicht ein bestimmtes Verfahren zur Herstellung der Gegenstände betreffen“, nicht lediglich auf die unmittelbar vorhergehenden Worte: „von Stoffen, welche auf chemischem Wege hergestellt werden“, sondern auf den ganzen vorausgehenden Satz der Norm in Ziffer 2 bezogen werden müssen, sodann, dass die Gründe, aus welchen angenommen werden muss, dass ein für ein bestimmtes chemisches Verfahren zur Herstellung gewisser Stoffe ertheiltes Patent auch das durch dieses bestimmte Verfahren geschaffene Pro-

duct rechtlich schützt und welche dahin gipfeln, dass dieses Product erst den wahren Abschluss des betreffenden Verfahrens darstellt und diesem die erforderliche Individualität gewährt, gleichermaßen zutreffen, wenn das Product als Arzneimittel benutzt wird, sowie endlich, dass weder der Wortlaut des Gesetzes, noch Grund und Zweck desselben ein Argument gegen die vorstehende Auffassung ergeben.

Der vorige Richter nimmt hiernächst an, dass der Angeklagte das von der Baseler Gesellschaft käuflich bezogene Antipyrin, wenngleich er dasselbe nur im Freihafengebiet von Hamburg gelagert und auch nur von hier aus nach dem Auslande verkauft, doch hierdurch in den inländischen Verkehr gebracht habe. Dieser Ansicht ist beizutreten gewesen.

Indem der Angeklagte das von der Baseler Gesellschaft zum Zwecke der gewerblichen Weiterveräußerung bezogene Antipyrin in Hamburg auf Lager nahm und von hier aus verkauft und in die Hände des Käufers gelangen liess, hat er zweifellos die fragliche Waare in den Verkehr gebracht; denn dieselbe ist hierdurch ein Object von gewerblichen Veräußerungsgeschäften geworden, dieser Verkehr muss aber als ein inländischer bezeichnet werden, da die Waare bei Ausführung der erwähnten Veräußerungsgeschäfte auf deutschem Gebiete sich bewegte und transportirt wurde. Rechtlich unerheblich erscheint nach der bereits früher vom Reichsgericht kund gegebenen Ansicht (Entscheidungen in Strafsachen Band 10, S. 351), dass die Käufer im Auslande wohnten, wie andererseits der Umstand, ob die Waare den Käufern bereits in Hamburg zu Eigenthum übergeben worden ist, oder ob der Angeklagte dieselbe nur für Rechnung der Käufer an diese durch einen von ihm gedungenen Frachtführer abgesendet hat. Allein entscheidend bleibt, ob die Waare bei Ausführung von Handelsgeschäften auf deutschem Gebiete bewegt worden ist, da sie hiermit äusserlich erkennbar zum Object von Verkehrsoperationen geworden ist, und dies trifft auch in dem oben zuletzt berührten Falle zu. Der Angeklagte vermag auch nicht mit Erfolg sich darauf zu berufen, dass die Waare im Hamburger Freihafengebiet gelagert und von hier aus versendet worden ist. Denn hiernach ist dieselbe nur von der Verpflichtung zur Entrichtung des deutschen Eingangszolles befreit geblieben, indem sie sich immer ausserhalb der deutschen Zollvereinsgrenze bewegt hat. Es besteht jedoch keine gesetzliche Vorschrift dahin, dass die Ausscheidung des Freihafengebietes von Hamburg aus dem deutschen Zollvereinsgebiete auch noch nach anderen Richtungen hin rechtliche Bedeutung besitze; es bestimmt insbesondere das Patentgesetz nicht, dass die von der deutschen Zollvereinsgrenze ausgeschlossenen Gebiettheile Deutschlands auch im

Sinne des Patentgesetzes als Ausland zu gelten haben; dasselbe enthält keinerlei örtliche Beschränkung des darin für die Gebiete des Deutschen Reiches gewährten Patentschutzes.

In allen übrigen Beziehungen ergeben die Ausführungen des angefochtenen Urtheils keinerlei rechtliche Bedenken. Namentlich ist der — in der Verhandlung vor dem Revisionsgerichte speciell bekämpften — Ansicht des vorigen Richters beizutreten gewesen, dass, habe der Angeklagte nicht gewusst, dass durch die Bestimmung in § 2, Ziffer 2 des Patentgesetzes nicht nur das patentirte Verfahren, sondern gleichzeitig auch das mittels dieses Verfahrens hergestellte Product geschützt sei, es sich lediglich um einen ihn vor Strafe nicht schützenden Rechtsirrthum handele. Indem der § 34 des Patentgesetzes in Betreff des Thatbestandes des hier mit Strafe bedrohten Vergehens auf die §§ 4, 5 des Gesetzes verweist, eben hiernach aber, da die Vorschrift des § 4 ihre weitere Erläuterung und begriffliche Begrenzung in den Normen des § 1 empfängt, stillschweigend auch auf den letzteren Bezug nimmt, werden diese Normen Bestandtheile der Strafvorschrift des § 34 selbst. Ein Irrthum über Sinn und Tragweite der gesetzlichen Strafnorm und die daraus entsprungene — objectiv irrite — Annahme der Straflosigkeit eines gewissen concreten Thuns schützen aber den Thäter nie vor der gesetzlichen Strafe (vgl. Entscheidungen des Reichsgerichts Band 8, S. 149, Band 10, S. 352, Band 11, S. 95, Band 12, S. 275, Band 14, S. 36, Rechtsprechung Band 5, S. 233). Schliesslich ist noch hervorzuheben, dass aus den Gründen des Urtheils im Zusammenhange betrachtet zur Genüge erhellte, dass der vorige Richter, wenn schon er es nicht ausdrücklich feststellt, für erwiesen erachtet hat, es sei sich der Angeklagte dessen bewusst gewesen, dass die Baseler Gesellschaft keine Erlaubniss der in den Urtheilsgründen genannten Höchster Actiengesellschaft zur Auffertigung von Antipyrin mittels des dem Professor Dr. K. patentirten Verfahrens besessen hat.

Hiernach musste die Revision verworfen werden.

#### Der Mineralsalz-Bergbau im Preussischen Staate während d. J. 1889.

Die Gesammt-Gewinnung von Mineralsalzen belief sich i. J. 1889 auf 1230243 t zum Werthe von 12 620 140 M., gegen 1180 731 t und 12 154 135 M. i. J. 1888. Die Förderung fand auf 11 Werken als Hauptproduct und auf 20 Werken als Nebenproduct statt; 1 Werk befand sich noch in der Aus- und Vorrichtung. Die Belegschaft bestand aus 4284 Arbeitern (darunter 103 beim Salzschatte der Saline Schönebeck), gegen 4153 im Vorjahr.

Im Ganzen wurden gefördert:

Im Jahre	Steinsalz	Kainit	Andere Kalisalze	Bittersalz (Kieserit)	Boracit (reiner)	Zusammen
1889 Menge . . t	251 849	279 983	689 341	8 959	111	1 230 243
1888 - . . t	188 692	257 557	723 182	11 152	148	1 180 731
1889 Werth . . M.	1 145 231	4 044 220	7 329 100	68 189	33 400	12 620 140
1888 - . . M.	903 655	3 734 147	7 380 141	87 598	48 594	12 154 135

## Production der Hütten im Preussischen Staate.

Producte	Menge		Werth		Durchschnitts-werth für 1 t	
	1889 t	1888 t	1889 M.	1888 M.	1889 M.	1888 M.
Roheisen . . . . .	3 218 719,29	3 098 756,75	163 746 028	142 832 232	50,87	46,09
Zink in Blöcken . . . . .	135 972,46	133 280,29	49 334 086	43 578 005	362,82	326,97
Blei: { Blockblei . . . . .	90 809,42	89 846,77	23 036 212	22 971 754	253,68	255,68
{ Kaufglätte . . . . .	2 373,23	3 208,07	605 976	804 948	255,34	250,91
	93 182,65	93 054,84	23 642 188	23 776 702	253,71	255,51
Kupfer: { Hammergaros Block- und Rosettencupfer	21 667,99	18 900,40	24 655 217	27 614 902	1 137,86	1 461,08
{ Schwarzkupfer . . .		14,98		6 186		412,95
{ Kupferstein . . . . .	262,66	977,34	101 068	314 021	384,79	348,93
	21 930,65	19 892,72	24 756 285	27 962 109	1 128,84	1 405,65
Silber . . . . .	256 323,81	259 504,34	32 281 411	32 855 892	125,94	126,61
Gold . . . . .	179,37	195,95	501 990	548 633	2 798,63	2 799,86
Nickel (reines Nickelmetall) .	282,33	287,55	1 196 415	1 168 000	4 237,60	4 061,90

## Übersicht über die Steinkohlenförderung des Preussischen Staates i. J. 1889 nach Steinkohlenbecken.

Kohlenbecken	Betriebene Werke	Anzahl der Arbeiter	Kohlenförderung			Haldenwerth der Förderung			
			im Ganzen	durchschnittlich		im Ganzen	durchschnittlich auf		
				auf 1 Grube	auf 1 Arbeiter		1 Grube	1 Arbeiter	1 t
			t	t	t	M	M.	M.	M.
Oberschlesien . . . . .	89	44 244	15 753 310	177 003	356	61 825 271	694 666	1397	3,92
Niederschlesien . . . . .	38	14 919	3 247 565	85 462	218	20 668 029	543 896	1385	6,36
Wettin und Löbejün . . .	2	128	24 947	12 474	195	246 360	123 180	1925	9,88
Hannover (Wälderkohle)	11	2 844	506 481	46 044	178	3 588 902	326 264	1262	7,09
Grafschaft Hohnstein . . .	2	15	1 411	706	94	8 392	4 196	559	5,95
Schaumburg (1/2) . . . . .	1	776	118 695	118 695	153	976 704	976 704	1259	8,23
Minden . . . . .	2	63	5 046	2 523	80	53 305	26 655	846	10,56
Ibbenbüren . . . . .	2	1 147	224 098	112 049	195	1 721 832	860 916	1501	7,68
Ruhr . . . . .	164	115 018	33 867 374	206 508	294	184 575 655	1125 461	1605	5,45
Aachen . . . . .	14	6 187	1 412 226	100 873	228	8 341 878	595 848	1348	5,91
Saar . . . . .	13	27 041	6 275 838	482 757	232	50 574 731	3 890 364	1870	8,06
Zusammen . . . . .	338	212 382	61 436 991	181 766	289	332 581 059	983 968	1566	5,41
Dagegen 1888 . . . . .	352	198 222	59 475 351	168 964	300	291 918 935	829 315	1473	4,91

## Übersicht der Braunkohlenförderung des Preussischen Staates während d. J. 1889 nach Provinzen.

Provinz	Betriebene Werke	Arbeiter	Fördermenge <sup>1)</sup>			Haldenwerth der Förderung			
			im Ganzen	auf 1 Grube	auf 1 Arbeiter	im Ganzen	durchschnittlich auf		
			t	t	t	M.	M.	M.	M.
Brandenburg . . . . .	113	5 278	3 190 284	28 233	604	6 639 626	58 758	1258	2,08
Posen . . . . .	5	84	27 154	5 431	323	87 442	17 488	1041	3,22
Schlesien . . . . .	39	1 163	459 369	11 779	395	1 545 808	39 636	1329	3,37
Sachsen . . . . .	198	15 758	9 672 443	48 851	614	25 205 265	127 299	1600	2,61
Hannover . . . . .	3	114	26 586	8 862	233	70 225	23 408	616	2,64
Hessen Nassau . . . . .	36	980	229 116	6 364	234	959 555	26 654	979	4,19
Rheinprovinz . . . . .	30	1 235	600 095	20 003	486	820 212	27 340	664	1,37
Summe im Jahre 1889	424	24 612	14 205 047	33 502	577	35 328 133	83 321	1435	2,49
Dagegen 1888	419	23 408	13 207 888	31 522	564	32 159 347	76 753	1374	2,43

<sup>1)</sup> Als Fördermenge ist nur die absatzfähige Kohle verzeichnet.

Die Quecksilbergewinnung der Welt beträgt nach einem von dem nordamerikanischen Censusamte in Washington herausgegebenen Berichte Flaschen:

Jahr	Ver. Staaten	Almaden Spanien	Idria Österreich	Italien
1880	59 926	45 322	10 510	3410
1881	60 851	44 989	11 333	3760
1882	52 732	46 716	11 663	4110
1883	46 725	49 177	13 152	6065
1884	31 913	48 098	13 967	7850
1885	32 073	45 813	13 503	6965
1886	29 981	51 199	14 496	7375
1887	33 760	53 276	14 676	7075
1888	33 250	51 872	14 962	9830
1889	26 464	49 477	15 295	10000

W e i n b a u d e r E r d e b e t r u g i. J. 1890 i n r u n d e n Z a h l e n (Allg. Weinztg. 1890 S. 313):

	Fläche ha	Wein hl
Frankreich . . . .	1 900 000	30 000 000
Algier . . . .	120 000	2 500 000
Italien . . . .	1 800 000	28 000 000
Spanien . . . .	1 750 000	25 000 000
Österreich-Ungarn .	600 000	10 000 000
Rumänien . . . .	150 000	5 000 000
Deutschland . . . .	100 000	4 500 000
Portugal . . . .	200 000	4 000 000
Türkei und Cypern .	100 000	3 500 000
Russland . . . .	150 000	1 500 000
Griechenland . . . .	75 000	1 500 000
Vereinigte Staaten .	45 000	1 500 000
Chili und La Plata .	30 000	1 000 000

## Patentanmeldungen.

### Klasse:

#### 2. April 1891.

26. B. 11 470. Herstellung von Leucht- und **Heizgas** mittels eines ununterbrochen betriebenen Schachtofens. — C. Bolz und A. Lühning in Charlottenburg, Kirchstr. 33 I.

#### 6. April.

12. R. 6408. Verfahren zur Darstellung eines Jodderivates des **Phenacets**. — J. D. Riedel in Berlin N., Gerichtstr. 12/13.

78. W. 7036. Verfahren zur Darstellung von **Sprengölen**, Dynamiten u. s. w. — Dr. Alfred Wohl in Berlin W., Kurfürstendamm 113.

80. G. 6227. **Schachtofen** mit schräger Sohle und schrägem Rost zum continuirlichen Brennen von Cement und dergl. — Robert Guthmann in Berlin, Wallstr. 25.

#### 9. April.

22. B. 11 280. Verfahren zur Darstellung von **Sulfosäuren** eines rothen basischen Naphthuinfarbstoffes (II. Zusatz zum Patente No. 45 370.) — Badische Anilin- und Soda-fabrik in Ludwigshafen a. Rh.

— K. 8390. Verfahren zur Darstellung gelber **Farbstoffe** aus Dehydrothiophidin. — Kalle & Co. in Biebrich a. Rh.

#### 13. April.

6. B. 11 364. Apparat zur Erzielung höchstrectifizirten hochgradigen **Spirits** direct aus der Maische. — Alfred Bandholtz in Berlin, Grenadierstrasse 40 III.

22. L. 6098. Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung grüner **Azinfarbstoffe**. (II. Zusatz zum Patente No. 54 087.) — A. Leonhardt & Co. in Mühlheim i. II.

## Deutsche Gesellschaft für angewandte Chemie.

### Sitzungsberichte der Bezirksvereine.

#### Hannoverscher Bezirksverein.

Sitzung am 4. April.

Director A: **Prinzhorn** hält in Anschluss an seinen Vortrag über die Gewinnung des Kautschuks (S. 190 d. Z.) seinen, unter Vorlegung einer sehr reichen Sammlung von Kautschuk in den verschiedensten Zuständen der Verarbeitung, Abbildungen u. dgl. erläuterten Vortrag über:

#### Die Verarbeitung des Kautschuks.

Alle Rohkautschuke enthalten mehr oder weniger Unreinigkeiten, die theils zufällige sind, theils absichtlich beigemischt werden. Sie bestehen zum grossen Theil aus Bestandtheilen des die Kautschukmilch liefernden Baumes, sowie aus Sand, Lehm u. dergl. Alle Rohkautschuke enthalten außerdem auch noch Wasser.

Ehe der Kautschuk weiter benutzt werden kann, ist zunächst eine Reinigung desselben und ein Trocknen erforderlich. Zum Zwecke der Reinigung wird der Rohkautschuk in warmem Wasser erweicht und dann zwischen Walzenpaaren zerrissen. Die Walzen drehen sich entweder mit gleicher oder mit ungleicher Geschwindigkeit gegen einander und sind meistens gerieft. Es findet hierbei ein Zerreissen des Kautschuks statt und durch auffliessendes kaltes Wasser werden die so frei gelegten Unreinigkeiten fortgespült.

Der Kautschuk wird durch eine ganze Menge solcher Walzenpaare geschickt, bis er schliesslich

vollständig frei von Unreinigkeiten ist und die Form von Fellen angenommen hat. Diese werden dann bei einer Temperatur von 30 bis 40° getrocknet. Dieser getrocknete Kautschuk hat meistens eine bräunliche Farbe, manche Sorten sind tiefschwarz.

Um aus dem so gereinigten Kautschuk nun die verschiedenartigen Artikel, die heute aus Kautschuk hergestellt werden, anzufertigen, ist es erforderlich, dem Kautschuk die Form grösserer, zusammenhängender Flächen zu geben, und kann dies auf dreierlei verschiedene Weise geschehen.

Einmal dadurch, dass man den gereinigten Kautschuk durch Kneten vereinigt und so grössere oder kleinere massive Blöcke herstellt, aus denen man nachher Platten schneiden kann.

Zweitens kann man den Kautschuk lösen und zwar entweder rein oder unter vorherigem Zusatz von Schwefel, sowie anderer Stoffe und aus dieser Lösung durch Verdunstenlassen des Lösungsmittels auf besonderen Maschinen ebenfalls Platten herstellen.

Oder endlich drittens bringt man den Kautschuk durch Kneten zwischen erwärmteten Walzen in einen plastischen Zustand und zieht aus dieser plastischen Masse, der man vorher auch Schwefel und andere Materialien beimengen kann, zwischen den Walzen eines Kalanders ebenfalls Platten.

Schon Hancock fand bei seinen Versuchen am Anfang dieses Jahrhunderts, wie störend es war, dass der Kautschuk in Stücken von unregel-