

entgangen. Es heisst darin wörtlich: „Ich habe durch viele und mannigfache Versuche die Erfahrung gemacht, dass die Oxydation mittels Schwefelsäure und des Sauerstoffes der Luft immer eine begrenzte ist und nur ein gewisser Theil der Naphtene oxydirt wird, welcher allerdings genügt, um nachher mit Alkalien Emulsionen zu bilden, welche scheinbar in Wasser löslich sind. Dieselben Emulsionen werden erhalten durch Mischen von Mineralölen mit einigen Procenten von animалиschen oder vegetabilischen Ölen oder Olein, weshwegen in dem Raymaecker'schen Patente auch ein Patentanspruch dahin lautete, dass, sobald die Verseifung des Mineralöles nicht prompt eintrete, man nur bis zu einem Drittel Olein oder fette Öle zuzumischen brauche, um eine sofortige vollständige Verseifung zu erzielen.“ Später (das. S. 86) drückte ich mich noch bestimmter aus und zwar: „Meine Versuche haben mir gezeigt, dass das Vorhandensein von natürlich oxydirten Naphthenen im Erdöle in gemessenen Quantitäten die nachherige Oxydation mittels Sauerstoff bedeutend erleichtert, weswegen ich mich zur Herstellung der oxydirten Mineralöle immer der rohen Destillate bediene, welche durch Destillation mittels überhitzter Wasserdämpfe aus Naphtoresiduen erhalten werden. Ohne die Destillate in Fractionen zu theilen, wird ein Gemisch derselben vom ungefähr spec. Gewichte 0,900 erhalten. Wird nun dieses Gemisch der Destillate mit Schwefelsäure und Braunstein unter gleichzeitigem Durchleiten von Luft unter Druck behandelt, so erhält man ein Product, welches bei der nachherigen Destillation mittels überhitzter Dämpfe und im Vacuum ungefähr 60 bis 80 Proc. Ausbeute an Fractionen liefert, die sämtlich direct mit concent. Alkalien verseifbar sind.“

Aus dem Gesagten geht also hervor, dass das Herrn F. W. Klever in Köln von Dr. v. Lohr als quasi Errungenschaft zugeschriebene Gelingen der Herstellung von mit Wasser emulsionirenden, unter Anwendung von Sauerstoff und starkem Druck hergestellten Kohlenwasserstoffen bereits von mir vor 2 Jahren veröffentlicht worden. (Comprimirter Sauerstoff und Erhitzen ist dabei gar nicht nöthig, um zu diesen Resultaten zu gelangen.)

Dass die praktische Ausbeutung meiner Erfindung noch nicht bewerkstelligt, liegt an persönlichen Verhältnissen, wie ich dies bereits a. a. O. erwähnte.

Louvain, Juli 1894.

R. H. Haack.

### Elektrochemie.

**Krystallinische Kohlenstoff-siliciumverbindung von E. G. Acheson (D.R.P. No. 76 629).** Der Beachtung, welche das Carborundum bereits gefunden hat (S. 562 d. Z.), wegen, möge die Patentschrift wörtlich folgen.

Die Erfindung betrifft die Erzeugung eines künstlichen, krystallinischen Kohlenstoffmaterials,

hauptsächlich bestehend aus einer Verbindung von Kohlenstoff und Silicium. Diese Verbindung ist als Siliciumcarburet oder Kohlenstoffsilicid mit der chemischen Formel Si C zu bezeichnen (vergl. C. rend. 114, 1089). Das Material hat Eigenschaften, welche es namentlich zur Verwendung als Schleifmittel an Stelle von Diamantpulver und Schmiergel geeignet erscheinen lassen; es ist äusserst hart, dabei feuerbeständig und nicht schmelzbar.

Das Verfahren zur Herstellung des Carborund gründet sich auf die von dem Erfinder beobachtete Erscheinung, dass kohlenstoffhaltige Materialien in Verbindung mit anderen Materialien, wenn sie der Erhitzung mittels eines hindurchgeleiteten elektrischen Stromes ausgesetzt werden, zur Erzeugung einer Masse von krystallinischem Gefüge Anlass geben, der die angegebenen Eigenschaften zukommen und welche nach gehöriger Zerkleinerung und Vorbereitung zu allen den Zwecken benutzbar ist, zu welchen Korundschmiergel angewendet wird.

In der Ausführung der Erfindung verfährt man so, dass man ein beliebiges Kohlenstoffmaterial, zweckmässig ein solches, welches möglichst reiner Kohlenstoff ist, zur Mischung mit Kiesel oder einem Silicat (Aluminium- oder Calciumsilicat u. dgl.) auswählt, und dass diese Bestandtheile nach Mengung in geeignetem Verhältniss der Wirkung eines elektrischen Stromes von genügender Stärke und während genügender Zeitdauer ausgesetzt werden. Von praktischem Vortheil ist es, wenn irgend ein Material, welches geeignet ist, als Flussmittel zu wirken, wie gewöhnliches Salz oder ähnliche Zuschläge zugesetzt werden.

Die Versuche haben gezeigt, dass als Kohlenstoff gebendes Material gewöhnlicher Koks, wie er aus bituminöser Kohle erhalten wird, oder Gasretortenkohle geeignet ist und gute Resultate erzielen lässt, wobei zu bemerken ist, dass, je reineres Kohlenstoffmaterial angewendet wird, um so vollkommenere Produkte erzeugt werden. Dieses Kohlenstoffmaterial wird in gehörigem Grade zerkleinert und mit einer zweckmässig erscheinenden Menge Kieselerde, Thonerdesilicat oder dergleichen, sowie ferner zur Begünstigung des Prozesses mit Zuschlägen, wie Kochsalz, gemischt, worauf die ganze Masse einer Zerkleinerung und gehörigen Durchmischung zu unterwerfen ist. Alsdann setzt man die Masse einem hohen Hitzegrad aus, indem man sich zweckmässig eines sogenannten elektrischen Ofens bedient. Beliebige Ausführungsformen von solchen Öfen bieten sich, sofern sie fähig sind, entsprechend hohe Temperaturen auszuhalten, zur Benutzung dar; die Mischung wird in den Ofen derart eingebracht, dass der elektrische Strom durch die Masse hindurchgehen kann. Da ein verhältnismässig hoher Widerstand, nachdem die Masse eben in den Ofen eingebracht ist, sich dem Durchgang des elektrischen Stromes bietet, so zeigt es sich in der Regel wünschenswerth, diesen Widerstand etwas zu verringern, indem man ein leitendes Material hinzugibt. Zweckmässig kann das auf die Weise geschehen, dass man einen Kern solchen leitenden Materials (als welches Graphit in pulveriger oder fester Form mit Erfolg benutzt werden kann) in der Masse herstellt. Das Kernmaterial besteht zweckmässig deshalb aus Graphit, da dieser weniger als andere leitende Stoffe die Natur des Productes

beeinflusst. In Fig. 207 ist ein zur Ausführung des Verfahrens geeigneter Ofen *A* im Querschnitt veranschaulicht. Die Wandungen *C* können aus feuerfesten Ziegeln oder ähnlichem Material bestehen und nehmen die gegenüberstehenden Elektroden *BB* auf. Die Elektroden *BB* sind aussen mit den Strom zuführenden Drähten versehen, die mit einer Dynamomaschine *D* oder anderen Elektricitätsquelle *D* in Verbindung stehen.

Das Material *M* erfüllt den Ofen um die Elektroden und den Kern herum. Wird der erwähnte leitende Kern angewendet, so soll er, wie bei *E* dargestellt, zwischen den Enden der Elektroden *BB* angeordnet werden.

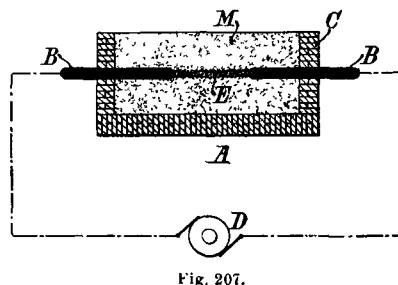


Fig. 207.

Leitet man durch den Apparat einen Strom von genügender Stärke, die vorzugsweise geringer im Anfang und grosser beim Fortgange des Verfahrens ist, so wird die Masse auf hohe Temperatur erhitzt und da sFlüssmittel schmilzt, wodurch das Material eine innige Vereinigung seiner Bestandtheile erfährt, als deren Ergebniss krystallinische Kohlenstoffprodukte sich bilden. Während des Processes finden chemische Verbindungen und Zersetzung statt, welche zu der Erzeugung von Gasen, Dämpfen und flüchtigen Salzen Veranlassung geben, die man aus dem Ofen entweichen lässt. Als Rückstand erhält man in dem Ofen die Producte des Processes, Graphit, amorphen Kohlenstoff und das mit dem Namen Carborund belegte Material, während ferner ein nicht ganz umgewandelter Theil der Ofenfüllung ebenfalls zurückbleibt, an welchem die verschiedenen Stadien der Umwandlung kenntlich sind und der bei einer neuen Füllung mitverwendet werden kann.

Das Zusammensetzungsvorhältniss der erhaltenen krystallinischen Substanz hängt von nicht näher zu erläuternden Umständen und Vorbedingungen des Verfahrens ab. In der Regel findet sich die krystallinische Substanz in einer den Kern umgebenden Zone. Die eigenartige Beschaffenheit des krystallinischen Materials richtet sich theils nach der Stärke des Stromes, theils nach der Zeit der Einwirkung, theils nach der Zusammensetzung und sonstigen Beschaffenheit des Materials. Der Erfinder wendet passender Weise folgende Gewichtsverhältnisse an: reine Kohle 50 Proc., Kiesel säure oder Aluminiumsilicat 25 Proc. und gewöhnliches Salz 25 Proc. Ist der Process vollendet, so nimmt man die Producte aus dem Ofen heraus und befreit das Kohlenstoffmaterial von Graphit und anderen Unreinigkeiten, bricht es in kleine Stücke, um es auszukochen und zu waschen und schliesslich durch Wärme zu trocknen. Hierauf kann es in Krystalle von verschiedenem Feinheits-

grade sortirt werden. Die krystallinische Substanz, wie sie nach dem angegebenen Verfahrensbeispiel erhalten wird, ist stark glänzend und hat in der Regel eine dunkle Färbung, wobei diese letztere namentlich von der verwendeten Materialart abhängt. Die Krystalle scheinen nicht von regelmässiger Form zu sein, sondern gleichen Diamantstaub, indem als allgemeine Krystallform die oktaedrische auftritt, obgleich auch andere wohl ausgeprägte Formen beobachtet werden können. Viele von diesen Krystallen sind undurchsichtig, aber einige durchsichtig und farblos, wieder andere sind mannigfach gefärbt. Die Krystalle sind äusserst hart und in hohem Grade feuerbeständig, indem sie wenigstens eine Zeit lang dem Sauerstoffgebläse Stand halten.

Wenn eine Mischung aus Kohle, Kieselader und Chlornatrium in ungefähr dem angegebenen Verhältniss angewendet wird, so hat das Product folgende durchschnittliche Zusammensetzung:

Si	69,19	Proc.
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	0,38	-
Ca O	0,19	-
Mg O	0,06	-
C	29,71	-
O	0,47	-

Wenn eine Mischung aus Kohle, Thon (Aluminumsilicat) und Chlornatrium gemäss den angegebenen Verhältnissen angewendet wird, ergibt die Analyse:

C	30,09	Proc.
Si	60,51	-
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	4,78	-
Ca O	0,17	-
Mg O	0,18	-
O	4,27	-

Hiernach ist die Annahme berechtigt, dass das Carborund genannte Material eine bisher nicht bekannte Verbindung des Siliciums mit Kohlenstoff ist, welche im Zustande der Reinheit mit Si C zu bezeichnen ist.

Bezüglich der praktischen Anwendung des neuen Materials soll schliesslich noch bemerkt werden, dass es ausser als Schleifmittel zum Ersatz von Diamantpulver (zum Schneiden und Schleifen von Edelsteinen u. dergl.) auch bei der Herstellung von Kohlekörpern verwendet werden kann, die zur Erzeugung des elektrischen Lichtes dienen.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung einer krystallinischen Kohlenstoffsiliciumverbindung, dadurch gekennzeichnet, dass kohlenstoffhaltiges Material (Koks) in Mischung mit Kiesel säure oder einem Silicat (Aluminium- oder Calciumsilicat) zweckmässig unter Zuschlag eines Flüssmittels der Erhitzung mittels eines hindurchgeleiteten elektrischen Stromes unterworfen wird, wobei zur Erhöhung der Leitfähigkeit des Gemisches zwischen den Elektroden ein Graphitkern gebracht werden kann.

**Zur Elektrolyse von Salzlösungen**  
will H. Y. Castner (D.R.P. No. 77 064) ein Alkaliamalgam (aus einer Lösung von Chlornatrium) auf elektrolytischem Wege unter Benutzung einer Quecksilberelektrode

erzeugen und hierauf in eine zweite Abtheilung bewegen, wo die Zerlegung des Amalgams bez. die Bildung von Ätzalkali in geeigneter Weise erfolgt. Um die Circulation des Quecksilbers und Amalgams zu sichern, werden die elektrolytischen Zellen so angeordnet, dass sie in regelmässigen Zwischenräumen in Schwingung gesetzt oder geneigt werden können, so dass das Quecksilber bez. das Amalgam an dem Boden einer Abtheilung nach der in der Reihe nächsten Abtheilung fliessst, aus der es wieder zurücktritt, nachdem es in derselben einer geeigneten Einwirkung unterstand. Der Zweck kann dadurch erreicht werden, dass man das Bad gelenkig lagert oder unterstützt, und dass alsdann auf dieses Bad die erforderliche Kippbewegung übertragen wird.

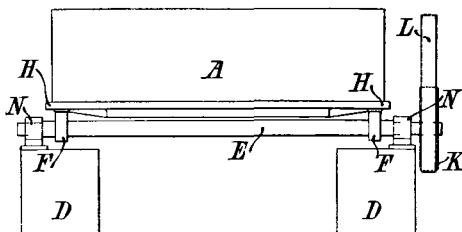


Fig. 208.

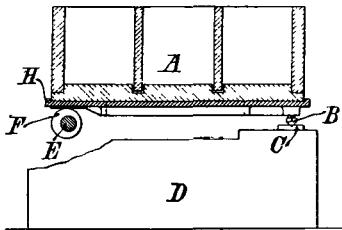


Fig. 209.

Fig. 208 und 209 zeigen einen elektrolytischen Apparat *A* mit drei Abtheilungen. Das hintere Ende desselben wird von einstellbaren Schneiden *B* getragen, durch welche der Höhenstand der Zelle eingerichtet werden kann. Diese Schneiden sitzen auf Metallplatten *C* auf, welche wiederum auf den üblichen Tragewänden oder einem Gestell *D* vorgesehen werden. Das vordere Ende des Apparates ruht auf Excentern *F*, die auf einer Welle *E* sitzen. Diese Excenter legen sich gegen die Metallplatte *H* oder unmittelbar gegen den Boden der Zelle. Da indessen die Zellen häufig aus Schiefer oder einem ähnlichen Material hergestellt werden, so wird sich eine metallische Anlagefläche häufig als zweckmässig ergeben. Die Welle *E* wird in geeigneter Weise gelagert und angetrieben. Nach der Darstellung läuft sie in den Lagern *N*, und der Antrieb erfolgt durch eine Riemscheibe *K* und den Riemen *L*. Die Umdrehungsgeschwindigkeit

dieser Welle und die Gestalt der Excenter ändern sich nothwendigerweise und hängen von der Neigung, welche der Zelle gegeben werden soll, sowie endlich von der Geschwindigkeit ab, mit welcher diese Kippbewegung zu wiederholen ist.

Bei Ausführung des Verfahrens dürfte bei einer Tiefe des Quecksilbers oder Amalgams von etwa 3 mm die Hebe- und Senkbewegung des vorderen Endes der Zelle nur um etwa 3 mm über bez. unter die horizontale Ebene nothwendig sein. Diese Leistung kann mit einem Excenter erzielt werden, das eine Excentricität von etwa 6 mm hat.

Vorbereitung zinkischer Rohstoffe zur Elektrolyse. Nach G. Nahnsen (D.R.P. No. 77 127) muss bei blendehaltigem Material der Röstprocess so geleitet werden, dass mehr Sulfat gebildet wird, als wie es jetzt gewöhnlich der Fall ist. Hierauf wird das Röstgut ausgewaschen. Bei diesem Waschprocess, der durch Umrühren und Erwärmen zu unterstützen ist, setzt sich Zinkvitriol mit Kalk und Magnesia, soweit dieselben durch den Röstprocess nicht selbst schon sulfatisirt sind, zu Gyps und Magnesiumsulfat um. Letzteres wird durch das Auswaschen vollständig entfernt, der Gyps dagegen bleibt überwiegend im Röstgut zurück, aber ohne jede Schädigung. Wenn der Elektrolyt einmal mit Gyps gesättigt ist, was den Niederschlag nicht schädigt, so ist er nicht mehr im Stande, weitere Mengen Gyps aufzunehmen; für den mit Gyps gesättigten Elektrolyten ist somit der im Röstgut vorhandene Gyps unlöslich. Ist aber mehr Zink bei dem Röstprocess sulfatisirt, als dem Gehalt an Kalk und Magnesia entspricht, so wird dieser überschüssige Zinkvitriol ebenfalls durch die Auswaschung entfernt und kann für kalk- und magnesiahaltige Galmeie verwendet werden, um diese beiden Bestandtheile zu sulfatisiren und unschädlich zu machen.

Die bei dieser Arbeitsweise nothwendige Änderung in der Röstung ist aber nur auf Kosten eines schnelleren Verschleisses der Röstöfen durchzuführen und stellt sich deshalb etwas theurer wie die jetzt übliche Röstung. Aber auch in dem Röstgut, wie es jetzt zumeist gewonnen wird, macht die Unschädlichmachung der elektropositiven Bestandtheile keine nennenswerthen Schwierigkeiten. Wenn die im Röstgut vorhandenen Schwefelsäureverbindungen nicht genügen, bei Behandlung mit Wasser Kalk und Magnesia zu sulfatisiren, so ist das Röstgut auszuwaschen, indem man die diesen Materialien

entsprechende Menge Säure dem Waschwasser hinzufügt. An Stelle der Säuren sind auch Zink- und Eisenoxydsalze verwendbar. Beide werden durch die Behandlung mit dem Röstgut nach bekannter einfacher chemischer Reaction mit Kalk und Magnesium umgesetzt, so dass Zink- oder Eisenoxyd gefällt wird. Es empfiehlt sich zu diesem Zweck der in den Kanälen der Röstöfen sich ansammelnde, stark zinkvitriolhaltige Flugstaub, welcher durch diesen Waschprocess zugleich mit in eine für die Elektrolyse geeignete Form, in Zinkoxyd, übergeführt wird und so besser verwerthbar ist als bisher. Dieses Auslaugen wird in analoger Weise auch bei kalk- und magnesiahaltigen Galmeien angewendet.

### Apparate.

Kühler für Laboratorien. Nach J. Walter (J. pr. Ch. 49, Sonderabdr.) wird ein dünnes Metallrohr zu einer Spirale gewunden, deren äusserer Durchmesser dem Kolbenhals oder der Glasröhre angepasst ist, in welcher sie Verwendung finden soll. Für einen kleinen Kühler (Fig. 210) sind 120 cm-

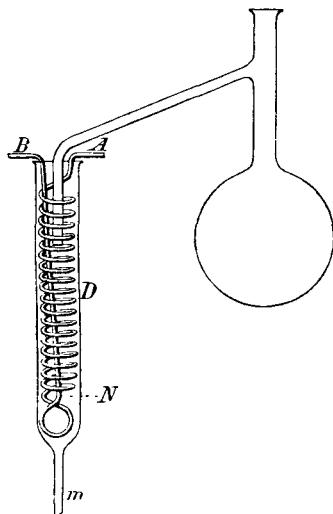


Fig. 210.

Metallröhren erforderlich; Verf. benutzt solche aus Kupfer von 3 mm äusserem und 2 mm innerem Durchmesser. Durch Umbiegen über eine Glasröhre stellt man zunächst die untere Schlinge her, legt hierauf den Theil *NB*, welcher in der Mitte gerade durchgehen soll, in eine Glasröhre, deren äusserer Durchmesser dem inneren der zu bildenden Spirale entspricht, undwickelt den längeren Theil des Metallröhrens auf die Glasröhre. Die Windungen kann man auch enger aneinanderlegen, als angegeben ist, um damit die Vorrichtung, bei gleicher Kühlfläche, noch weiter zu verkürzen oder

auf die gleiche Länge ein längeres Röhrchen aufzuwickeln und die Kühlfläche zu vergrössern. Ausser der Schlinge geht die Herstellung ganz gut, doch diese knickt gern ein, Ausfüllen mit Harz, Schellack u. dgl. — durch Aufsaugen des möglichst stark erhitzen Harzes mit der Pumpe in das vorher genügend erwärme Röhrchen —, Ausschmelzung und Reinigung mit einem Lösungsmittel nach dem Biegen erleichtert die Sache. Mit den beiden rechtwinklig umgebogenen Enden auf dem Kolbenhals ruhend, hängt die Spirale in diesen hinein, wenn sie als Rückflusskühler für einen Kolben benutzt wird; das Wasser tritt bei *A* ein. Ist der Kolbenhals ziemlich weiter als eine eben vorhandene Kühlspirale, so wirkt diese schlecht; in diesem Fall hängt man dieselbe in eine passende Glasröhre und befestigt mit Stopfen, entweder nach abwärts gerichtet in den Hals oder nach aufwärts, über demselben; auf letztere Weise verfährt man ebenfalls bei zu engem Kolbenhals, unter Verwendung eines unten entsprechend ausgezogenen Glasrohres.

Koch-, Schmelz- und Verdampfungsgefäß von Th. Frederking (D.R.P. No. 77213). Um Gefäße von beliebiger Form, z. B. rechteckig, für dieselben Zwecke zu gestalten, welchen das Gefäß (d. Z. 1892, 492) dient, kann die von Röhren durchzogene massive Heizwandung aus einzelnen Theilen zusammengesetzt werden, z. B. aus Platten, welche entweder zusammen der Gefäßform sich anschliessen, oder einzeln so angeordnet werden, dass nur bestimmte Theile oder Flächen des Gefäßes (Boden oder Seitenwände) daraus gebildet oder auch, durch Einlage solcher Wände in ein Gefäß, davon bedeckt sind. Auch durch eine oder mehrere in ein gewöhnliches Gefäß eingesetzte massive, von Röhren durchzogene Zwischenwände wird in einzelnen Fällen derselbe Zweck erreicht, welcher durch das Gefäß angestrebt wird. Das Gefäß kann vermöge seiner Eigenschaften nicht nur zur Übertragung von Wärme verwendet, sondern auch dazu benutzt werden, durch seine in massive Wände eingebetteten Rohre jede Temperatur, auch Kälte, dem Gefäßinhalt zuzuführen.

Zum ununterbrochenen Erhitzen körniger Stoffe, wie feuerfesten Thon, Schieferthon, Magnesit, Bauxit u. dgl. streichen nach C. Popp (D.R.P. No. 76282) die Flammen einer Feuerung *d*<sup>1</sup> (Fig. 211 u. 212) beliebiger Einrichtung zunächst durch einen Flugaschenbehälter *b* in den Herd *c*,

in welchen mehrere Arbeitsöffnungen  $f'$  e führen, um dann durch den aus zwei gegen einander geneigten, schief ansteigenden Kanälen  $rr'$  gebildeten Zug und die vom oberen Ende desselben ausgehenden Kanäle  $v$  und den Kanal  $q$  in den Schornstein zu ziehen. Das zu brennende Material wird auf die Plattform  $P$  geschüttet und von dort schon getrocknet zur Gicht  $G$  geschaufelt, so dass es diese völlig bedeckt und schliesst. Es gleitet auf der geneigten, die

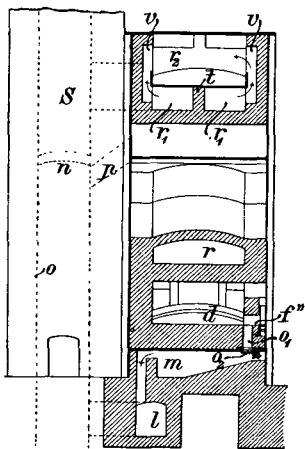


Fig. 211.

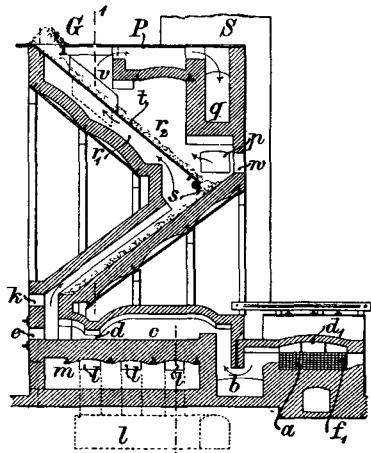


Fig. 212.

Decke des Kanals  $r^1$  bildenden Platte  $t$  herab und wird dabei von den unter dieser Platte hinstreichenden Verbrennungsproducten erwärmt. Von dem unteren Ende der Platte  $t$  gelangt das getrocknete und vorwärmte Material an der am unteren Rand der Platte  $t$  behufs Regulirung des Materialzulaufes drehbaren Klappe  $s$  vorbei in den Theil  $r$  des Zuges, wo es von den eben aus dem Herd kommenden heissen Verbrennungsproducten bestrichen und zum Glühen erhitzt wird.

Das bereits glühende Material wird als-

dann auf den Herd  $c$  gekrückt (wozu die Arbeitsöffnung  $k$  dient) und auf dessen Boden durch Krücken gleichförmig vertheilt, zu welchem Zweck die Arbeitsthür  $e$  vorgesehen ist. Im Herd  $c$  wird das Material fertig gebrannt und sodann durch Schläuche  $o^1$  in den unter dem Herd gelegenen Abkühlungsraum befördert, zu welchem Zwecke die Arbeitsöffnungen  $f'$  an der Herdseite angebracht sind; diese Öffnungen dienen auch zum Wenden des Materials während des Brennens. Die durch das sich abkühlende Material erhitzte Luft streicht durch Kanäle  $l$  in die im unteren Theil des Schornsteins angebrachte Kammer  $o$  und von da aus durch einen Kanal  $p$  in den oberhalb der Platte  $t$  gelegenen Zug  $r^2$ , wo sie das eben eingetretene Material trocknen hilft, und entweicht durch die erwähnten Kanäle  $v$  und  $q$  gemeinsam mit den Verbrennungsproducten in den oberen Theil  $S$  des Schornsteins, der von der Kammer durch ein Gewölbe getrennt ist. Die Schläuche  $o^1$  können unten durch Schieber  $o^3$  abgeschlossen werden, welche man beim Entleeren des Herdes öffnet. Das abgekühlte gebrannte Material wird aus dem Raum  $m$  durch eine besondere Thür herausbefördert.

## Unorganische Stoffe.

Zur Darstellung von Aluminiumchlorid durch Einwirkung von Salzsäure auf Aluminium genügt nach P. Askenasy (D.R.P. No. 76 909) die Hitze des siedenden Schwefels. In dem Gefäß *A* (Fig. 213)

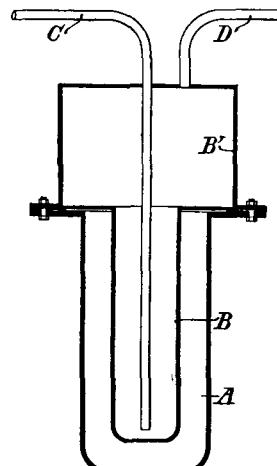


Fig. 213.

werden durch passende Erhitzung Schwefeldämpfe erzeugt. In dasselbe ist das emailierte Gefäß *B* hineingehängt, dessen unterer röhrenförmiger Theil mit Aluminium gefüllt wird. Durch das Rohr *C* strömt gasförmige

Salzsäure ein. An den Wänden des oberen weiteren Theiles *B*<sup>1</sup> des Gefäßes setzt sich das gebildete Chlorid ab, während durch das Rohr *D* der Wasserstoff entweicht.

Zur Herstellung von Eisenoxydfarben werden nach H. & W. Pataky (D.R.P. No. 77114) die natürlichen oder künstlichen Eisenoxyde mit Alkalinitrat in wechselnden Gewichtsverhältnissen innig gemischt, durch Glühen in Eisenoxydalkali übergeführt, das Glühprodukt wird fein gemahlen und durch Ablöschen mit heißem Wasser oder Ätzalkalilauge in Eisenoxydhydrat übergeführt, welches nach gründlichem Auswaschen (u. U. unter Zusatz einer geringen Menge einer Mineralsäure) durch Glühen in wertvolle Eisenoxydfarben übergeführt wird. (Vgl. S. 567.)

Zur ununterbrochenen Herstellung von Kohlensäure soll man nach H. Lane und J. Pullmann (D.R.P. No. 77150) eine begrenzte Menge Kohlenoxyd, zu deren Erzeugung Luft durch glühende Kohle geleitet wird, durch erhitzte Oxydationsmittel in Kohlensäure überführen, die letztere zum Theil als solche verwenden, zum Theil wieder durch glühende Kohle unter Volumenvergrösserung zu Kohlenoxyd reduzieren.

Apparat zur Herstellung von Calciumbisulfitlauge von der Maschinenbauanstalt Gölzern (D.R.P. No. 77069). Zwei Laugenbehälter *A* (Fig. 214 bis 216) dienen zur Aufnahme der im Absorptionsapparat fertig gestellten Sulfitlauge. Darüber befinden sich an einander gereiht eine Anzahl Absorptionszellen *B*, die mit ziemlich verdünnter Kalkmilch angefüllt sind und in welche die von der Erzeugungsstelle kommenden  $\text{SO}_2$ -Gase zuerst eingeführt werden. Über diesen unteren ersten Absorptionszellen *B* befindet sich eine zweite Reihe ebenfalls an einander gerückter, theils offener, theils geschlossener Zellen, von welchen die geschlossenen Zellen *C* concentrirte Kalkmilch enthalten und als zweite Absorptionszellen dienen, in der Weise, dass die in den ersten Absorptionszellen *B* nicht absorbierten Gase in diese zweiten Zellen *C* eingeführt und hier durch die concentrirte Kalkmilch vollständig aufgenommen werden. Von den offenen Zellen dient die mittlere *D* zum Anmachen und Aufröhren der Kalkmilch, welche durch passend angebrachte Schieber in die Absorptionszellen *C* und *B* einfließen kann. Die beiden äussersten offenen Zellen dienen zur Aufnahme der Kühlvorrichtungen, und zwar enthält die

Zelle *E* eine kurze, weite Kühlslange zum Abkühlen der frisch erzeugten schwefligsäuren Gase, während die Zelle *F* eine lange, enge Kühlslange enthält zum Abkühlen der unter Druck aus den Cellulosekochern abströmenden schwefligsäuren Gase.

Die in einem Schwefel- oder Kiesofen erzeugten oder durch flüssige schweflige Säure entwickelten Gase gelangen unter

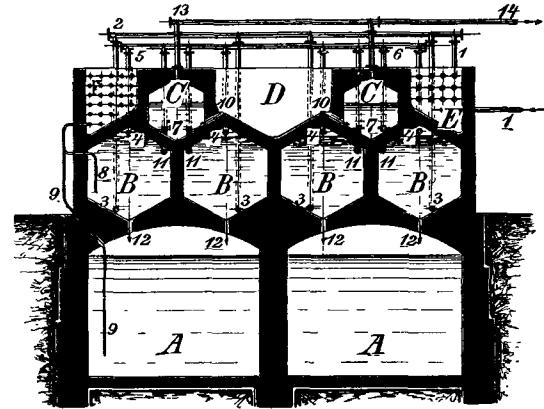


Fig. 214.

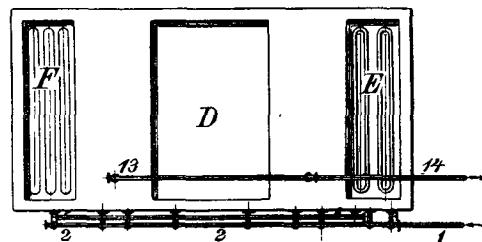


Fig. 215.

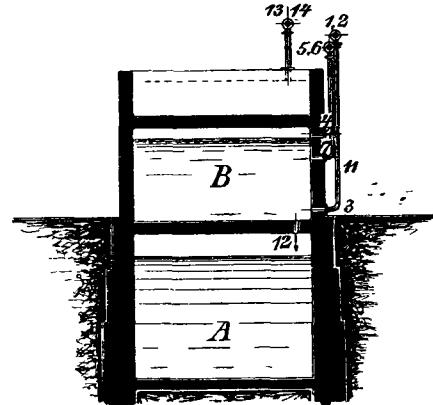


Fig. 216.

Druck oder durch Ansaugen in die Kühlslange der Zelle *E*, steigen in das Vertheilungsrohr 1, 2 und gelangen von da nach Wahl bei 3 in eine oder mehrere, verdünnte Kalkmilch enthaltende erste Absorptionszellen *B*; hier werden die  $\text{SO}_2$ -Gase zum grössten Theil absorbiert, d. h. an die Kalkmilch zu gelöstem, zweifach schwefligsäurem Kalk gebunden; die in den Zellen

*B* nicht absorbirten Gase treten bei 4 aus, steigen in das Vertheilungsrohr 5, 6 und gelangen nach Wahl bei 7 in eine concentrirte Kalkmilch enthaltende zweite Absorptionszelle *C*, um darin vollständig an die Kalkmilch gebunden zu werden. Parallel zu der Verarbeitung frisch erzeugter  $\text{SO}_2$ -Gase können in demselben Apparate die aus den Cellulosekochern abdampfenden, sog. Übertriebs- $\text{SO}_2$ -Gase nutzbar gemacht werden. Diese warmen gespannten Gase werden in die enge, lange Kühlslange der Zelle *F* eingeleitet und gelangen abgekühlt durch Rohr 8 in die unteren Absorptionszellen *B* bez. auch direct durch Rohr 9 in die Laugenbehälter *A*, wenn der Vor- rathslauge mehr freie  $\text{SO}_2$ -Gase zugeführt werden sollen.

Die in *D* angesetzte concentrirte Kalkmilch fliesst durch die Ableitung 10 vorerst in die höheren Absorptionszellen *C*, und nachdem sie hier bereits angesäuert ist, wird sie durch Rohr 11 nach den unteren Absorptionszellen *B* abgelassen und durch Zulassen von Wasser auf den richtigen Grad verdünnt. Sie bleibt in *B*, bis sie die nöthigen  $\text{SO}_2$ -Gase aufgenommen hat, um dann als fertige Sulfitlauge durch die Ableitung 12 in die Laugenbehälter abzufliessen.

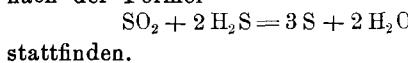
Sollen die schwefligsauren Gase bei obigem Arbeitsprocess durchgesaugt werden, dann müssen die oberen Absorptionszellen *C* durch die Röhren 13, 14 mit einer Vacuum-pumpe verbunden werden; es zieht dann die Luftleere in den Zellen *C* die Gase zunächst durch die Röhren 1, 2, 3 nach *B*, und der hier nicht absorbirte Theil gelangt durch die Röhren 4, 5, 6, 7 nach den Zellen *C*, und was gar nicht absorbirt wird, gelangt durch 13, 14 in die Vacuumpumpe und dann in's Freie. Werden die schwefligsauren Gase durchgedrückt, dann gelangen dieselben unter dem nöthigen Druck in die Leitung 1, 2 und machen denselben Weg unter Druck statt angesaugt, so dass bei 13, 14 die in den Zellen *B* und *C* nicht absorbirten Gase in's Freie austreten.

Zur Herstellung von Bleisulfat wird nach White Lead Comp. (D.R.P. No. 77 122) Bleiglanz vergast, dann unter Luftzutritt verbrannt.

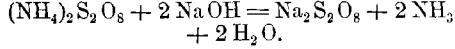
Zum Abschliessen von Ätzalkalien gegen Luft schmilzt man nach Jänecke & Schneemann (D.R.P. No. 77 237) salpetersaures Kali oder ein anderes geeignetes, leicht wasserlösliches Salz und giesst diese flüssige Masse auf das in Behälter gefüllte

Ätzkali oder Ätznatron, nachdem letzteres erkaltet ist. Das geschmolzene Salz schliesst, nachdem es erstarrt ist, die Behälter luftdicht ab und schützt den Inhalt derselben vor Zersetzung.

Zur Darstellung von Schwefel aus Röstgasen wird nach L. Bémelmans (D.R.P. No. 77 335) Schwefligsäure durch Reduction mit Kohlenstoff und Wasserstoff in Schwefelwasserstoff umgesetzt. Die Gase werden dann gekühlt und in Thürme geführt, welche mit Chlorcalcium in porösen Stücken und von genügendem Durchschnitt, damit die Schnelligkeit der Gase 50 cm die Secunde nicht übertrifft, angefüllt sind, um so ein hinlängliches Trocknen, sowie zugleich Filtriren der Gase zu bewirken. Die nunmehr getrockneten Gase werden mit Schwefligsäureanhidrit gemischt. Dieses wird zuerst abgekühlt, getrocknet und filtrirt, indem es durch Thurmbehälter geht, welche mit von conc. Schwefelsäure berieseltem Koks angefüllt sind. Das Schwefligsäureanhidrit wird sodann dem Schwefelwasserstoff, welcher ebenfalls, wie angegeben, gereinigt worden ist, hinzugefügt; die gemischten Gase werden sodann in eine Reihe abwechselnd auf- und absteigender Kanäle geleitet, welche zugleich einen Recuperator bilden und die Temperatur des Gemisches auf 100° oder etwas höher bringen. Dieser Apparat ist doppelt, indem die freie Zelle durch Verbrennung von Wassergas geheizt wird. Beim Austritt aus dem die Mischung bewerkstelligenden Recuperator werden die Gase von Dampfströmen mitgerissen und in den Condensator eingedrängt. Im letzteren Apparat wird durch die Berührung mit Wasserdampf die gegenseitige Einwirkung der beiden Gase hervorgebracht. Der Schwefel schlägt sich, je nach der Temperatur, bei welcher diese Einwirkung vorgenommen wird, in festem oder flüssigem Zustande nieder. Die Einwirkung soll unter diesen Bedingungen völlig nach der Formel



Zur Herstellung von festem über-schwefelsaurem Natrium mischt R. Löwenherz (D.R.P. No. 77 340) concentrirte Natronlauge mit festem Ammoniumpersulfat:



Das Persulfat zersetzt sich mit Wasser:  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8 + \text{H}_2\text{O} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{O}$ .

Es soll daher für Bleicherei, für Tintenzwecke und besonders für medicinische Zwecke, sowie als Antisepticum ver-

wendet werden. Es werden 2,4 k Ätznatron in 6 k Wasser gelöst, in diese concentrirte Natronlauge werden 6,8 k festes Ammoniumpersulfat hineingeschüttet, die sich ziemlich schnell auflösen, während die Reaction sofort beginnt. Es kann dann einige Zeit durch das Gemisch ein Luftstrom geleitet werden, welcher die Flüssigkeit umröhrt und gleichzeitig das Ammoniak mit sich fortreisst. Lässt man den Luftstrom nach dem Austritt durch Schwefelsäure streichen, so wird alles Ammoniak als schwefelsaures Ammoniak wieder gewonnen und kann für die Darstellung neuer Mengen Ammoniumpersulfats dienen. Nach dem Entweichen des Ammoniaks enthält die Lösung nur noch reines Natriumpersulfat. Die Concentration der Natronlauge ist nun so gewählt, dass, da durch den Luftstrom auch Wasserdampf mit fortgerissen wird, das Auskristallisiren des Natriumpersulfats in kurzer Zeit beginnt. Dasselbe ist schon ziemlich rein und kann durch Umkristallisiren aus warmem Wasser leicht ganz rein erhalten werden.

Statt 2,4 k Ätznatron kann man das Ammoniumpersulfat auch mit 8,6 k kristallisirter Soda mischen.

### Organische Verbindungen.

Verfahren zur Darstellung von  $\alpha_1$ -Naphtylamin- $\beta_1$ -monosulfosäure der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & C. (D.R.P. No. 77118) besteht darin, dass man an Stelle der in dem zweiten Anspruch des Hauptpat. 75 319 genannten Amidosulfosäuren, wie Sulfanilsäure, hier die  $\alpha_1$ -Naphtylamin- $\alpha_2$ -monosulfosäure unter Benutzung des durch Pat. 56563 geschützten Verfahrens oder die  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_4$ -monosulfosäure zur Anwendung bringt und diese Säuren mit  $\alpha$ -Naphtylamin bei Gegenwart oder Abwesenheit von  $\alpha$ -Naphtylaminsalzen auf 160 bis 230° erhitzt. 100 Th. getrocknete und fein gepulverte Naphtionsäure werden z. B. mit 400 Th.  $\alpha$ -Naphtylamin auf 170 bis 190° erhitzt; durch beständiges Umrühren sorgt man dafür, dass sich die Naphtionsäure in möglichst feiner Vertheilung im geschmolzenen Naphtylamin befindet. Nach etwa 6 Stunden ist die Bildung der  $\alpha$ -Naphtylamin-o-sulfosäure beendet. Man kocht die Schmelze mit Wasser auf, neutralisiert mit Ammoniak und trennt die wässrige Flüssigkeit vom geschmolzenen  $\alpha$ -Naphtylamin und Dinaphtylamin. Aus der so erhaltenen wässrigen Lösung kristallisiert beim Erkalten das  $\alpha$ -naphtylamin-o-sulfosäure Ammonium in Gestalt weisser Täfelchen aus, während etwa unverändertes naphtionsaures

Ammonium in den Mutterlaugen bleibt und daraus wieder isolirt werden kann. Es werden so aus 100 Th. Naphtionsäure 54 Th. der isomeren  $\alpha_1$ -Naphtylamin- $\beta_1$ -sulfosäure erhalten. In entsprechender Weise und unter Erzielung nahezu derselben Ausbeute lässt sich auch die  $\beta$ -Naphtylamin- $\alpha$ -monosulfosäure in die  $\alpha_1$ -Naphtylamin- $\beta_1$ -sulfosäure überführen.

Zur Darstellung von  $\alpha_1\alpha_4$ -Dioxy-naphtalin- $\alpha$ -monosulfosäure soll man nach Angabe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 77285) die  $\alpha_1$ -Naphtylamin- $\alpha_3\alpha_4$ -disulfosäure oder die Salze dieser Säure in offenen oder geschlossenen Gefässen mit Alkalien auf Temperaturen über 200° erhitzen. Es wird z. B. 1 Th.  $\alpha_1$ -naphtylamin- $\alpha_3\alpha_4$ -disulfosäures Natrium mit 3 Th. 60 proc. Natronlauge im Druckkessel 24 Stunden lang auf 250° erhitzt. Die Schmelze wird in der nötigen Menge 20 proc. Salzsäure gelöst; beim Erkalten kristallisiert das  $\alpha_1\alpha_4$ -dioxy-naphtalin- $\alpha$ -monosulfosäure Natrium aus. Man kann auch in offenen Gefässen arbeiten und statt Natron Kali anwenden.

Zur Darstellung von m-Nitro-p-benzoldisulfosäure wird nach Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 77192) an Stelle des p-Chlor-m-nitrobenzaldehyds (Pat. 61843) p-Chlor-m-nitrobenzol-sulfosäure mit schwefligsaurem Alkali behandelt. In entsprechender Weise wird zur Darstellung von m-Amido-p-benzoldisulfosäure an Stelle von m-Nitrobenzaldehyd-p-sulfosäure die m-Nitrobenzol-p-disulfosäure mit Reductionsmitteln behandelt.

Zur Darstellung von Diazobenzolsäure stellt man nach Angabe der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 77264) in bekannter Weise aus 5 k Anilin das Diazoperbromid,  $C_6H_4N_2Br_3$ , her und trägt dieses in 30 l 20 proc. Natronlauge, unter gleichzeitigem Zusatz von 15 k Eis, unter fortwährendem Umrühren ein. Eine Temperaturerhöhung ist zu vermeiden. Die gesammte Reactionsmasse wird mit Äther oder Benzol u. dgl. zur Entfernung von Nitrosobenzol und Azobenzol ausgezogen und aus der alkalischen Lösung die Diazobenzolsäure abgeschieden, entweder indem man die Lösung neutralisiert und mit Baryumchlorid das Baryumsalz der Diazobenzolsäure fällt, oder indem man die Lösung eiskalt vorsichtig ansäuert und die Diazobenzolsäure mit Äther extrahiert.

Verfahren zur Darstellung von 1-Phenyl-2-methyl-5-pyrazolon aus 1-Phenyl-5-äthoxypyrazol derselben Farbwerke (D.R.P. No. 77301) besteht darin, dass man 1-Phenyl-5-äthoxypyrazol mit Jod-methyl behandelt und nachfolgend durch Alkalien spaltet, oder dass man zuerst durch Salzsäure spaltet und dann methylirt.

Zur Darstellung einer stickstofffreien, jodhaltigen Base soll man nach Angabe derselben Farbwerke (D.R.P. No. 77320) ein Gemenge von 1 Mol. Jodosobenzol und 1 Mol. Jodobenzol mit Alkalien oder deren Ersatzmitteln, z. B. Erdalkalien oder auch Silberoxyd, digeriren. Die Base soll medicinischen Zwecken dienen.

Zur Herstellung von Sulfosäuren der schwefelhaltigen Basen des Pat. 75674 wollen dieselben Farbwerke (D.R.P. No. 77355) die darnach dargestellten Basen in der Wärme mit rauchender Schwefelsäure behandeln.

Die Darstellung von m-Amidophenol aus m-Phenyldiamin geschieht nach Angabe der Badischen Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 77131) durch Überführen des letzteren in Phenylenoxyamin-säure, Diazotiren und Überführen derselben in m-Oxyphenylenoxamin-säure und Abspalten der Oxalsäure aus letzterer.

18 k m-Phenylenoxaminsäure werden z. B. mit 15 k Soda in 100 l Wasser gelöst und dieser Lösung 7 k Natriumnitrit hinzugefügt und mit Eis gekühlt. Die kalte Lösung lässt man unter gutem Rühren in eine mit Eis gekühlte Mischung von 25 k Schwefelsäure und 50 k Wasser einlaufen und einige Stunden stehen. Es hat sich alsdann die m-Diazophenylenoxamin-säure quantitativ gebildet. Diese wird auf dem Wasserbade so lange schwach erwärmt, als sich noch Stickstoff entwickelt. Als dann wird sie zum Kochen erhitzt und die Masse bis nahezu zur Trockene eingedampft. Hierdurch wird die Säure in Oxalsäure und m-Amidophenoisulfat gespalten. Zur Reindarstellung des m-Amidophenols wird mit Kreide neutralisiert, filtrirt und entweder das m-Amidophenol aus der Lösung ausgeäthert oder besser das Filtrat stark eingedampft und das Natriumsulfat durch Alkohol ausgefällt, letzterer abdestillirt und das m-Amidophenol durch Destillation im Vacuum gereinigt.

Ätherschwefelsäuren erhält man nach E. Merck (D.R.P. No. 77278) durch Einwirkung von  $\text{SO}_3$  auf die Alkohole der Fettreihe in kalt gehaltener schwefelsaurer Lösung.

90 Th. Amylalkohol werden z. B. unter Eiskühlung mit 100 Th. concentrirter Schwefelsäure in einem Rührkessel gemischt und dann unter fortwährendem Kühlen 100 Th. 80proc. Oleum (rauchende Schwefelsäure von 80 Proc. Anhydridgehalt) oder eine entsprechende Menge eines schwächeren Oleums langsam eingetragen, so dass keine Temperaturerhöhung eintritt; alsdann lässt man die Mischung unter Wasserkühlung 12 Stunden stehen. Es tritt hierbei keinerlei Zersetzung ein. Die Schmelze wird nun auf Eis gegossen und mit Wasser verdünnt; man erhält eine klare, fast farblose Lösung. Diese wird kalt mit Kreide oder Kalk neutralisiert, filtrirt, das Filtrat mit Soda in das Natriumsalz übergeführt und die Lösung alsdann im Vacuum zur Trockne verdampft. Letzteres ist erforderlich, um ein reines Product und eine vollständige Ausbeute zu erzielen. Das so erhaltene Product bildet eine fettigglänzende, völlig weisse und geruchlose Krystallmasse. Es werden aus obiger Menge Amylalkohol 200 Th. amylschwefelsaures Natrium erhalten, eine Ausbeute, die der theoretischen gleichkommt. Man kann auch, ohne dass das Resultat wesentlich beeinflusst wird, in den mit Eis gekühlten Alkohol eine verdünntere rauchende Schwefelsäure einlaufen lassen, z. B. 400 Th. Oleum von 20proc. Anhydridgehalt.

ersetzt man in diesem Beispiele den Amylalkohol durch seine Homologen, wie z. B. Methylalkohol, so werden in gleicher Weise die homologen ätherschwefelsäuren Salze erhalten.

Ein als Arzneimittel verwendbares Diacetyl-derivat des  $\alpha$ -Diamidophenetols ( $\text{NH}_2 : \text{NH}_2 : \text{OC}_2\text{H}_5 = 4 : 2 : 1$ ) erhält man nach M. C. Traub und G. Pertsch (D.R.P. No. 77272) durch Einwirkenlassen von Essigsäureanhydrid oder Eisessig oder Acetylchlorid auf  $\alpha$ -Diamidophenol oder dessen Chlorhydrat in Gegenwart von entwässertem Natriumacetat und nachheriges Umkristallisieren des durch Einblasen von Wasserdampf von Essigsäure befreiten Reactionsproductes aus heissem Alkohol.

Borsäure Aluminiumverbindungen, welche Weinsäure und Gerbsäure enthalten, empfiehlt M. Leuchter (D.R.P. No. 77315) als Arzneimittel und für Färberei.

1 Th. Aluminiumborat (dargestellt als Niederschlag durch Umsetzung von Borax mit schwefelsaurer Thonerde in den Gewichtsverhältnissen der Gleichung:  
 $3 \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 3 \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{Al}_2(\text{B}_4\text{O}_7)_3$  und Auswaschen bis zur vollständigen Entfernung der Schwefelsäure) wird in 10 Th. einer wässerigen Lösung von Weinsäure im Verhältniss 1:10 im Dampfbad unter gelinder Erwärmung eingetragen. Hierbei bildet sich Aluminium borico-tartaricum, welches in Lösung bleibt. Die Flüssigkeit wird durch Filtration gereinigt und bei etwa 30 bis 40° zur Trockne gebracht. Das Product ist ein krystallinischer, in Wasser leicht löslicher Satz.

Zur Darstellung von Aluminium boricotannicum werden 5 Th. wässriger Tanninlösung (1:4) und 80 Th. wässriger Boraxlösung (1:19) unter Umrühren in eine Lösung von 3 Th. schwefelsaurer Thonerde in 12 Th. Wasser eingetragen. Der entstehende Niederschlag wird filtrirt, ausgewaschen und auf einem flachen Teller im Trockenschrank oder im Dampfbad bei gelinder Wärme getrocknet, hierauf fein gerieben und gesiebt. Aus diesem Präparat wird weiterhin Aluminium borico tannico-tartaricum in der Weise dargestellt, dass 1 Th. in 10 Th. einer Weinsäurelösung eingetragen wird, welche in 100 Th. Wasser etwa 12 Th. feste Weinsäure enthält, die Lösung durch Filtriren gereinigt und bei gelinder Wärme zur Trockne eingedampft wird.

Zur Darstellung von p-Phenetolcarbamid kann man nach J. D. Riedel (D.R.P. No. 77 310) auf Di-p-Phenetolcarbamid an Stelle der in dem Pat. 73 083 genannten Stoffe (Harnstoff, carbaminsaures Ammonium, kohlensaures Ammonium) trockenes oder alkoholisches Ammoniak im Autoclaven bei 170 bis 175° einwirken lassen.

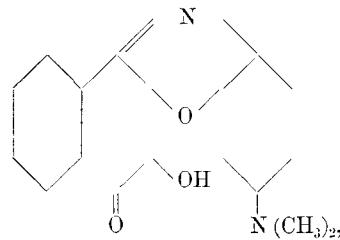
Zur Herstellung von künstlichem Moschus wird nach Fabriques de produits chimiques de Thann et de Mulhouse (D.R.P. No. 77 299) butylirtes Dihydroxytol (zweckmässig nach Wallach dargestellt, Ann. 258, 326) mit 500 g Schwefelkohlenstoff und 92,5 g tertiärem Butylchlorid vermischt und alsdann langsam mit etwa 20 g Aluminiumchlorid versetzt. Die Reaction beginnt schon in der Kälte und wird durch Erhitzen auf dem Wasserbade beendigt. Das Ende der Reaction kann man an dem Aufhören der Salzsäureentwicklung erkennen. Der Schwefelkohlenstoff wird sodann auf dem Wasserbade verjagt, das Reactionsproduct mit

Wasser versetzt und mit Dampf destillirt. Das übergegangene Öl wird von dem Wasser getrennt und der fractionirten Destillation unterworfen. In dem zwischen 190 und 210° übergehenden Anteil ist das Dihydrobutylxylol hauptsächlich enthalten. Dasselbe zeigt den terpenähnlichen Geruch der dihydrirten Benzole.

Zu der Darstellung des Trinitrobutylxylols mit Hülfe des Verfahrens (Pat. 47 599) werden 50 g Dihydrobutylxylol in 600 bis 800 g eines Nitrirungsgemisches, welches aus 1 Th. rauchender Salpetersäure und 2 Th. rauchender Schwefelsäure von 10 bis 15 Proc.  $\text{SO}_3$  besteht, langsam eingetragen. Das Gemisch wird sodann längere Zeit auf dem Wasserbade erhitzt, bis eine in Wasser gegossene Probe sofort erstarrt. Ist dieser Zeitpunkt eingetreten, so wird die ganze Masse in Wasser gegossen und der ausgeschiedene Nitrokörper aus Alkohol umkristallisiert. Derselbe erweist sich durch Schmelzpunkt, Eigenschaften und Zusammensetzung als mit dem von Baur beschriebenen Trinitrobutylxylol identisch (Ber. 24) und zeigt den intensiven Moschusgeruch desselben.

### Farbstoffe.

Blaue beizenfärrende Oxazinfarbstoffe der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & C. (D.R.P. No. 77 120). Nach Pat. 59 034 wirken die Nitrooverbindungen der alkylirten Benzylanilinsulfosäuren bez. der Dibenzylanilindisulfosäure auf  $\beta$ -Naphthohydrochinon unter Bildung eigenthümlicher, mit Chromsalzen vorgebeizte Wolle echt blaugrau bis schwarz anfärbender Farbstoffe ein. Wenn man nun an Stelle dieser Nitrooverbindungen diejenigen des m-Oxydialkylanilins verwendet, so entstehen blaue Farbstoffe, die gleichfalls die Eigenschaft besitzen, gebeizte Wolle in walk- und lichtechten Tönen anzufärben. Diese neuen Farbstoffe besitzen höchst wahrscheinlich folgende Constitution:



gehören also einem bis jetzt noch nicht bekannten Typus von Farbstoffen an. Sie sind in Wasser äusserst schwer löslich und werden deshalb vortheilhaft durch Sulfuriren in einen für die Zwecke der Färberei geeig-

neten Zustand übergeführt. Wendet man indess an Stelle des  $\beta$ -Naphthohydrochinons die Sulfosäure desselben an, z. B.  $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon- $\beta_3$ -sulfosäure (Pat. 50 506), so erhält man direct wasserlösliche Farbstoffe, die den obigen, durch Sulfuriren erhaltenen sehr ähnlich sind.

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von blauen beizenfärbenden Oxazinfarbstoffen, darin bestehend, dass man die Nitrosoverbindungen der alkylirten m-Oxyaniline bez. m-Oxy-o-toluidine bei Gegenwart eines geeigneten Lösungsmittels auf  $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon,  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -Naphthol und  $\beta_1$ -Amido- $\alpha_1$ -Naphthol bez. deren Sulfosäuren einwirken lässt.

2. Die besonderen Ausführungsformen des unter 1. geschützten Verfahrens unter Anwendung von

- a)  $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon,  
 $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -Naphthol,  
 $\beta_1$ -Amido- $\alpha_1$ -Naphthol,  
 $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon- (bez.  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -Naphthol)- $\beta_3$ -monosulfosäure,  
 $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon- (bez.  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -Naphthol)- $\beta_4$ -monosulfosäure,  
 $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon- (bez.  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -Naphthol)- $\alpha_4$ -monosulfosäure,  
 $\alpha_1\beta_1$ -Naphthohydrochinon- (bez.  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -Naphthol)- $\beta_3\alpha_4$ -disulfosäure;
- b) Nitroso-m-oxy-diäthylanilin,  
Nitroso-m-oxy-dimethylanilin,  
Nitroso-m-oxy-monoäthylanilin,  
Nitroso-m-oxy-dimethyl-o-toluidin.

Braune substantive Farbstoffe der p-Phenylendiaminreihe erhält die Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 76816) aus p-Amidobenzolazosalicylsäure.

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von braunen substantiven Azofarbstoffen durch Combination von p-Amidobenzolazosalicylsäure, welche mit Hülfe des Monoacetyl-p-Phenylendiamins dargestellt worden ist, mit Chrysoidin bez. Vesuvin in salzsaurer Lösung.

2. Verfahren zur Darstellung eines substantiven braunen Azofarbstoffes durch Combination von p-Amidobenzolazosalicylsäure, welche mit Hülfe des Monoacetyl-p-Phenylendiamins dargestellt worden ist, und Chrysoidinsulfosäure in alkalischer Lösung.

Naphtazarin aus  $\alpha_1\alpha_4$ -Dinitronaphtalin derselben Fabrik (D.R.P. No. 76 922).

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung eines für die Umwandlung in Naphtazarin geeigneten Zwischenproducts aus  $\alpha_1\alpha_4$ -Dinitronaphtalin, darin bestehend, dass letzteres mit Schwefelsäure, vorzugsweise in der Form einer solchen von 66° B., unter Zusatz von Reduktionsmitteln — insbesondere von aromatischen Aminen, wie Anilin,  $\alpha$ -Naphthylamin, Phenylhydrazin u. s. w., oder Metallen, wie Zinn, Eisen u. s. w. oder deren reducirend wirkenden Salzen — bis zum Verschwinden des Dinitronaphtalins erhitzt wird.

2. Überführen des nach dem durch Anspruch 1. geschützten Verfahren darstellbaren Products in Naphtazarin durch Behandlung mit Verseifungsmitteln, insbesondere durch Kochen desselben mit verdünnten Säuren bez. durch Aufkochen der mit Wasser verdünnten Schmelze ohne vorherige Isolirung des Zwischenproducts.

Grünblaue Beizenfarbstoffe aus Tetraalkyldiamidobenzhydrolen derselben Bad. Fabrik (D.R.P. No. 76 931).

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung blauer bis blaugrüner Beizenfarbstoffe, darin bestehend, dass man Tetraalkyldiamidobenzhydrol mit  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -naphthol- $\beta_3$ -sulfosäure condensirt, die entstandene Leukoverbindung durch vorsichtige Oxydation in den zugehörigen Farbstoff überführt und letzteren

- a) durch weitere Oxydation und darauffolgendes Behandeln mit schwach reducirenden Agentien, oder
- b) durch Kochen mit verdünnter Sodalösung oder mit Alkalien in den blaugrünen Beizenfarbstoff umwandelt.

Die Verwendung des Tetramethyldiamidobenzhydrols in dem durch Anspruch 1. geschützten Verfahren.

Bläue beizenfärrende Farbstoffe aus Dinitroanthrachinon derselben Bad. Fabrik (D.R.P. No. 76 941).

*Patentanspruch:* In den durch das Patent No. 67102, sowie dessen Zusatz-Patente No. 71435, 72685 und 76262 geschützten Verfahren zur Darstellung blauer beizenfärbender Farbstoffe aus Dinitroanthrachinonen der Ersatz der dort verwendeten concentrirten Schwefelsäure durch andere, Sulfogruppen abspaltende Körper, insbesondere durch concentrirte Salzsäure, verdünnte Schwefelsäure von 50° B. oder andere Säuren, wie concentrirte Phosphorsäure, sowie auch durch Wasser allein.

Wasserlösliche basische Azinfarbstoffe der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 77116) zeichnen sich durch Licht- und Alkalibeständigkeit aus.

*Patentanspruch:* Verfahren zur Darstellung von wasserlöslichen basischen Azinfarbstoffen durch Einwirkung von salzsaurem Dimethylamidoazobenzol oder salzsaurem Diäthylamidoazobenzol auf Anilin, o-Toluidin, Diphenyl-m-phenylen-diamin, o- oder p-Ditoly-m-phenylen-diamin, Phenyl- $\alpha$ -naphthylamin, o- oder p-Tolyl- $\alpha$ -naphthylamin, Diphenyl- $\beta_1\beta_4$ -naphthylendiamin, o- oder p-Ditoly- $\beta_1\beta_4$ -naphthylendiamin, Diphenyl- $\beta_1\beta_3$ -naphthylendiamin, o- oder p-Ditoly- $\beta_1\beta_3$ -naphthylendiamin, wobei das salzsauere Dialkylamidoazobenzol in solchem Überschuss anzuwenden ist, dass 2 Mol. desselben auf 1 Mol. eines Diamins oder  $1\frac{1}{2}$  Mol. desselben auf 1 Mol. eines Monamins kommen.

Auramin derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 77329).

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Auramin, darin bestehend, dass man Dimethyl-p-Amidobenzamid mit Dimethylanilin bei Gegenwart von Chlorzink erhitzt.

**Naphtazarin derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 77 330).**

**Patentanspruch:** Eine Ausführungsform des durch Patent No. 71 386 geschützten Verfahrens zur Darstellung von Naphtazarin, darin bestehend, dass an Stelle des Schwefels hier Schwefel abgebende Verbindungen, wie Schwefelwasserstoff, Chlorschwefel, Wasserstoffsupersulfid, Thiosulfate, zur Verwendung gelangen.

**Darstellung am Azinstickstoff alkylirter Induline nach Badische Anilin- und Sodaefabrik (D.R.P. No. 77 226).**

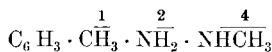
**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung eines am Azinstickstoff alkylirten Indulins — des  $\alpha$ - $\beta$ -Dimethyleurhodins —, darin bestehend, dass man an Stelle des im Patent No. 66 361, Anspruch 1., genannten Phenyleurhodins das beim Verschmelzen der Amidoazoverbindung des p-Toluidins mit Monomethyl- $\alpha$ -Naphtylaminchlorhydrat entstehende  $\alpha$ -Methyleurhodin mit Jodmethyl und Holzgeist unter Druck erhitzt.

2. Verfahren zur Darstellung eines am Azinstickstoff alkylirten Indulins — des  $\beta$ -Methyleurhodins —, darin bestehend, dass man an Stelle der im Patent No. 66 361, Anspruch 1., gekennzeichneten Methode der nachträglichen Einführung der farbbildenden Methylgruppe in das Eurhodin diese gleichzeitig mit der Eurhodinbildung sich vollziehen lässt, indem man Amidoazoverbindungen des Monomethyl-p-toluidins mit  $\alpha$ -Naphtylamin-chlorhydrat verschmilzt.

**Zusatzpat. No. 77 228.**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines am Azinstickstoff alkylirten Indulins, des Amido- $\beta$ -methyleurhodins, darin bestehend, dass man entweder

a) an Stelle der in Patent No. 77 226 genannten Amidoazoverbindungen des Monomethyl-p-toluidins eine Amidoazoverbindung des Methyl-m-toluylen-diamins



mit  $\alpha$ -Naphtylamin verschmilzt oder

b) Naphtochinondichlorimid mit dem unter a) genannten Diamin condensirt oder

c) das durch Verschmelzen von Amidoazoverbindungen des m-Toluylen-diamins mit  $\alpha$ -Naphtylamin entstehende Amidoeurhodin mit Jodmethyl und Holzgeist unter Druck erhitzt.

**Brom- und Chloralizarin der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 77 179).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Brom- und Chloralizarin, darin bestehend, dass man die gewöhnliche Alizarinsulfosäure in verdünnter wässriger Lösung mit Brom oder solchen

Substanzen, die Brom entwickeln, bez. mit Chlor oder solchen Substanzen, die Chlor entwickeln, behandelt.

**Gemischte Disazofarbstoffe der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 77 286).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung direct färbender gemischter Disazofarbstoffe gemäss Patent No. 57 857, darin bestehend, dass man die Tetrazoverbindungen des Benzidins, Tolidins oder Dianisidins zuerst mit 1 Mol.  $\gamma$ -Amidonaphthol-monosulfosäure (Patente No. 53 076 und 62 964) combiniert und die entstandenen Zwischenprodukte alsdann auf 1 Mol.  $\beta$ -Oxynaphthoësäure (Schmp. 216°) einwirken lässt.

**Blaue Azofarbstoffe der Triphenylmethanreihe von J. R. Geigy & C. (D.R.P. No. 77 328).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung blauer wasserlöslicher Triphenylmethanfarbstoffe, darin bestehend, dass an Stelle des im Haupt-(73 092) wie Zusatz-Patent angeführten Eisen-chlorids andere Oxydationsmittel, wie Kalium-chlorat, Kaliumbichromat, Natriumnitrit, Kupfer-chlorid, zur Verwendung kommen.

**Naphtolmonosulfosäuren erhält K. Oehler (D.R.P. No. 77 446) aus halogen-substituirten Naphtalinsulfosäuren.**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von  $\alpha$ -Naphtolmonosulfosäuren, darin bestehend, dass man nach dem Verfahren des Patentes No. 74 744 wässrige Lösungen von Alkalien auf halogen-substituirte Naphtalinmonosulfosäuren bei höherer Temperatur einwirken lässt.

2. Als besondere Ausführungsformen des allgemeinen, nach dem ersten Anspruch geschützten Verfahrens die Darstellung von Neville-Winther'scher  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -Naphtolsulfosäure und von Cleve'scher  $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_3$ -sulfosäure aus den entsprechenden halogen-substituirten Naphtalinsulfosäuren, darin bestehend, dass diese Naphtalinmonosulfosäuren mit wässrigen Lösungen von Alkalien erhitzt werden.

**Blaue Farbstoffe der Galloxyanin-gruppe von Durand, Huguenin & C. (D.R.P. No. 77 452).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung neuer, zur Farbstoffbildung geeigneter Condensationsprodukte durch die Einwirkung von Phenolen, deren Sulfosäuren, sowie deren Dialkyl-m-amidoderivaten auf Galloxyaninfarbstoffe.

2. Überführung der nach Patentanspruch 1 erhaltenen Condensationsprodukte in blaue bis blau-violette Farbstoffe durch Oxydation derselben und eventuelle Sulfurirung.

3. Darstellung eines zu Druckereizwecken geeigneten Productes nach dem Verfahren von Patentanspruch 1 durch Condensation von Resorcin bez. Pyrogallol mit Galloxyanin, Gallaminblau oder Prune in Gegenwart geeigneter Lösungsmittel.

4. Darstellung von blauen bis blau-violetten Farbstoffen nach dem Verfahren des Patentan-

spruchs 2 durch Oxydation der nach Anspruch 3 erhaltenen Condensationsproducte und eventuelle nachherige Sulfurirung oder durch Sulfurirung dieser Condensationsproducte, gefolgt von deren Oxydation.

5. Darstellung eines blauvioletten Farbstoffes nach dem Verfahren der Patentansprüche 1 und 2 durch Condensation der Schäffer'schen  $\beta$ -Naphtholsulfosaure mit Gallocyanin, Gallaminblau oder Prune und darauf folgende Oxydation des erhaltenen Condensationsproductes.

6. Darstellung eines blauvioletten Farbstoffes nach dem Verfahren der Patentansprüche 1 und 2 durch Condensation von Dialkyl-m-amidophenol mit Gallocyanin, Gallaminblau oder Prune, Oxydation des erhaltenen Condensationsproductes und eventuelle vorangehende oder nachfolgende Sulfurirung.

**Monoazofarbstoffe erhalten die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & C. p. (D.R.P. No. 77 169) aus unsymmetrischen Dialkyl-p-phenylen diaminen.**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von blauen Monoazofarbstoffen, darin bestehend, dass man Diazoverbindungen aus unsymmetrisch dialkylierten p-Phenylen diaminen mit  $\alpha_1 \alpha_4$ -Di oxy naphthalin- $\alpha_2$ -sulfo saure (S) oder - $\alpha_2 \beta_1$ -disulfo saure (S) gemass den Patenten No. 54 116 bez. No. 58 618 combinirt.

2. Ausführungsform des durch den Anspruch 1. geschützten Verfahrens unter Verwendung von Dimethyl-p-phenylen diamin oder Diethyl-p-phenylen diamin oder Methylbenzyl-p-phenylen diamin oder Äthylbenzyl-p-phenylen diamin.

**Azofarbstoffe der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 77 256).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung Metallbeizen farbender Azofarbstoffe aus  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -naphtol durch Combination desselben in saurer Lösung mit Diazoverbindungen.

2. Als besondere Ausführungsform des in Anspruch 1. gekennzeichneten Verfahrens die Combination von  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -naphtol mit den Diazoverbindungen von Sulfanilsaure und Naphthionsaure.

**Wollfarbstoffe von Dahl & C. p. (D.R.P. No. 77 227).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung blauer bis violetter, Wolle im sauren Bade farbender Farbstoffe durch Einwirkung von  $1\frac{1}{2}$  und 3 Mol. Nitrosodimethylamin auf diejenigen Sulfo sauren, welche entstehen, wenn  $\beta$ -Dinaphthyl-m- und -p-phenylen diamin mit etwa 4 Theilen 66 gradiger Schwefelsaure auf 60 bis 100° bis zu erfolgter Löslichkeit in reinem oder schwach ammoniakalischem Wasser erwärmt werden.

**Azofarbstoffe von Casella & C. p. (D.R.P. No. 77 425).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen, die sich vom  $\alpha_1 \alpha_4$ -

Azimidonaphthalin ableiten, darin bestehend, dass man durch Kupplung von  $\alpha_1 \alpha_4$ -Naphthylendiamin mono- oder -disulfo saure und Diazoverbindungen gebildete Farbstoffe mit salpetriger Saure behandelt.

2. Die Ausführungsformen des im Anspruch 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass die Farbstoffe aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Naphthylendiamin- $\beta_2 \beta_3$ -disulfo saure oder  $\alpha_1 \alpha_4$ -Naphthylendiamin- $\alpha_2$ -sulfo saure und den Diazoderivaten von o-, m- und p-Nitranilin, Nitro-o- und -p-toluidin, Amidoazobenzol mit salpetriger Saure behandelt werden.

### Fettindustrie, Leder u. dgl.

Zur Herstellung von flüssigem Leim löst E. Wiese (D.R.P. No. 77 103) 250 g Chloralhydrat in 1 l Wasser und setzt 400 g Leim zu. Nach 48 stündigem Stehen ist der Leim fertiggestellt. Derselbe eignet sich besonders zum Aufziehen photographischer Positivs.

Zur Herstellung einer Lack- und Farbenbeize werden nach R. Brede (D.R.P. No. 77 130) 30 k Leinöl mit etwa 20 k Ätzkalilauge zu schwacher Seife versotten, letzterer dann 100 k Paraffinöl zugesetzt und die so erhaltene weiche Seife durch Einkräcken von 50 k Kalkhydrat in eine dicke salbenartige Masse verwandelt. In dieser Masse ist das Paraffinöl fein vertheilt. Im Übrigen besteht die Salbe aus 500 k Ätznatronlauge von 40° Bé., 25 k Mehl, 200 k Schlemmkreide und 200 k Ätzkalilauge. Dieser Masse werden die obigen 200 k der fraglichen Seifenmischung zugesetzt und die Beize ist zum Versand bez. zum Gebrauch fertig. Die Beize dient dazu, Öl- und Lackfarbenanstriche von Holz und anderen Gegenständen schnell und gründlich zu entfernen, insbesondere dient dieselbe zur Reinigung der Gährbotte in Brauereien, und zwar zur Auflösung des Biersteines und des alten Lackanstriches, ohne das Holz anzugreifen oder zu beschädigen. In 15 bis 20 Minuten ist jeder Ölfarben- oder Lackanstrich aufgelöst und kann ohne grosse Mühe schnell und gründlich entfernt werden.

Zur Herstellung trockner Glanzwichse wird nach L. Feld (D.R.P. No. 77 126) Elfenbeinschwarz oder eine andere passende Schwärze mit Syrup, Gummi arabicum bez. einem anderen geeigneten Harz, Schwefelsäure und gebrannter Cichorie gemischt, auf gelindem Feuer schnell getrocknet und dann zu Pulver gerieben. Soll die Glanzwichse nicht in Pulverform, sondern in festen Stücken hergestellt werden, so mischt man wie vorher Elfenbeinschwarz, Syrup, Harz und gebrannte Cichorie innig zusammen, versetzt

das Ganze ebenfalls mit Säure und fügt dann, nachdem die Reaction der Säure beendet ist, etwas Klebstoff (Gelatine, Leim, Gummi o. dgl.) hinzu, worauf wiederum das schnelle Trocknen erfolgt.

**Rostschutzanzrich.** Nach A. Buecher (D.R.P. No. 77 344) werden Leimtafeln in Stücke zerschlagen und 48 Stunden in einer 3 proc. Lösung von reinem, kohlensaurem Kalium aufgeweicht. Die entstandene Leimgallerte wird dann aus dem Bade herausgenommen und an der Luft abtrocknen gelassen. Hierauf wird die Masse auf dem Wasserbade verflüssigt, zur dickflüssigen Consistenz eingedampft und weiter in einem Luftbade bei einer Temperatur von 115 bis 120° so lange erhitzt, bis sich die Masse kugelförmig aufbläht. Nach dem Erkalten kann nun die Masse gestossen und zu feinstem Pulver zerrieben werden. Dieses alkalische Glutinpulver wird nun, wie in Pat. 72 320, mit Zink und Calciumcarbonat gemischt (1 : 1) und die Masse kurze Zeit vorher, ehe sie gebraucht werden soll, mit heißem Wasser angerührt. Die mit Wasser versetzte Mischung lässt man 10 bis 15 Minuten lang ruhig stehen, nach welcher Zeit die Anstrichmasse ihre richtige Beschaffenheit erhält. Der Anstrich trocknet schnell und erhärtet in wenigen Stunden, so dass er auf mechanische Weise nur sehr schwer wieder entfernt werden kann. Durch einen Überanstrich mit Firniss oder Ölfarbe wird dann der Rostschutz zu einem wasserbeständigen, daher dauernden.

Zur Bestimmung des Titers von Talgen empfiehlt F. Wolfbauer (Mitth. techn. Gewerbemus. 1894, Sonderabdr.) folgendes Verfahren: In 120g der in einem Becherglase geschmolzenen, nur wenig über den Schmelzpunkt erhitzen Talgprobe röhrt man 45 cc einer Kalilauge ein, welche durch Lösen von 1,25 k Kalium hydric. depur. in 1 l Wasser erhalten wurde; dabei setzt man das Verführen so lange fort, bis ein völlig gleichförmiges Magma entstanden ist; das Gefäss stellt man, mit einem Uhrglase bedeckt, in einen auf 100° erhitzen Raum. Nach 2 Stunden, innerhalb welchen das Ganze einigemale durchgerührt werden muss, prüfe man, ob das Fett vollkommen verseift ist oder nicht, was durch Erwärmen einer kleinen Probe der Seife mit 50 proc. Weingeist geschieht. Erhält man hierbei eine völlig klare Seifenlösung, so ist die Saponification eine vollständige, wenn nicht, müsste die zu verseifende Masse neuerdings in den heissen Raum gestellt werden, um darin

bis zum Eintritte totaler Verseifung belassen zu werden. Die gebildete Seife wird nun durch Kochen mit verdünnter Schwefelsäure, wozu eine Menge von 165 cc Schwefelsäure von der Dichte 1,143 verwendet wird, zerlegt, was am zweckmässigsten in einer Silberschale geschieht und wobei das Kochen so lange fortgesetzt wird, bis die abgeschiedene Fettsäure als eine vollkommen klare Ölschicht über der sauren Kaliumsulfatlösung erscheint. Hierbei wird die Silberschale mit einer mit kaltem Wasser gefüllten Glasschale bedeckt, um einer eintretenden Concentrirung der sauren Flüssigkeit vorzubeugen. Die saure Unterlauge wird hierauf von der Fettsäure vollständig abgesogen und diese jetzt durch  $\frac{1}{4}$  stündiges Kochen mit schwefelsaurem Wasser bei bedeckter Schale lavirt, wozu ein Gemisch von 5 cc concentrirter Schwefelsäure mit 100 cc Wasser dient. Nach genügendem Absitzenlassen und nach sorgfältiger Entfernung der sauren Waschflüssigkeit wird die Fettsäure hierauf durch Auskochen mit etwa 100 cc reinem Wasser gewaschen, nach dem Stehenlassen das Wasser von der Fettsäure entfernt und erstere durch ein zweistündiges Trocknen bei 100° in einer offenen, hinreichend geräumigen Glasschale in den völlig trockenen Zustand übergeführt. Sollte das Waschwasser merklich sauer schmecken, so müsste die Fettsäure nochmals mit einer neuen Menge Wasser durch Kochen über diesem gewaschen werden. Erst die so gewonnene Fettsäure kann als hinlänglich rein und zugleich als vollkommen trocken angesehen werden, um zur schliesslichen Titerbestimmung benutzt zu werden.

Bei der Bestimmung des Erstarrungspunktes der Fettsäure selbst benutzt man eine dünnwandige Eprouvette, welche 3,5 cm im Lichten, 15 cm lang ist, und welche bis auf 1 bis  $1\frac{1}{2}$  cm unter dem Rande mit der flüssigen Fettsäure gefüllt wird. Mit Hilfe eines Korkes wird die gefüllte Eprouvette in einem hinreichend geräumigen Präparatengläse fixirt (Fig. 217). Als Thermometer benutzt man ein von — 1 bis + 60° reichendes, in  $\frac{1}{5}$ ° getheiltes Instrument, welches mittels eines Korkes axial in die Eprouvette eingesetzt werden kann. Der Kork muss ge-

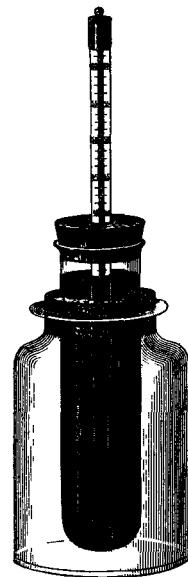


Fig. 217.

stattend, dass man die Fettsäure mit einem Thermometer ohne Schwierigkeiten durchführen kann. Damit das Thermometer möglichst kurz sei, besitzt es zwischen +2 und 28 einen aufgeblasenen Kropf, so dass hierdurch die eigentliche Scala um etwa 28° ihrer Länge verkürzt erscheint. Auf diese Weise wird vermieden, dass bei der Beobachtung ein zu weites Stück der Quecksilbersäule aus der Fettmasse heraussteht und wird dadurch ein nicht unwesentlicher Fehler (Depression des Titers) vermieden. Bei dieser Ausführung der Temperaturbestimmung steckt, wenn das Thermometergefäß beiläufig 4 bis 5 cm über dem Boden der Eprouvette steht, die Thermometerscala bis beiläufig zum Theilstriche 35 in der Fettsäuremasse und erscheint dadurch der Fehler, dass nicht die ganze Scala der beobachteten Temperatur ausgesetzt ist, nicht mehr berücksichtigungswürdig. Mit dem in der Fettsäure eingesetzten Thermometer wird so lange gerührt, bis die frühere klare Masse eben ganz undurchsichtig geworden, bis also bereits theilweise Erstarrung eingetreten ist. In diesem Augenblicke sinkt das Thermometer nun nicht mehr, sein Stand bleibt ein fixer, selbst wenn man im Kreise zehnmal mässig schnell herumröhrt. Nun darf nicht mehr gerührt werden, sondern das Thermometer wird sich selbst überlassen, welches jetzt in Folge der frei werdenden Schmelzwärme der erstarrenden Fettsäure zu steigen beginnt; der höchste, in der Regel mehrere Minuten stationäre Thermometerstand hat als Erstarrungspunkt zu gelten. Jede Erstarrungspunkt-Bestimmung muss wiederholt werden, und darf das Mittel beider Ergebnisse nur dann als endgültig angesehen werden, wenn die Differenz der Beobachtungen 0,1° nicht erreicht hat; in der Regel wird dieser Unterschied jedoch 0,05° nicht überschreiten. Dass die zur Titerbestimmung benutzte Fettsäure auf deren vollständigen Verseifungsgrad mittels Alkohol und Ammoniak geprüft werden müsse, ist wohl selbstverständlich.

### Neue Bücher.

K. v. Buchka: *Erlenmeyer's Lehrbuch der organischen Chemie. 2. Theil: Die aromatischen Verbindungen* (Leipzig, C. F. Winter).

Vorliegende achte Lieferung enthält eine ganz ausgezeichnete Bearbeitung der Diamine, Triamine, Tetramine, Pentamine und der Diazoverbindungen der Kohlenwasserstoffe  $C_n H_{2n-6}$ . Um so mehr ist es zu bedauern, dass die Verlagsbuchhandlung die Fortsetzung dieses — seitdem v. Buchka die Bearbeitung übernommen hat — hervorragen-

den Werkes verweigert. Ob sie dazu berechtigt ist, erscheint doch zweifelhaft.

B. Tollens: *Einfache Versuche für den Unterricht in der Chemie* (Berlin, P. Parey). 2. Aufl.

Dieser, für agrikultur-chemische Laboratorien bestimmte Leitfaden für den ersten Unterricht in Chemie ist ganz vortrefflich.

J. Klein: *Chemie, anorganischer Theil.* (Stuttgart, G. J. Göschen.)

Ein sehr kurzer Abriss der unorganischen Chemie.

J. M. Eder: *Jahrbuch für Photographie und Reproductionstechnik für das Jahr 1894.* (Halle a. S. W. Knapp.)

Der vorliegende achte Jahrgang dieses Jahrbuches enthält eine Anzahl von Originalbeiträgen und einen ausführlichen Bericht über die Fortschritte des letzten Jahres: die 34 artistischen Tafeln sind auch dieses Jahr sehr schön.

E. Karden: *Die Missachtung des Geldes* (Berlin, H. Steinitz). Pr. 1 M. Beachtenswerth.

A. Mithe: *Grundzüge der Photographie* (Halle, W. Knapp). Pr. 1 M. Einfach, aber ganz nett.

A. Bender: *Jahres-Rundschaub über die Chemische Industrie f. d. J. 1893.* (Wien, A. Hartleben.)

Die angeblich „sorgsame Sichtung“ beschränkt sich darauf, dass die Arbeiten theils nur in Überschriften angeführt werden, theils in Auszügen, welche aber meist nicht den Originalarbeiten selbst entnommen sind, sondern mit der bekannten „Scheere“ referirenden Zeitschriften und dem Patentblatt. Für die Abbildungen sind die — anscheinend schon recht oft gebrauchten — Bildstücke des Patentblattes (bekanntlich auch in Biedermann's Jahrbuch) verwendet, — allerdings ein billiges Vergnügen. Die Zerlegung in 4 Hefte erschwert die Übersicht sehr. — d.

Rich. Meyer: *Jahrbuch der Chemie. (Braunschweig, Fr. Vieweg & Sohn.)* Preis geb. 15 M.

Dieses Jahrbuch gibt einen kurzen, aber recht guten Überblick über die Fortschritte der gesamten Chemie. Besonders lobend sind hervorzuheben die Abschnitte: Physikalische Chemie von W. Nernst, Agriculturchemie und Gährung von M. Märcker, Chemische Technik und Brennstoffe von C. Häussermann.

D. T. Day: *Mineral Resources of the United States.* (Washington, Government Printing Office).

Der vorliegende Bericht für das Jahr 1893 gibt auf 800 Seiten ein anschauliches Bild über