

Bombonne mit 3 Muffenaufsätzen eingeschaltet worden. *A* und *B* sind in beistehender Figur 159 die alten, mit kleinen Platten versehenen Thürme, *C* und *D* die neuen, mit grossen Platten ausgerüsteten. I bis VI sind die bisher für jeden Zug benutzten Bombonnes, VII sind die Bombonnes mit 3 Muffenaufsätzen, VIII sind zwei weitere Bombonnes, deren Zweck, wie auch jetzt

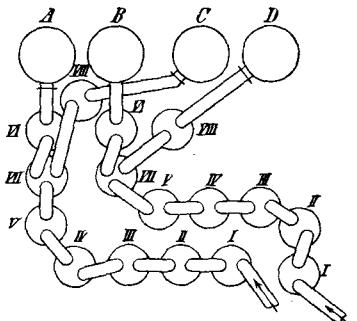


Fig. 159.

von VI folgender ist: Will man mit den Plattenthürrmen *A* und *B* arbeiten, so füllt man die Töpfe No. VIII vollständig bis zum Überlaufen mit Wasser und die Gase nehmen wegen dieses Wasserverschlusses ihren Weg von I nach VII über VI nach *A* und *B*; soll das System *C—D* funktionieren, so entleert man die Töpfe VIII zum Theil und füllt die Töpfe VI vollständig mit Wasser, worauf die Gase von Topf I über VII nach VIII und den Thürrmen *C* und *D* gelangen. Auf diese Weise lassen sich leicht Versuche (Auswechseln, Vermehren oder Vermindern der Platten u. s. w.) anstellen, ohne Betriebsstörungen von Belang zu haben. Vielleicht sind diese Zeilen Veranlassung zu weiteren Mittheilungen von anderwärts mit Plattenthürrmen gemachten Erfahrungen.

Duisburg a. Rh., im Mai 1895.

### Elektrochemie.

Ozon. A. Schneller und W. J. Wisse (D.R.P. No. 80 946) haben gefunden, dass man eine regelmässige Ozonisirung der Luft bei Verwendung hochgespannter Ströme (über 4000 Volt) nur dann unter Vermeidung jeder Flammabogenbildung erreichen kann, wenn man zwischen Stromquelle, z. B. Transformator für hochgespannte Ströme, und den Entladeflächen einen Widerstand einschaltet und dann zwischen den leitenden Entladeflächen die dunklen Entladungen herbeiführt.

Die Einschaltung des Widerstandes zwischen Stromquelle, z. B. Transformator, und entladenden Flächen wirkt als Regulator und sichert das Erfolgen dunkler Entladungen zwischen den Entladern dadurch, dass der Widerstand die hindurchgehende Strommenge beschränkt, so dass bei der vorhandenen Entfernung zwischen den beiden Entladeflächen durch die dazwischen befindliche Luft hindurch eine Flammabogenbildung nicht eintreten kann.

Von der Stromquelle, z. B. vom geschlossenen Transformator, führt die Leitung zu einem Widerstand von 1,5 Megohm, der also bei 15 000 Volt Spannung für sich allein überhaupt nur 0,01 Ampère, also in Verbindung mit dem Widerstande des gewissen Entladungsflächenabstandes nur eine so geringe Stromstärke durchlässt, dass an den Entladeflächen ein continuirlicher Flammabogen nicht mehr auftreten kann. Von diesem Widerstand führt die Leitung  $l_1$  (Fig. 160 und 161) nach den Entladeflächen  $e\ e_1\ e_2\ \dots$ ,

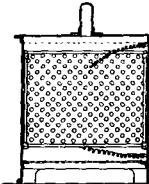


Fig. 160.

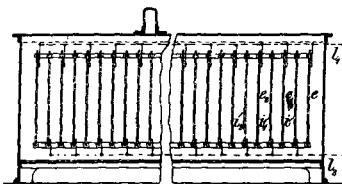


Fig. 161.

welche aus durchlochtem Blech bestehen und in einer bestimmten Entfernung von etwa 15 mm von den parallel dazu gelagerten durchlochtem Blechen  $i\ i_1\ i_2\ \dots$  angeordnet sind, welche ihrerseits durch die Leitung  $l_2$  mit dem Transformator in Verbindung stehen.

Zur elektrolytischen Nickelgewinnung dienen nach L. Münz (D.R.P. No. 81 888) Nickelstein, Speise, unreines Nickel und ähnliche Materialien (bei Kobaltgewinnung die entsprechenden Kobaltprodukte), welche in Plattenform als Anoden in einem Bade der Elektrolyse unterworfen werden. Um das dabei in Lösung gehende Eisen abzuscheiden, wird die Lauge ununterbrochen in einem Rührwerk mit Nickeloxydul gesättigt und durch Bäder geführt, in welchen sich unlösliche Anoden befinden. Indem die Lauge an diesen Anoden vorbeifließt, werden die Eisenoxydulsalze oxydiert und in der Lauge abgeschieden. Die von diesen Bädern kommende Lauge wird filtrirt, um den Eisenschlamm zurückzuhalten, darauf neutralisiert und wieder den Bädern der ersten Reihe, in welchen die löslichen Anoden hängen, zugeführt.

Die unlöslichen Anoden sind bei erheb-

licherem Eisengehalt der Lauge von den Kathoden durch eine Filtertuchscheidewand getrennt. Die eisenhaltige Lauge fliesst nur durch die Anodenabtheilungen, während um die Kathoden reine Lauge kreist. Dadurch wird erreicht, dass das gebildete Ferrisalz nicht zur Kathode gelangen und reducirt werden kann, weil es als Fällung von der Filterwand zurückgehalten wird, diffundirende Eisenoxydulsalze aber können sich an der Kathode nicht ansammeln, da sie von der dort befindlichen Lauge immer wieder fortgeführt werden.

Enthält die von den Bädern mit Stein-anoden kommende Lauge Kupfer (aus dem Stein herrührend), so kann dieses auf bekannte Weise auch durch Eisen gefällt werden, bevor die Lauge zu den Bädern mit unlöslichen Anoden fliesst. Da infolge des Eisengehalts der Anoden der Nickelgehalt der Laugen sinkt, muss constant Nickellauge zugeführt werden, und zwar geschieht dies bei der Sättigung der Lauge mit Oxydul. Natürlich braucht auch diese zum Ersatz dienende Lauge nicht frei von Eisen zu sein; insbesondere sollen dazu Nickellösungen Verwendung finden, welche bei der Elektrolyse von nickelhaltigem Schwarzkupfer, Kupferstein oder bei der Auslaugung von Nickelerzen erhalten werden.

Aus der vom Eisen befreiten Nickellauge kann auf bekannte Weise der aus dem Nickelstein gelöste Kobaltgehalt gewonnen werden.

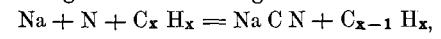
Zum Schützen von Eisen oder Stahl gegen Rost durch Überziehen mit einer Cadmiumlegirung empfiehlt O. Schmidt (D.R.P. No. 80 740) die Herstellung von elektrolytischen Bädern, welche entweder Cadmium und Kupfer oder Cadmium und Zink als Cyandoppelsalze enthalten. Ein lösliches Salz der drei Metalle wird jedes für sich in kochendem Wasser gelöst und unter fortwährendem Kochen soviel Cyankalium zugesetzt, bis die milchweisse Flüssigkeit wieder klar geworden ist. Die so gebildeten Doppelsalze (Cyankaliumcadmium u. s. w.) lässt man auskristallisiren und stellt aus diesen Doppel-salzen die elektrolytischen Bäder her.

Zur Darstellung der Cyanide der Alkali- bez. Erdalkalimetalle werden nach J. F. Hornig (D.R.P. No. 81 769) die Dämpfe dieser Metalle in einem von der Gewinnungsstelle getrennten Raum mit Kohlenstoff und Stickstoff bez. Kohlenstoff und Stickstoffverbindungen in Reaction gebracht. Das Verfahren wird mit der elektrolytischen Gewinnung der Alkalimetalle

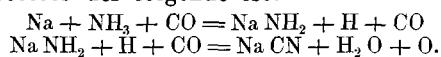
direct verbunden, in der Weise, dass zu den aus dem elektrolytischen, hoch erhitzen Ofen (u. A. durch eingeleiteten Wasserstoff begünstigt) überdestillirenden Metallen in geschlossenem Raume bei entsprechender Temperatur Kohlenstoff und Stickstoff zugeführt werden. Das entstandene Cyanmetall wird in einem sich anschliessenden Raum oder einer auf der Schmelztemperatur des Cyanids gehaltenen Retorte aufgefangen, condensirt und nach Erforderniss abgelassen. Kohlenstoff und Stickstoff werden vor der Vereinigung mit dem Metall in dem zur Cyanbildung annähernd richtigen Verhältniss gemischt, ersterer in Form von CO oder CO<sub>2</sub> oder C<sub>x</sub>H<sub>x</sub> oder feinem Kohlenstaub, letzterer als Ammoniak oder atmosphärischer Stickstoff. Das Gemisch von Kohlenstoff und Stickstoff kann, um einen Überschuss an Metall sicher zu verhüten, stets in geringem Überschuss vorhanden sein.

Anstatt des elektrolytischen Ofens kann man auch den bekannten Glühofen anwenden, in welchem z. B. Potasche mit Kohle geglüht wird, und die abgehenden Metall-dämpfe in derselben Weise, wie oben beschrieben, mittels Kohlenstoff und Stickstoff oder deren Verbindungen in Cyanide umwandeln.

Bei Verwendung von Natrium, Stickstoff und Kohlenwasserstoff findet die Reaction nach folgender Gleichung statt:



während bei Benutzung von Natrium, Ammoniak und Kohlenoxyd der Verlauf des Processes der folgende ist:



Elektrolyse mit Wechselstrom bespricht W. Peukert (Elektr. 1895, 345). Nach der von J. Herzog (das. 1891, 424) mitgetheilten Theorie der Elektrolyse mittels Wechselstrom von Mengarini soll sich ein in einen Wechselstromkreis eingeschaltetes Voltameter wie ein Widerstand mit Selbstinduction verhalten, indem es gleich diesem eine Phasenverschiebung zwischen Stromstärke und Spannung bewirkt. Da ausserdem bei der Wechselstromelektrolyse eine Polarisation der Elektroden eintritt, so suchte man wiederholt in diesem Vorgange ein Analogon der Erscheinungen, welche ein mit Wechselstrom erzeugter elektrischer Lichtbogen darbietet. Nun findet aber nach neueren Untersuchungen eine Phasenverschiebung im Wechselstromlichtbogen nicht statt, was Fröhlich nachgewiesen hat und was von Steinmetz (das. 1892, 567) noch besonders hervorge-

hoben wird unter Hinweis darauf, dass man es im Wechselstromlichtbogen nur mit einer scheinbaren Phasenverschiebung zu thun hat. Da im Lichtbogen Stromstärke und Spannung nicht gleichzeitig Sinuswellen sein können, vielmehr eine der beiden Grössen durch eine bedeutend von der Sinuswellenform abweichende Curve dargestellt wird, erkläre sich auch der Umstand, dass zwischen den gemessenen Voltampère und Watt eine nambafte Differenz sich ergibt, sodass die daraus ermittelte Phasenverschiebung nur als fictive aufzufassen ist. Ob nun ein von einem Wechselstrom durchflossenes Voltmeter ein analoges Verhalten zeigt, suchte Peukert durch Versuche zu ermitteln. Da hiernach das Voltmeter keine Phasenverschiebung zwischen Strom und Spannung bewirkt, so muss der von demselben absorbierte, mit dem Wattmeter gemessene Effect gleich sein dem Producte aus gemessener Stromstärke und Spannung, wie diese durch die Angaben der Hitzdrahtinstrumente unmittelbar erhalten werden.

### Hüttenwesen.

Zum Brikettiren von Erzen werden nach R. Fegan (D.R.P. No. 81 906) die Erze und die Reductionsmittel zerkleinert und mit zerkleinertem Naphtalin und Harzrückstand in einen geschlossenen Behälter mit Rührwerk gebracht und innig zusammengemischt, wobei zugleich das Ganze so weit erhitzt wird, dass das Naphtalin und der Harzrückstand zum Theil verflüchtigt werden. Das Gemenge wird alsdann unter langsamer Abkühlung in Formen oder in sonst geeigneter Weise zu harten Blöcken geformt, wobei das Naphtalin und der Harzrückstand die anderen Bestandtheile fest zusammenbinden. Obgleich Harzrückstände zu obigem Zwecke am geeignetsten erscheinen, so können auch Rückstände aus der Paraffindestillation angewendet werden, welche jedoch nicht unter  $138^{\circ}$  schmelzen dürfen.

Zur Herstellung von Mauersteinen aus Hochofenschlacke wird nach P. Frauenholz (D.R.P. No. 81 156) Hochofenschlacke (mindestens 80 Proc.) mit Thon gemischt und das zu Steinen geformte Material durch Pressung einem starken Druck ausgesetzt, worauf bei einer solchen Temperatur gebrannt wird, dass keine Verkleinerung eintritt.

Die Kohlung des Flusseisens nach dem Düdelinger Verfahren untersuchte H.

Wedding (Stahleisen 1895, 570). Die fertige Ziegelmasse bestand aus:

87,08 Proc.	Anthracit				
9,41	-	Calciumcarbonat			
2,02	-	Calciumoxyhydrat			
0,09	-	Phosphorsäure ( $P_2O_5$ )			
0,36	-	Eisenoxyd und Thonerde			
0,11	-	Magnesia			
1,12	-	Wasser, welches neben concentrirter Schwefelsäure entweicht.			

Die bei der Kohlung entwickelten Gase wurden während des Gusses des Flusseisens mit oder ohne Zusatz von Aluminium, mit oder ohne Zusatz des Kohlungsmittels unter einer mit feuerfestem Material gefütterten Haube aufgefangen und in zwei mit Gummischlauch verbundenen Glasbehältern abgesperrt. Um sicher zu sein, dass die in der Gussform enthaltene Luft entfernt wurde, liess man die Gase nach Schluss des Sicherheitsventils zuvörderst eine Zeit lang durch die Auffangröhren streichen und schloss erst kurz vor der Füllung der Form ab.

Die Gasanalyse ergab Volumprocente:

No.	Kohlen-säure	Kohlen-oxyd	Sauer-stoff	Wasser-stoff	Stick-stoff
1	2,2	33,6	—	40,8	23,4
2	0,2	11,4	12,0	61,9	14,5
3	1,8	11,2	—	66,3	20,4
4	2,0	—	11,2	3,4	83,4
5	0,4	6,6	—	78,3	14,7

Gas No. 1 war beim Guss eines Blocks ohne Zusatz von Aluminium und ohne Zusatz von Kohlungsmaterial erhalten; das Gas No. 2 beim Guss eines Blocks ohne Zusatz von Aluminium und unter Zusatz eines Kohlenziegelstück, No. 3 beim Guss eines Blocks ohne Zusatz von Aluminium und unter Zusatz der doppelten Menge Kohlungsmaterial, wie bei 2. Das Gas No. 4 entstammt vom Guss eines Blocks mit Zusatz von 50 g Aluminium, aber ohne Zusatz von Kohlungsmaterial, das Gas No. 5 endlich vom Guss eines Blocks mit Zusatz von 200 g Aluminium und einem Kohlenziegelstück wie bei No. 2.

Denkt man den Rest in den Gasen aus den Güssen ohne Aluminiumzusatz mit Wasserstoff combinirt, so ergibt sich folgendes Bild, nachdem der in der Analyse No. 2 gefundene freie Sauerstoff abgezogen ist:

No.	Sauerstoffrest	Zugehörige Wasserstoffmenge	Wasserstoffrest
1	23,3	2,9	1,7
2	14,3	1,8	8,2
3	1,5	0,2	12,8

Dieser Wasserstoffrest muss aus dem Eisen stammen. Er nimmt mit der Menge des Kohlungsmaterials zu und beträgt verhältnissmässig nur wenig in den Gasen aus dem ohne Kohlungsmaterial gegossenen Block.

Die Analysen des Flusseisens aus den Blöcken, bei deren Guss die Gase No. 1, 2 und 3 entnommen waren, ergaben folgende Zusammensetzung:

	1	2	3
Kohlenstoff . . .	0,185	0,410	0,478
Silicium . . .	0,003	0,004	0,005
Phosphor . . .	0,048	0,116	0,090
Schwefel . . .	0,035	0,043	0,037
Mangan . . .	0,350	0,300	0,400
Kupfer . . .	0,030	0,035	0,030
Kobalt und Nickel.	0,070	0,080	0,071

Der gesammte Kohlenstoffgehalt der gelösten Ziegel muss sich theils in dem Eisen, theils in den Gasen befunden haben, da nichts in die Luft entweichen konnte. In dem Block, bei dessen Guss kein Kohlungs-material zugesetzt war, betrug der Kohlenstoff im Eisen, d. h. in dem Birneneisen der Giesspfanne, so viel wie im Block, also 0,185 k in 100 k Flusseisen; mithin sind in 100 k des Blocks 2 aus den Kohlungsziegeln  $0,410 - 0,185 = 0,225$  k und in 100 k des Blocks 3 aus den Kohlungsziegeln  $0,478 - 0,185 = 0,293$  k Kohlenstoff aufgenommen worden. In den Ziegeln sind 74,60 Proc. Kohlenstoff, mithin sind verbraucht zur Abgabe von 0,225 k Kohlenstoff = 0,30 k Ziegel und zur Abgabe von 0,293 k Kohlenstoff = 0,39 k Ziegel. Die Ziegel können 3,4 Proc. Wasserstoff abgeben, d. h. aus den Ziegeln können stammen bei den Gasen des Blocks No. 2 0,01 k, aus den Ziegeln bei den Gasen des Blocks No. 3 = 0,013 k Wasserstoff. In den Gasen ohne Kohlungsziegelzusatz waren in 100 k 4,6 k Wasserstoff; das Verhältniss des aus den 60 k schweren Blöcken entwickelten Wasserstoffs hätte, wenn der Wasserstoff nur aus dem Wasser der Ziegel entstanden wäre, =  $4,6 : 4,601 : 4,613 = 1 : 1,002 : 1,003$  sein müssen, das Verhältniss ist aber =  $4,6 : 10,0 : 13,0 = 1 : 2,18 : 2,83$ , mithin ist aus dem Eisen durch das Kohlungs-material annähernd das Zwei- und Dreifache an Gas ausgetrieben worden gegenüber der Gasmenge, welche auch ohne Kohlungs-material aus dem Eisen durch einfache Abkühlung, zum Theil unter Blasenbildung, hinausgelangt.

Um festzustellen, dass das mechanische Umrühren durch die entwickelten Gase einen günstigen Einfluss auf die gleichartige Zusammensetzung der Flusseisenblöcke ausübe, wurden Blöcke der laufenden Darstellung und zwar einer (A), welcher ohne Zusatz von Kohlungs-material, und zwei (B und C), welche mit Zusatz von Kohlungsziegeln hergestellt waren, benutzt. Der Block A hatte 145 mm, der Block B ebensoviel, der Block C 210 mm im Quadrat. Die Analysen wurden von Pufahl ausgeführt (Ammoniumkupfer-

chlorid-Methode und Verbrennung in Sauerstoff und Luft). Zuvörderst wurden nach Entfernung der Giesshaut auf 3 mm Bohrspäne am oberen Ende (unterhalb des verlorenen Kopfes), in der Mitte der Höhe und nahe dem Fussende genommen. Ein nennenswerther Unterschied im Kohlenstoffgehalt ergab sich nicht. Sodann wurden ungefähr in der Mitte jedes Blocks an verschiedenen Stellen des Querschnitts Proben entnommen, und zwar eine (a) in der Achse des Blocks, eine (b) nahe (3 mm von) dem Rande und eine (c) in der Mitte zwischen beiden. Hier ergab sich allerdings ein Unterschied im Kohlenstoffgehalt, wie folgende Zusammensetzung zeigt:

	A	B	C
	Proc. Kohlenstoff		
a	0,080	0,610	0,644
b	0,067	0,638	0,686
c	0,088	0,650	0,689

Auf den Kohlenstoffgehalt in der Achse der Blöcke = 100 bezogen, ergeben sich die folgenden Unterschiede:

	A	B	C
a	100	100	100
b	83,7	104,7	106,5
c	110	106,6	107

Hieraus ergibt sich, dass allerdings ein Unterschied im Kohlungsgrade an der schnell erstarrten Oberfläche und in der Mitte besteht und dass als Regel bei den gekohlten Blöcken der Kohlenstoffgehalt nach dem Rande zunimmt, während der ungekohlte Block die Eigenthümlichkeit zeigt, dass zuerst nach dem Rande zu einer Abnahme, dann eine starke Zunahme an Kohlenstoff erfolgt. Aber es zeigt sich ferner, dass die Unterschiede bei dem ungekohlten Block erheblich stärker waren als bei dem gekohlten.

Es ist hiermit der Beweis geliefert, dass das Düdelinger Kohlungsverfahren neben dem Ziele, den gewünschten Kohlenstoff ohne hohen Mangangehalt in das Eisen einzuführen, auch noch zwei weitere Aufgaben erfüllt, erstens das Flusseisen vor dem Erstarren blasenfrei und zweitens das Flusseisen durch die mechanische Umrührung gleichmässig zu machen. Ob der gleiche Zweck durch andere Stoffe außer dem Gemisch von Kohle und Kalkhydrat erreicht werden kann, muss Versuchen überlassen bleiben. Möglich ist es, dass sich der Process in zwei Theile trennen lässt, deren erster die einfache Kohlung zum Zweck hat, z. B. nach dem Phönixverfahren, deren zweiter

dann durch Einblasen von Wasserdampf das Entgasen und Umrühren besorgt, auch ist es nicht ausgeschlossen, dass denselben Zweck wie Wasserdampf auch andere Gase, z. B. Kohlensäure, erfüllen, oder dass sich der Wasserdampf auch aus anderen Hydraten mit gleichem Erfolg entwickeln lässt.

Als letzte Frage könnte in Betracht kommen, ob Calciumcarbid den gleichen Zweck erfüllen könnte, da ja das Calcium wie Aluminium das Mangan vertreten und wie Spiegeleisen zugleich den Kohlenstoff einführen würde. Schon aus theoretischen Gesichtspunkten ist der Erfolg unwahrscheinlich. Wie man praktisch nicht ganz ohne Mangan, nicht einmal bei Anwendung von Ferrosilicium zur Desoxydation, fortkommen kann, so ist auch die Wahrscheinlichkeit nicht gross, dass Calcium allein anwendbar sein sollte.

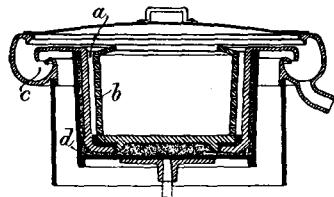


Fig. 162 und 163.

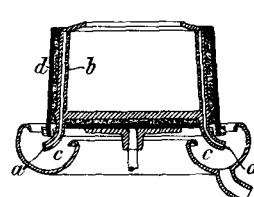


Fig. 164 und 165.

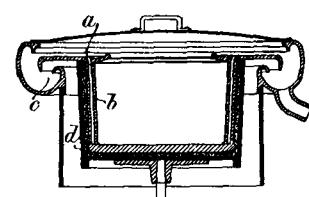


Fig. 166 und 167.

Die Versuche, Calcium mit Mangan zu legiren durch gleichzeitige Reduction im elektrischen Strom, haben zu negativen Ergebnissen geführt. Beide Metalle scheiden sich nebeneinander ab, ohne sich zu legiren, ja das Mangan scheint dem Calcium den Kohlenstoff vorzuenthalten auf Kosten der eigenen Kohlung, denn das Calcium tritt, mechanisch eingeengt, mit seiner eigenthümlich gelben Farbe auf. Zu Allem kommt noch die Schwierigkeit der Aufbewahrung von Calciumcarbid, welches sich an der feuchten Luft mit Lebhaftigkeit zersetzt, so dass z. B. schon nach mehreren Stunden des Liegenlassens in einem offenen Glase die Möglichkeit, Acetylen zu entwickeln, aufhört. Bei in Düdelingen angestellten Versuchen hat das Calciumcarbid also keinen Einfluss ausgeübt; wahrscheinlich hat sogar das dem Eisen mechanisch eingemengte Calcium einen nachtheiligen Einfluss auf das Metall; denn dass es eingemengt bleibt,

zeigte sich an dem Mangel jeder Schlackenausscheidung nach dem Zusatz des Calciumcarbids. Übrigens entstand beim Auswalzen der Blöcke zu Knüppeln ein die Hütte verpestender Geruch nach Acetylen, welcher allein genügen würde, den Zusatz von Calciumcarbid unmöglich erscheinen zu lassen.

### Apparate.

Schleuder mit säurebeständigem Einsatz von Gebr. Heine (D.R.P. No. 81417). Die Schleudertrommel besteht aus Glas, Porzellan, Blei u. dgl. Wie Fig. 162 zeigt, ist die Mantelwandung mit einer Anzahl zur Achse parallel oder geneigt angeordneter Kanäle *a* versehen, welche wiederum durch die Öffnungen *b* mit dem Trommellinnen in Verbindung stehen. Die Flüssigkeit tritt hierbei während des Schleuderns

durch *b* in *a* und von hier in die gleichfalls aus säurefestem Material bestehende Sammelmulde *c*, welche so angeordnet ist, dass auch das Schutzgehäuse der Centrifuge nicht mit der Säure in Berührung kommt. Die Trommel ist in einem auf der Laufachse befestigten Panzer eingekittet, wodurch sie gegen Explosion geschützt ist, ohne dass die Säure mit dem Panzermaterial in Berührung kommt.

Fig. 164 zeigt dieselbe Construction, jedoch den Austritt der Flüssigkeit nach unten darstellend. Fig. 166 ist gleich Fig. 162, jedoch besteht die Einsatztrommel aus zwei ineinander gesteckten Mänteln. Fig. 167 zeigt eine Anordnung, bei welcher die Flüssigkeit durch eine Anzahl im Trommelrand angeordneter Löcher austritt.

Auslauge- und Klärapparat von R. Deissler (D.R.P. No. 81248) besteht aus einem Behälter von nahezu dreieckigem

Querschnitt, dessen Boden stark geneigt ist und durch eine Wand in zwei Hauptabtheilungen *a* und *b* (Fig. 168) getheilt wird, wovon die erste den Auslauge-, die zweite den Klärraum enthält; beide stehen unten bei *f* in Verbindung. In der ersten Abtheilung ist in bekannter Weise eine Scheidewand *e* angebracht, deren Oberkante unterhalb des Wasserspiegels liegt und die auch unten nicht bis an den Boden heranreicht,

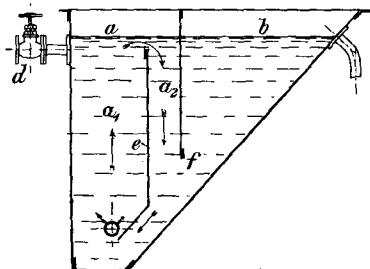


Fig. 168.

vielmehr in Richtung der schrägen Wand abgebogen ist. Auf diese Weise werden in der Auslaugeabtheilung die Salze stetig in Bewegung gehalten, und da entsprechend dem Zutritt der Flüssigkeit durch das Ventil *d* auch ein Abgang der Flüssigkeit unterhalb der Scheidewand bei *f* zu dem Klärbehälter *b* hin erfolgt, so ist eine continuirliche Wirkung erreicht. Die in den Klärbehälter *b* mit hinübergerissenen festen, noch nicht gelösten Theile setzen sich infolge der nach oben sich erweiternden dreieckigen Form des Behälters *b* und des dadurch herbeigeführten verlangsamten Aufsteigens der Flüssigkeit sicher ab und gleiten auf der schrägen Wand wieder nach dem Auslaugebehälter *a* zurück.

Apparat zum gleichmässigen Ansaugen von Gasen zum Zwecke der Analyse von F. G. Waller (D.R.P. No. 80832), ist gekennzeichnet durch zwei communicirende Gefässe von ungleicher Grösse, wovon das grössere als Gassammelraum dient, während das kleinere mit einem Schwimmer ausgestattet ist, der einen Heber trägt, welch' letzterer sich gemeinsam mit dem Schwimmer senkt und unabhängig von dem jeweiligen Flüssigkeitsstande stets ein constantes Volumen Flüssigkeit ausströmen lässt.

Apparat zum Behandeln von Flüssigkeiten mit Gasen von A. Vivien (D.R.P. No. 81164) besteht aus einem oder mehreren spiralförmigen Rohren *a* (Fig. 169), die vorn in eine Trommel *b* und hinten in eine Trommel *c* münden. Die einzelnen Windungen werden durch Arme *o<sup>1</sup>* gestützt,

die an der Achse *o* sitzen, welche die Böden der Trommeln *b* und *c* verbindet. Besteht der Apparat aus vier Spiralrohren *a*, so gehen dieselben von den Bohrungen 1, 2, 3, 4 aus. Die Vorrichtung *b a o c* wird mittels des Zahnrades *e* und des Trieblings *d* um die Achse *o* gedreht. Rollen *f*, welche über den Umfang der hohlen Trommel *c* verteilt sind, dienen dazu, den Apparat während der Drehbewegung zu stützen. Die Trommel *b* dreht sich in einem Cylinder *g*, welcher durch eine Ledermanchette abgedichtet ist und in der die zu reinigende Flüssigkeit durch das Rohr *k*, die Kohlensäure durch das Rohr *l* eingeleitet wird.

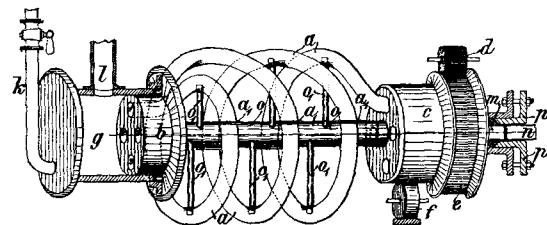


Fig. 169.

Der Stand der Flüssigkeit in dem Cylinder *g* wird in der Weise geregelt, dass man die sich drehenden Rohre *a* mehr oder weniger Flüssigkeit und zu gleicher Zeit mehr oder weniger Gas aufnehmen lässt. Wenn die Rohrmündungen in das Wasser eintauchen, so dringt eine bestimmte Menge desselben in die Rohre *a*, und sobald die Mündungen aus dem Wasser heraustreten, wird die Kohlensäure in die Rohre hineingepresst. Das in jedem Rohr eingeschlossene Gas rückt bei jeder Umdrehung um eine Rohrwundung vorwärts und ebenso die Flüssigkeit, welche dabei ständig die Innenwandung des Rohres benetzt.

Die Flüssigkeit und das nicht absorbirte Gas verlassen den Apparat durch die Rohre *m n*; eine Stopfbüchse *p* verhindert einen seitlichen Austritt und der Druck verbreitet sich über das Rohr *n*, um die gereinigte Flüssigkeit emporzuheben. Indem man in das Rohr *n* einen Behälter einschaltet, der mit einem Ventil ausgestattet ist und den Austritt des überschüssigen Gases regelt, wird für das nicht absorbirte Gas ein Abgang geschaffen. Die spiralförmigen Rohre *a* bestehen aus symmetrischen und daher gegen einander auswechselbaren Krümmern, die mittels der Flantschen *a<sup>1</sup>* verbunden werden.

Apparat zum Zerstäuben von Flüssigkeiten behufs Behandlung derselben mit Gasen von A. Müller (D.R.P. No. 80765) besteht im Wesentlichen darin, dass in bekannter Weise in einem geschlossenen Raum

eine (oder mehrere) mit Schöpfgefäßen versehene Welle in schnelle Umdrehung versetzt wird, wobei die Schöpfer einen Theil der am Boden des Kastens befindlichen Flüssigkeit aufnehmen, zerstäuben und den in den Kasten eingeführten Gasen entgegenschleudern. Die Schöpfgefäße sind nun nach vorliegender Erfindung so eingerichtet, dass sie am unteren Ende ihrer Vorderwand einen flachen Schlitz, entsprechend der ganzen Breite des Bodens, besitzen oder eine Anzahl Löcher, aus welchen die Flüssigkeit bei der Umdrehung herausgepresst und fein zerstäubt wird.

Zum Messen von Grubengasen verwendet B. Ch. Tilghman (D.R.P. No. 80179) zwei Stromkreise. In den einen Stromkreis wird ein unveränderlicher Widerstand eingeschaltet, in den anderen ein solcher, der sich bei der Gegenwart von Gasen oder Dämpfen ändert. Diese Änderung wird dadurch bewirkt, dass der durch den elektrischen Strom erhitzte Widerstand die mit ihm in Berührung kommenden Gase entzündet, wodurch je nach der Menge der Gase eine stärkere Erhitzung eintritt.

Verfahren zur Bestimmung der Bindekraft von Leim von G. Seeligmann (D.R.P. No. 80494) beruht auf der Erkenntniss, dass die Bindekraft eines Leimes proportional derjenigen Wassermenge ist, welche eine in einer Schwerlinie festgehaltene Leimtafel aufnehmen muss, um an der Auflagerungsstelle unter dem Einfluss des beiderseits derselben allmählich wachsenden Gewichts bei wachsender Quellung und Lockerung aufzureißen oder durchzubrechen.

### Unorganische Stoffe.

Zur Reinigung übelriechender Schlempeofengase bringt H. Reichardt (D.R.P. No. 81401) die unsaturirten, nicht mit Kohlensäure behandelten, alkalischen Schlempen in Berührung mit den Gasen der Schlempeöfen, wobei diese übelriechenden theerhaltigen Gase durch die alkalische Flüssigkeit gereinigt werden. Gleichzeitig dient der nicht unbedeutende Gehalt der Schlempeofengase an Kohlensäure dazu, nunmehr die Schlempe zu saturiren, d. h. die in Lösung befindlichen alkalischen Erden als Carbonate zu fällen und auszuscheiden. Diese Ofengase, welche ziemlich heiss (250 bis 400°) aus den Schlempeöfen austreten, erwärmen noch bei der Mischung die Schlempe, welche nach dem Ausscheiden der obengenannten Carbonate und nach dem Eindampfen (beides

in üblicher bekannter Weise) zur Verbrennung und Veraschung in die Schlempeöfen geleitet wird. Beim Durchleiten der Ofengase durch die alkalischen Schlempen entweichen die in ihnen enthaltenen flüchtigen, stickstoffhaltigen Basen (Amine und Ammoniak) so gereinigt, dass sie in bekannter Weise gewonnen werden können.

Doppelsalz von Natriumsulfit und Natriumearbonat wird nach M. Prentice (D.R.P. No. 81667) erhalten, indem man 7 Th. von krystallisiertem Natriumsulfit und 4 Th. von krystallisiertem Natriumcarbonat in 12 Th. Wasser auflöst und diese Lösung so lange bei Siedetemperatur erhitzt, bis sich während des Erhitzens an der Oberfläche der Flüssigkeit eine schwache Haut bildet. Die Flüssigkeit wird dann abgekühlt und ein für diesen Zweck besonders hergestellter Krystall des Doppelsalzes in dieselbe hineingebracht, worauf die neue Verbindung auskrystallisiert. Die Lösung der Mischung von Natriumsulfit und Natriumcarbonat kann erforderlichenfalls im Vacuum über Schwefelsäure abgedampft werden.

Das Doppelsalz kann als Ersatz für Natriumsulfit verwendet werden. Die Verwendung desselben hat sich beispielsweise beim Waschen von Wolle und bei der Behandlung von Baumwollwaren als vortheilhaft erwiesen. Ferner kann es mit Vortheil bei der Photographie verwendet werden und verdient hier den Vorzug vor dem bisher üblichen Natriumsulfit, da es sich auch in Lösung durch die Einwirkung des Lichtes nicht verändert.

Verkauf der Thomasschlacke nach Citratlöslichkeit. Der Düngerausschuss des Verb. landwirthsch. Versuchsstationen hat am 9. April beschlossen:

1. Die Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure nach Wagner gibt schon jetzt einen weit sichereren Anhalt für die Werthbemessung der Thomasmehle als die der Gesammtphosphorsäure.

2. Bei dem Handel nach citratlöslicher Phosphorsäure kann die Feinmehlgarantie in Wegfall kommen, da die in dem groben Mehl enthaltene Phosphorsäure von der Citratlösung verhältnismässig wenig gelöst wird, und deshalb die Fabrikanten schon im eigenen Interesse für möglichst feine Mahlung sorgen werden.

3. Der Ausschuss für Düngemittel kann schon bei dem jetzigen Stande der Analyse gewährleisten für eine Genauigkeit von 0,75 Proc. citratlöslicher Phosphorsäure, stellt aber bestimmt in Aussicht, dass bei weiterer Vervollkommenung der Methode binnen Kurzem eine wesentliche Einschränkung der Analysenlatitüde eintreten kann.

Am 2. Mai fand eine Versammlung von Vertretern des Verbandes landwirthschaft-

licher Versuchsstationen, des Vereins deutscher Eisen- und Stahlindustrieller, der Thomasmehlfabrikanten, der Thomasmehlhändler und versch. Landwirtschaftsgesellschaften statt, welche beschlossen:

Vom 1. Juli dieses Jahres an wird das Thomasphosphatmehl auf Grund seines Gehalts an citratlöslicher Phosphorsäure in den Handel gebracht werden. Bedingung ist, dass für eine gewisse Übergangszeit in denjenigen Fällen, in welchen der Käufer nicht darauf besteht, Thomasschlacke nach Citratlöslichkeit zu kaufen, auch auf Grund des Gehalts an Gesammtphosphorsäure und Feinmehl gehandelt werden darf. — In diesem Falle sollen von der Gesammtphosphorsäure mindestens 70 Proc. citratlöslich sein. Die Latitüde von 0,75 Proc. wurde als ausreichend und dem augenblicklichen Stande der Wissenschaft entsprechend angenommen.

**Arsenbestimmung.** Thioessigsäure empfiehlt R. Schiff (Ber. deutsch. 1895, 1204) für gerichtlich-chemische Analysen. Wenn man eine salzaure Lösung von arseniger oder von Arsenäsäure mit Thioacetat etwa eine Minute lang kocht, so ist nach dem Erkalten aus der klar gewordenen Flüssigkeit das Arsen quantitativ gefällt. Es ist ja bekannt, wie schwierig es ist, für gerichtliche Zwecke einen langandauernden, sicher absolut arsinfreien Schwefelwasserstoffstrom zu bereiten. Die nach der Darstellung nochmals rectificirte Thioessigsäure ist hingegen stets absolut arsinfrei.

1 Th. gepulvertes Phosphorpentasulfid wird mit 0,5 Th. Glasscherben und mit 1 Th. Eisessig gemischt und die Masse in einem Glasgefäß, das mit Thermometer und absteigendem Kühlrohr versehen ist, auf dem Drahtnetze mit der leuchtenden Flamme angewärmt. Die Reaction beginnt alsbald ohne irgendwie beunruhigendes Anschwellen und ist mittels der Flamme sehr leicht zu reguliren. Wenn die Temperatur der Dämpfe auf etwa 103° gestiegen ist, bricht man die Operation ab. Das gelbe Product wird nochmals rectificirt und das zwischen etwa 92 und 97° Übergehende als reine Thioessigsäure entweder frei als 6 proc. wässrige Lösung oder als Salz in 30 proc., schwach ammoniakalischer Lösung in Anwendung gebracht. Man erhält so fast  $\frac{1}{3}$  des Gewichts der angewandten Essigsäure an reiner Thiosäure. In einem etwa 2 l fassenden Gefäße wendet man gewöhnlich zu jeder Operation 300 g Phosphorpentasulfid, 150 g Scherben, 300 g Eisessig an und erzielt stets 97 bis 100 g rectificirte Thiosäure. Diese Menge, deren Darstellung keine Stunde in Anspruch nimmt, in 300 cc Thioacetatlösung umgewandelt, ist für mehr als 150 gewöhnlicher qualitativer Analysen im Laboratorium weitaus genügend.

**Herstellung von Natriumbicarbonat.** Nach E. Carthaus (D.R.P. No. 81103) wird in einem Behälter I Magnesia (bez. Dolomit) mittels Kohlensäure und Wasser unter 5 bis 6 Atm. Druck zu Magnesiumbicarbonat gelöst. Die Lösung wird sodann durch Anwendung eines geringen Überdruckes in einen zweiten, unter gleichem Druck stehenden Behälter II allmählich übergeführt bis auf einen geringen trüben Rest. Nach Verschluss der Verbindung zwischen beiden Behältern wird in den Behälter II eine möglichst concentrirte Chlornatriumlösung oder ein Brei aus fein zertheiltem Chlornatrium in solcher Menge eingeführt, dass nach erfolgter Umsetzung zu Chlormagnesium und Natriumbicarbonat immer noch eine, wenn auch noch so geringe Menge Magnesiumbicarbonat, dagegen kein Chlornatrium in Lösung bleibt. Hierbei ist der Druck durch Zuführung von Kohlensäure stets auf 5 bis 6 Atm. zu erhalten. (Vgl. S. 91 d. Z.)

Die über dem ausgefallenen Natriumbicarbonat stehende und abgeklärte Flüssigkeit, welche Chlormagnesium und Natriumbicarbonat gelöst enthält, wird nun wieder in den Behälter I zurückgedrückt, in welchem von neuem Kohlensäure und Magnesia unter Druck zugeführt und Magnesiumbicarbonat gebildet wird. Die gewonnene Lösung wird wiederum in den Behälter II gedrückt und zur Umwandlung neuer Mengen Chlornatrium in Natriumbicarbonat verwendet. Das in diesem Behälter befindliche gefallte Natriumbicarbonat kann, nach jeder einzelnen oder auch nach mehrmaliger Ausfällung, in einen Behälter III (unter Druck) übergeführt werden. Dieses wird so lange fortgeführt, bis die Mutterlauge sich nahezu völlig mit Chlormagnesium gesättigt hat, was bei der bedeutenden Löslichkeit desselben sehr lange dauert.

Das in dem Behälter III angesammelte Natriumbicarbonat wird von der anhaftenden Flüssigkeit getrennt, gewaschen und in bekannter Weise weiter verarbeitet. Die hierbei erhaltene Mutterlauge (falls dieselbe noch nicht mit Chlormagnesium gesättigt ist), sowie das Waschwasser werden wieder in I zur Lösung neuer Mengen von Magnesiumbicarbonat verworfen.

Zur Herstellung von Bleiweiss sind nach E. van den Hoff (D.R.P. No. 81590) auf einer Holzbühne aus Holz gefertigte Fässer, die 6 bis 20 hl Inhalt haben, wagerecht mit ihrer Längsachse gelagert, in der Weise, dass einige eiserne Reifen derselben auf drehbaren Rollen ruhen. Jedes Fass trägt einen eisernen Radkranz, in welchen

eine auf einer Welle sitzende Schnecke greift, so dass die ganze Reihe Fässer in Umdrehung versetzt werden kann. Jedes Fass hat in der Mitte der Böden kreisrunde, etwa 45 mm grosse Öffnungen *A* (Fig. 170 bis 172), welche durch ein die Mittelachse bildendes Rohr *B* verbunden sind. Dieses ist aus Weiden oder spanischem Rohr geflochten oder besteht sonst aus einem porösen, von aussen her Luft in das Fass lassenden Material. Im vorderen Boden ist ein Schau- und Abfüllglas *D*, sowie ein Thermometer *E* eingesetzt. Rechtwinklig zu dem Rohr *B* und dieses durchdringend ist in der Mitte des Fasses noch ein Rohr *F* angebracht, dessen eines Ende durch eine Auslassröhre *H* mit der Fasswand verbunden ist.

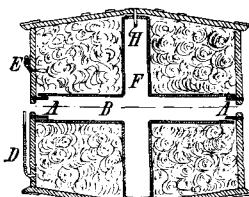


Fig. 170.

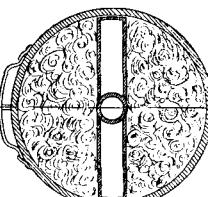


Fig. 171.

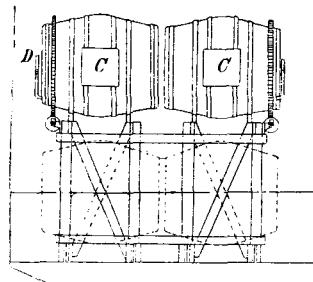


Fig. 172.

Das ganze Fass wird mit derben Hobelspannen aus Buchenholz angefüllt, doch kann auch Holzkohle o. dgl. genommen werden. Dieses Füllmittel wird mit dem gleichen Volumen Bleiblech in Form von spiralförmig gewundenen Streifen vermischt und durch das Mannloch *C* in die Fässer eingefüllt. Hierauf wird das Fass zur Hälfte, soweit dies eben das innere Rohr *B* erlaubt, mit Essig angefüllt, welcher in 100 l etwa 8 k Essigsäure enthält; erforderlich ist es jedoch, dass dieselbe solcher ist, der direct durch Oxydation von Alkohol entstanden ist. Dieser Essig wird vor der Einfüllung auf 45° erwärmt und das so beschickte Fass etwa 24 Stunden der Ruhe überlassen; hierauf zieht man etwa  $\frac{1}{5}$  der Flüssigkeit ab und ersetzt dieselbe durch einen besonderen, 9 Proc. Alkohol haltenden Wein oder eine andere vergohrene, alkoholhaltige Flüssigkeit. Alsdann erwärmt man durch ein-

gelassenen Dampf den Fassinhalt auf 38° und setzt nun die Fässer in Umdrehung. Die Übersetzung wird so gewählt, dass die Fässer in 3 Stunden eine Umdrehung machen; während der Nachtzeit unterbleibt diese Bewegung, um die Essigbildung noch mehr zu befördern. Es ist darauf zu achten, dass während der ganzen Dauer der Arbeit, die etwa 8 Tage währt, die Temperatur in den Fässern stets auf 30 bis 35° verbleibt. Dementsprechend ist die Temperatur in den Fabrikationsräumen zu reguliren, die stets 28 bis 30° betragen muss. Die Reaction ist beendet, wenn die Oxydation des ganzen Alkohols festgestellt wird und wenn die Flüssigkeit nur noch etwa 1 Proc. Essigsäure enthält. Ist der Endpunkt eingetreten, so lässt man das Fass noch  $1\frac{1}{2}$  Umdrehungen machen, um möglichst viel Blei in der Flüssigkeit zu lösen, und lässt alsdann die bleiweisshaltige Flüssigkeit in Decantirbottiche ab, die unterhalb der Fässer stehen.

Zur Gewinnung von Kohlensäure empfehlen A. van Berkel und R. Fliess (D.R.P. No. 81678) eine drehbare Retorte für die Erhitzung natürlicher Carbonate.

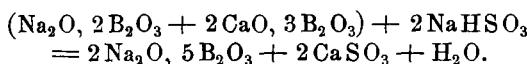
Zum Kaustisiren von Alkalicarbonaten wird nach H. Neuendorf (D.R.P. No. 81923) die frische Carbonatlauge mit einem Gemenge von Calciumcarbonat und Ätzkalk behandelt und darauf die so gewonnene, nur theilweise kaustisirte und vom Schlamm getrennte Lauge durch Zugabe von frischem Kalk vollständig kaustisiert.

Beim Beginn der Arbeit wird in den Kessel Rohlauge eingelassen, welche durch Waschwasser vom Auslaugen des Kalkschlamms von der vorigen Operation auf ungefähr 17° B. verdünnt ist. Nun wird Dampf in den Kessel geblasen, bis die Temperatur der Flüssigkeit auf ungefähr 70 bis 80° gestiegen ist, wobei zugleich das specifische Gewicht auf 14° B. sinkt. Darauf werden etwa 900 k Kalk zugegeben, der sehr schnell unter Zurücklassung der Steine aus dem Korb in die Flüssigkeit übergeht. Schliesslich wird auch der Dampf abgestellt und die Flüssigkeit, welche jetzt zusammen mit dem Kalk etwa einen Raum von 18000 l einnimmt, sich selbst überlassen. Nachdem sich der Niederschlag gesetzt hat, zieht man die darüber stehende Flüssigkeit aus dem Kessel und verarbeitet die Lauge im Schmelzkessel auf festes kaustisches Natron weiter.

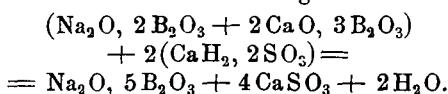
Nach dem Ablassen der Ätzlauge wird wieder frische Lauge in derselben Menge, wie beim ersten Mal, zugeführt und mit

dem zurückgebliebenen Schlamm der ersten Operation, Calciumcarbonat und Kalk, gekocht. Der Rückstand geht hierbei vollständig in Calciumcarbonat über, während die Lauge noch Natriumcarbonat enthält, also unvollständig kaustisirt ist. Die Lauge wird aus dem Behälter zuerst entfernt und dann auch der Rückstand. Die unvollständig kaustisierte Lauge wird mit frischem Kalk behandelt, wobei das Natriumcarbonat in Ätznatron übergeführt wird und eine Flüssigkeit entsteht, die auf festes Ätznatron verarbeitet werden kann. Der hierbei entstehende Schlamm enthält wieder Calciumcarbonat und Kalk gemengt und wird wieder, wie oben beschrieben, in Calciumcarbonat übergeführt.

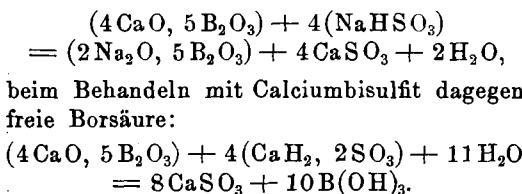
Zur Herstellung von Borsäure und Borax empfiehlt die Chemische Fabrik Bettenhausen Marquardt & Schulz (D.R.P. No. 81886) eine Abänderung des Pat. 72012 (Z. 1893, 709). Kocht man Boronatroncalcit mit einer wässerigen Lösung von Natriumbisulfit, so geht alle Borsäure in Form von Natriumborat in Lösung, während der Kalk als Calciumsulfit ungelöst zurückbleibt.



Der Vorgang beim Behandeln der Boronatroncalcite mit Calciumbisulfit ist derselbe, mit dem einzigen Unterschiede, dass hierbei nicht nur der aus dem Mineral stammende Kalk, sondern auch der des Calciumbisulfits in Form von Calciumsulfit abgeschieden wird:



Pandermit, Calciumborat liefert beim Behandeln mit Natriumbisulfit saures Natriumborat:



1. In eine erwärmte Lösung, bestehend aus 50 hl Wasser und 357 k Natriumbisulfit, werden unter beständigem Umrühren nach und nach 1500 k gemahlener Boronatroncalcit (40 Proc.  $B_2O_3$ ) eingetragen. Nach beendeter Reaction befindet sich sämmtliche Borsäure als saures Natriumborat in Lösung.

2. 50 hl Calciumbisulfitlauge von  $12^\circ B.$ , enthaltend 681,5 k  $CaH_2(SO_3)_2$ , werden nach und nach mit 1476 k Boronatroncalcit (40 Proc.

$B_2O_3$ ) unter Umrühren und Erwärmen versetzt. Nach 3 bis 4 stündiger Einwirkung ist das Mineral vollständig aufgeschlossen. Sämmtliche Borsäure befindet sich als saures Natriumborat in der Lauge, welche von dem aus Calciumsulfit bestehenden Niederschlage abgezogen und auf Borax bez. Borsäure verarbeitet werden kann.

3. Eine Lösung, bestehend aus 5 cbm Wasser und 684 k Natriumbisulfit, wird mit 1200 k fein gepulvertem Pandermit (48 Proc.  $B_2O_3$ ) unter Umrühren 4 bis 5 Stunden lang gekocht. Die sich ergebende Lauge enthält sämmtliche Borsäure des Minerals als saures Natriumborat in Lösung, dieselbe kann nach erfolgter Klärung von dem ausgeschiedenen Calciumsulfit abgezogen werden.

4. 50 hl Calciumbisulfitlauge  $12^\circ B.$ , welche 686,5 k  $CaH_2(SO_3)_2$  enthält, wird mit 615 k fein gepulvertem Pandermit (48 Proc.  $B_2O_3$ ) während 6 bis 8 Stunden erwärmt. Aus der von dem ausgeschiedenen Calciumsulfit getrennten Lösung, welche sämmtliche Borsäure als solche enthält, wird diese durch Krystallisation gewonnen.

5. 5 cbm Lauge, welche 72,4 g Natriumbisulfit und außerdem 81,6 g Borsäure im Liter enthält, werden unter beständigem Umrühren mit 1510 k fein gepulvertem Boronatroncalcit 2 bis 3 Stunden gekocht, wobei sämmtliches Natron des Bisulfits mit der Borsäure des Minerals in Form von saurem Natriumborat in Lösung geht.

Zur Gewinnung von Kaliumchlorat empfiehlt R. J. Bayer (D.R.P. No. 81804) Zinkoxyd anstatt des Kalkes bez. der Magnesia, um auf diese Weise zu einem werthvolleren Nebenprodukte, dem Chlorzink, zu gelangen. Dieses Zinkoxyd muss jedoch so frei als möglich von Eisen, Mangan, Arsen und Antimon sein, um Verluste zu vermeiden. Man verfährt dabei am vortheilhaftesten so, dass man bei der Sättigung des mit Wasser aufgeschlämmten Zinkoxydes sogleich die äquivalente Menge Chlorkalium, also auf 3 Äq.  $ZnO$  1 Äq.  $KCl$ , befügt. Dabei muss man jedoch vor dem Einleiten des Chlorgases die Temperatur der Mischauflösung auf  $95$  bis  $98^\circ$  bringen, da nur in dieser Weise die Ausscheidung eines basischen Chlorzinks (Oxychlorid) vermieden wird, andererseits aber durch derartige Anordnung der Ausführung die Möglichkeit gegeben wird, möglichst viel Zinkoxyd in basische (alkalische) Lösung zu bringen. Auch darf die Zugabe von Wasser weder zu gering noch zu reichlich bemessen sein, da im ersteren Falle sich zu wenig Zinkoxyd auflösen, im anderen sich trotzdem schwer

lösliches Oxychlorid bildeten würde. Es scheint, dass bei der Darstellung in dieser Weise direct chlorsaures Zink bez. Kalium, ohne intermediäre Bildung unterchlorigsauren Salzes, entsteht.

Die erhaltenen klaren Flüssigkeiten werden vorerst geprüft, ob durch Zusatz von Wasser Fällung entsteht bez. ob dieselben basisch (zinkoxydhaltig) sind; falls nicht, so wird noch etwas Zinkoxyd hinzugefügt und dann auf 40° B. eingedampft. Nach dem Erkalten und Auskristallisiren des chlorsauren Kaliums, welches leicht zu reinigen ist und umkristallisiert wird, werden die Laugen nochmals auf etwa 60° B. eingedampft, abgekühlt, und zwar bis auf 0°, um noch einen Theil des chlorsauren Kaliums auszubringen. Die Lauge wird nun entweder direct bis zum Erstarrungspunkte 70 bis 75° B. eingedampft oder, wenn der kleine Gehalt an chlorsaurem Kalium im Chlorzink schädlich sein sollte, mit einer dem ersten äquivalenten Menge Salzsäure (6 Äq. HCl auf 1 Äq. KClO<sub>3</sub>) versetzt, langsam erhitzt, gekocht und schliesslich auf den Erstarrungspunkt gebracht. Das zuletzt erhaltene Chlor wird verwendet.

Zur Darstellung von Ferricyankalium wird nach C. Beck (D.R.P. No. 81927) eine erwärme concentrirte wässrige Lösung von Ferrocyan-Kalium mit einer wässrigen Lösung von Ammoniumpersulfat behandelt, damit sich beim Erkalten das entstandene Reductionsproduct in Form eines krystallinischen Niederschlags von Kalium-Ammoniumsulfat abscheidet.

1 k Ferrocyan-Kalium wird in 1 k heißen Wassers gelöst und die Lösung hierauf auf 60° abgekühlt. In diese Flüssigkeit wird eine kalte Auflösung von 270 g Ammoniumpersulfat in 500 g Wasser langsam unter gleichzeitiger Abkühlung hinzugegeben. Beim Erkalten der Mischung scheidet sich eine schwerlösliche Doppelverbindung von Kaliumammoniumsulfat in krystallisirtem Zustand aus und in der Mutterlauge verbleibt das gebildete Ferricyankalium.

Elektrischer Zünder von Gaupiliat & Cö. (D.R.P. No. 81582) ist dadurch gekennzeichnet, dass die von der Zündladung umhüllten Enden der Stromleitungsdrähte in mit einem entflammabaren Satz überzogene oder aus einem leitend gemachten entflammabaren Satz hergestellte Stromschlussstücke ausgehen, von denen mindestens eines auf der dem anderen zugekehrten Seite rundlich oder verjüngt gestaltet ist, so dass die durch federnde Gestaltung der Drahtstücke erhal-

tene Berührung der beiden Schlussstücke nur in einem zur Umwandlung des Stromes in Wärme führenden Maasse stattfindet.

Dynamitpatronen - Zünder, dessen Hülse zwecks leichteren Einsetzens in die Dynamitmasse zugespitzt ist, beschreibt W. P. Ferguson (D.R.P. No. 81211).

Fulminathaltige Zündmasse. H. Maxim (D.R.P. No. 81805) beweckt die Herstellung einer Zündmasse zur Entzündung grosser Mengen von kräftigen Explosivstoffen, besonders für Lufttorpedos und Projectile, bei denen zur Erzielung der höchsten Zerstörungswirkung eine grosse Menge Zündstoff verwendet werden muss.

Bekanntlich besteht eine der Haupt Schwierigkeiten im Gebrauche starker Explosivstoffe für Projectiles und Lufttorpedos darin, eine genügende Menge der Zündmasse, besonders Knallquecksilber, mit Sicherheit schleudern zu können, um eine vollständige Detonation des geschleuderten kräftigen Explosivstoffes zu erzielen. Wenn die Menge der Zündmasse genügend gering zur Erzielung der nöthigen Sicherheit gehalten wird, so ergibt sich eine unvollständige oder eine Secundär-Detonation des Explosivstoffes. Wird andererseits eine genügende Menge der Zündmasse angewendet, um eine vollständige Detonation zu sichern, so entsteht wiederum die Gefahr einer vorzeitigen Detonation in Folge der Empfindlichkeit der in grosser Menge vorhandenen Zündmasse.

Diese Mängel werden nun bei der vorliegenden Zündmasse dadurch beseitigt, dass man das Fulminat (z. B. Knallquecksilber) mit einem nitriten Kohlenhydrat (z. B. Pyroxylin) zweckmässig in gelöstem Zustande behandelt. Die Theilchen des Fulminats werden dadurch mit einem Häutchen des aufgelösten Pyroxylin überzogen und so jedes Theilchen von dem nächsten durch eine Pyroxylinsschicht getrennt, welche die Reibung der Theilchen an einander bei einem Schlag und die Abbröckelung derselben bei der Verarbeitung und dem Gebrauch verhindert. Die Bindung der Theilchen ist eine derartige, dass die Masse mittels Stahlmesser oder Scheere in Streifen zerschnitten werden kann. Es empfiehlt sich, die Mischung noch mit zweckmässig ebenfalls gelöstem Nitroglycerin, sowie mit einem Modermittel, besonders Nitrobenzol, Nitronaphthalin oder Gummi, zu versetzen. Letzteres setzt die Empfindlichkeit der Zündmasse gegen Schlag und Stoss noch weiter herab, ohne die Verbrennungsgeschwindigkeit zu beeinflussen.

Nitroglycerin wird mit Pyroxylin bis zur Consistenz des natürlichen Gummis verdickt. Man erzielt dies durch Anwendung von 75 bis 85 Th. Nitroglycerin auf 15 bis 25 Th. Pyroxylin, je nach der gewünschten Steifheit oder Elasticität des Productes. Um die Mischung zu erleichtern, wird eine genügende Menge eines Lösungsmittels für das Nitroglycerin zugesetzt, um die Masse hinreichend weich und teigig zu machen und dadurch ihre innige Mischung mit der gewünschten Menge Knallquecksilber zu ermöglichen. Alsdann wird (75 bis 85 Proc. der Masse) ein Fulminat, am besten Knallquecksilber, zugesetzt. Das angewendete Lösungsmittel, als welches zweckmässig eine leichtflüchtige Flüssigkeit zu wählen ist, besonders Aceton, wird nunmehr verdampft. Die Consistenz, die Elasticität, sowie der Charakter, die Empfindlichkeit der hinterbleibenden Masse kann durch entsprechende Abänderung der Mengenverhältnisse der Bestandtheile wunschgemäß variiert werden.

Die Masse lässt sich auch porös oder schwammig herstellen. Zu diesem Zweck wird dieselbe, vor der Verdampfung des flüchtigen Lösungsmittels und sobald sie eine geeignete Consistenz erlangt hat, bei Gegenwart von Luft gut durchgerührt. Auf diese Weise erhält man eine nachgiebige, elastische Zündmasse, welche, selbst wenn zur Ausdehnung oder zum Entweichen ihrer Theilchen kein freier Raum vorhanden ist, in Folge ihrer zahlreichen Poren jedem Drucke leicht nachgibt und daher nicht, wie die nicht porösen, incompressiblen Zündmassen, empfindlich gegen Stoss und Schlag ist.

Die gewünschte Porosität der Masse kann ferner auch durch Zusatz eines höher nitrirten Pyroxylins (Trinitrocellulose) in fein vertheiltem Zustande erzielt werden. Der Zusatz erfolgt am besten gleichzeitig mit demjenigen des Fulminats. In diesem Falle muss sich das zur Herstellung des gummiartigen Nitroglycerinkörpers benutzte Pyroxylin in einem niedrigeren Grade der Nitration befinden und ein flüchtiges Lösungsmittel angewendet werden, welches faserartiges hochnitrirtes Pyroxylin nicht auflöst. Für diesen Zweck eignet sich besonders Holzgeist, welcher die niedrigen Nitrirungsstufen des Pyroxylins sehr leicht löst, während er die höheren ungelöst lässt.

Der Zusatz von Nitroglycerin, obwohl er sich aus den angeführten Gründen sehr empfiehlt, ist nicht unbedingt nothwendig. Es lassen sich vielmehr auch ohne dasselbe gute Resultate erzielen, besonders wenn die Zündmasse in der vorher beschriebenen Weise porös hergestellt wird. Wenn aber das

Material weder porös gemacht, noch Nitroglycerin angewendet ist, also das Fulminat einfach mit Collodium (Collodiumwolle) oder gelöstem Pyroxylin (Schiessbaumwolle) gemischt und das Lösungsmittel verdampft wird, so resultirt eine sehr dichte, harte, hornartige Masse, welche die wünschenswerthen Eigenschaften einer Zündmasse nicht besitzt. Die so hergestellte Zündmasse kann durch Rollen, Pressen, Formen oder Schneiden in die ihrem Gebrauche entsprechende Gestalt übergeführt werden.

Die Mischung von Nitroglycerin und Pyroxylin ist an sich sehr unempfindlich gegen Schlag und Stoss und kann durch die bekannten Mittel nicht zur Detonation gebracht werden. Thatsächlich darf man ein solches Gemisch, wenn es 25 Proc. Pyroxylin enthält, als unfähig der Detonation bezeichnen. Wenn dasselbe aber mit einem empfindlicheren Explosivstoff, besonders mit Knallquecksilber, gemengt ist, kann die Explosionsempfindlichkeit durch Steigerung der Quantität dieses Explosivstoffes allmählich erhöht werden. Sehr gute Resultate ergeben sich bei Anwendung gleicher Theile des Fulminats und der Nitroglycerin-Pyroxylinmischung; jedoch ist ein Überschuss des ersteren vorzuziehen.

In einigen Fällen ist es wünschenswerth, Moderirmittel, besonders Nitrobenzol, Nitronaphtalin oder einen geeigneten Gummi zuzufügen, was in jedem Stadium des Herstellungsverfahrens geschehen kann. Die Empfindlichkeit gegen Stoss wird dadurch noch weiter herabgesetzt, ohne dass die Verbrennungsgeschwindigkeit wesentlich beeinflusst wird.

Die so hergestellte Zündmasse ist, obwohl sie durch Schlag zur Entzündung gebracht werden kann, viel weniger empfindlich gegen einen solchen als das reine Fulminat oder die bisher bekannten Mischungen desselben mit anorganischen Stoffen. Die Masse ist besonders vortheilhaft wegen der ausserordentlich grossen Wärmemengen, welche durch das Nitroglycerin bei seiner Verbrennung entwickelt werden, während der gummiartige, elastische Charakter der Masse sie genügend unempfindlich gegen Stoss macht, so dass sie mit Sicherheit aus den Geschützen geschleudert werden kann. Ein Hauptvortheil des Knallquecksilbers als Zündstoff besteht in der Dichte und dem Gewicht seiner Zersetzungspprodukte; da aber diese Gase schwer sind und sich nur wenig ausdehnen, so wird die Temperatur stark herabgesetzt und die Wirkung des Fulminats sehr wesentlich verringert oder sogar gänzlich verhindert. Wenn nun bei der vor-

liegenden Erfindung Nitroglycerin mit dem Knallquecksilber verbunden wird, so bewirken die durch das Nitroglycerin entwickelten, ausserordentlich grossen Wärmemengen, dass die Temperatur der Verbrennungsproducte des Knallquecksilbers erhalten bleibt und dessen brisanter Charakter noch wirksamer hervortritt.

An Stelle des Pyroxylins können zur Verdickung des Nitroglycerins auch andere analog wirkende Substanzen, besonders nitritre Stärke, verwendet werden.

**Nitropentaerythrit zur Herstellung rauchlosen Schiesspulvers der Rheinisch-Westfälischen Sprengstoff-Actiengesellschaft (D.R.P. No. 81 664).** Um die ballistische Wirkung der aus gelatinirter Nitrocellulose oder Nitrostärke bestehenden Pulver zu erhöhen, ist es nötig, die Pulverform (Blättchen, Cords u. s. w.) von möglichst grosser Oberfläche und wegen des Gasdruckes möglichst dick zu wählen. Beides ist bisher, wenn man die Entzündlichkeit und die Verbrennlichkeit des Pulvers nicht wesentlich beeinträchtigen wollte, nur in engen Grenzen möglich gewesen. Nach vorliegendem Verfahren wird sowohl die Entzündlichkeit als auch die Verbrennlichkeit des Pulvers durch einen Zusatz von Nitropentaerythrit zu den angeführten gelatinirten Producten in hervorragender Weise gefördert, so dass die Grösse und Dicke des Pulverblättchens (Cord) je nach den verlangten Schussleistungen beliebig geändert werden kann.

Das unter dem Namen Pentaerythrit bekannte Product der Condensation von Acetylaldehyd und Formaldehyd bei Gegenwart von Kalk, von wechselndem Schmelzpunkt von  $190^{\circ}$  bis  $260^{\circ}$ , wird sehr fein gepulvert, in Salpetersäure gelöst und mit concentrirter Schwefelsäure gefällt oder in ein Gemisch von Salpeter- und Schwefelsäure eingetragen. Der sich ausscheidende Kry stallbrei wird von der Flüssigkeit abgehoben, mit Wasser gewaschen und mit verdünnter Sodalösung von Spuren anhaftender Säure befreit. Sodann wird der Brei im nassen Zustande pulverisiert und das erhaltene Pulver getrocknet. Der so hergestellte Nitropentaerythrit hat die Eigenschaft, beim Erhitzen durch die Flamme zu schmelzen und dann sehr ruhig zu verbrennen. Dieser Eigenschaft ist es zuzuschreiben, dass der Nitropentaerythrit, Schiesspulvern zugesetzt, eine sehr gleichmässige Verbrennung derselben herbeiführt.

Zur Herstellung eines rauchlosen Schiesspulvers aus Nitrocellulosen unter

Zusatz von Nitropentaerythrit wird letzterer in feinster gepulverter Form mit ersteren innig vermisch. Das Gemenge wird unter Zusatz eines Lösungsmittels, wie Aceton, Essigäther, Ätheralkohol, Nitrokohlenwasserstoffe, Nitroglycerin, Camphor u. s. w., in Knetmaschinen gelatinirt. Die weiche Knetmasse wird entweber ausgewalzt oder durch enge Löcher zu Fäden ausgepresst, hierauf geschnitten, getrocknet und, falls das Lösungsmittel leicht flüchtig ist, durch Waschen mit Wasser, Alkohol u. dergl. von demselben befreit. Das so erhaltene Product wird in der üblichen Weise fertiggestellt.

Soll der Nitropentaerythrit für sich als rauchloses Pulver verwendet werden, so wird derselbe in feuchtem Zustande zu vier- oder sechseckigen Prismen gepresst und dann vorsichtig getrocknet oder durch ganz geringe Zusätze eines Klebemittels in körnige Form gebracht.

### Farbstoffe.

**Zur Darstellung von trocknem Alizarin in Stücken setzen die Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 81 230) Stärke zu. 1000 k Alizarin en pâte von 20 Proc. werden mit 466 k trockener Stärke, welche vorher mit Wasser fein vertheilt wurde, in etwa 30 hl kaltes Wasser eingerührt und unter ständigem Rühren durch eine Filterpresse wieder möglichst vom Wasser befreit. Die aus der Filterpresse kommenden Kuchen werden anfangs bei niederer, später höherer Temperatur eingetrocknet. Man bekommt so 666 k 30 proc. Alizarin, welches feste, derbe Stücke von einem der trockenen Stärke ähnlichen muschligen Bruch bildet.**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von trockenem Alizarin in Stücken von beliebigem Gehalt an Alizarin, darin bestehend, dass man Alizarin en pâte mit kaltem Wasser und der berechneten Menge fein geschlämpter Stärke mischt, die Mischung durch Filtration in Pressen in Kuchenform bringt und diese bei niederer Temperatur eintrocknet.

**Schwarze Disazofarbstoffe aus Dioxy-naphthalinsulfosäuren derselben Farbwerke (D.R.P. No. 81 573).**

**Patentanspruch:** Neuerung im Verfahren zur Darstellung schwarzer Disazofarbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle der im Haupt-Patent verwendeten Dioxy-naphthalindisulfosäure, welche aus der Naphtosultondisulfosäure des Patentes No. 56058 durch Verschmelzen mit Ätzalkali entsteht, die Dioxy-naphthalinnonosulfosäure S des Patentes No. 67829 verwendet und diese Dioxy-naphthalinnonosulfosäure S mit je 1 Mol. zweier verschiedener Diazoverbindungen vereinigt, und zwar in der Weise,

dass man auf den nach dem Verfahren der Patente No. 54116 und 73551 gebildeten Monoazofarbstoff aus Dioxy naphtalinsulfosäure S und einer Diazoverbindung 1 Mol. einer anderen Diazoverbindung einwirken lässt.

Die beanspruchten Combinationen entstehen durch Einwirkung von:

1 Mol. diaz. Naphtionsäure + 1 Mol. diaz. Anilin

1 - - - + 1 - - p-Nitranilin

1 - - - + 1 - -  $\alpha$ -Naphtylamin

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylamin

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylaminsulfosäure

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylamindisulfosäure G, erhalten nach Patent No. 27378 durch Einwirkung von Ammoniak auf die  $\beta$ -Naphtholdisulfosäure G, Patent No. 3229

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylamindisulfosäure R, erhalten nach Patent No. 27378 durch Einwirkung von Ammoniak auf die  $\beta$ -Naphtholdisulfosäure R des Patentes No. 3229

1 - - - + 1 - - Amidonaphtolsulfosäure G, Patent No. 53076

1 - - - + 1 - - Amidonaphtolsulfosäure R, Patent No. 53076

1 - - - + 1 - - Amidonaphtoldisulfosäure, Patent No. 53023

1 - - - + 1 - - Amidonaphtoldisulfosäure H, Patent No. 69722

1 - - Amidonaphtolsulfosäure G + 1 Mol. diaz. Anilin  
(Patent No. 53076)

1 - - - + 1 - - p-Nitranilin

1 - - - + 1 - -  $\alpha$ -Naphtylamin

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylamin

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylaminsulfosäure

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylamindisulfosäure G, erhalten nach Patent No. 27378 durch Einwirkung von Ammoniak auf die  $\beta$ -Naphtholdisulfosäure G, Patent No. 3229

1 - - - + 1 - -  $\beta$ -Naphtylamindisulfosäure R, erhalten nach Patent No. 27378 durch Einwirkung von Ammoniak auf die  $\beta$ -Naphtholdisulfosäure R, Patent No. 3229

1 - - - + 1 - - Amidonaphtolsulfosäure R des Patentes No. 53076

1 - - - + 1 - - Amidonaphtoldisulfosäure, Patent No. 53023

1 - - - + 1 - - Amidonaphtoldisulfosäure H, Patent No. 69722

**Beizenfarbstoffe durch Reduction von Dinitroanthrachryson derselben Farbwerke (D.R.P. No. 81 741).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen, darin bestehend, dass man Dinitroanthrachryson nach dem Verfahren des Patentes No. 72 552 entweder in alkalischer oder in saurer Lösung mit Reduktionsmitteln behandelt.

**Hexaoxyanthrachinon derselben Farbwerke (D.R.P. No. 81 742).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Hexaoxyanthrachinon, darin bestehend, dass man Diamidoanthrachryson nach dem Verfahren des Patentes No. 75 490 mit kohlensaurer oder fixen Alkalien bez. alkalischen Erden erhitzt.

**Farbstoffe, welche gleichzeitig einen Oxazin- und einen Diphenylmethanrest enthalten, der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 81 516).**

**Patentansprüche:** 1. Neuerung in dem Verfahren des Patentanspruches 1. des Hauptpatentes

No. 68381 und des 2. Zusatzpatentes No. 80282 zur Darstellung der daselbst charakterisierten Farbstoffe, darin bestehend, dass man

a) die Oxazine anstatt mit alkylierten Amidobenzhydrolen hier mit den um 1 Sauerstoffatom ärmeren alkylierten Amidodiphenylmethanderivaten condensiert, oder

auf 1 Mol. Dioxy naphtalinmonosulfosäure S des Patentes No. 67 828, erhalten durch Verschmelzen der  $\alpha$ -Naphtholdisulfosäure S des Patentes No. 40571 mit Alkali

auf 1 Mol. Dioxy naphtalinmonosulfosäure S des Patentes No. 67 828, erhalten durch Verschmelzen der  $\alpha$ -Naphtholdisulfosäure S des Patentes No. 40571 mit Alkali

b) die alkylierten Amidobenzhydrole, anstatt mit den Oxazinen, mit den Leukoverbindungen der Oxazine condensiert

und dann 1 Mol. der so zunächst entstehenden Leukoderivate mit 1 Atom Sauerstoff in Form geeigneter Oxydationsmittel oxydiert.

2. Neuerung in dem Verfahren des Patentanspruches 2. des Hauptpatentes No. 68381 und des 2. Zusatzpatentes No. 80282 zur Darstellung der daselbst charakterisierten Farbstoffe, darin bestehend, dass man

a) anstatt 1 Mol. der durch Condensation von alkylierten Amidobenzhydrolen mit Oxazinen entstehenden Farbstoffe mit 1 Atom Sauerstoff zu oxydiren, hier 1 Mol. der durch Condensation von alkylierten Amidobenzhydrolen mit den Leukoverbindungen der Oxazinfarbstoffe oder durch Condensation von alkylierten Amidodiphenylmethanderivaten mit den Oxazinen entstehenden Leukoderivate mit 2 Atomen Sauerstoff oder

b) 1 Mol. der nach dem durch Anspruch 1. vorliegender Anmeldung geschützten Verfahren erhaltenen Farbstoffe mit 1 Atom Sauerstoff

in Form geeigneter Oxydationsmittel behandelt.

**Blaue basische Farbstoffe der Rosanilin gruppe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 374).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung blauer basischer Farbstoffe der Rosanilinreihe, darin bestehend, dass man Tetramethyldiamidobenzhydrol mit Säurederivaten der alkylirten m-Phenyldiamine condensirt und die entstandenen Leukokörper oxydirt.

**Hydroxylirung von Anthrachinon derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 245).**

**Patentanspruch:** Neuerung in dem Verfahren des Hauptpatents und des Zusatzes No. 81 244 zur Darstellung von Oxyanthrachinonderivaten unter Zuhülfenahme von Borsäure, darin bestehend, dass man die daselbst verwendete Salpetersäure durch salpetrige Säure ersetzt und demgemäß Anthrachinon bei Gegenwart von Borsäure und salpetriger Säure oder deren Salzen mit concentrirter oder rauchender Schwefelsäure erhitzt.

**Einführung von Hydroxylgruppen in Anthrachinonabkömmlinge derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 481).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Einführung von Hydroxylgruppen in das Molecul von Anthrachinonderivaten, darin bestehend, dass man Anthrachinonderivate mit concentrirter oder schwach rauchender Schwefelsäure bei Gegenwart von Borsäure auf höhere Temperaturen erhitzt.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man die Anthrachinonderivate durch solche aromatische Carbonsäuren ersetzt, welche beim Erhitzen mit concentrirter Schwefelsäure Anthrachinonderivate liefern.

3. Die Ausführung der durch die Ansprüche 1 und 2 geschützten Verfahren unter Anwendung von Anthrachryson bez. symmetrischer m-Dioxybenzoësäure.

**Beizenfärrende Farbstoffe aus nitritischem Anthrachinon derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 244).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von beizenfärrenden Farbstoffen, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Hauptpatentes 79 768 an Stelle von Dinitroanthrachinon hier Mononitroanthrachinon bei Gegenwart von Borsäure mit concentrirter oder rauchender Schwefelsäure behandelt.

2. Neuerung in dem Verfahren des Hauptpatentes, sowie des vorstehenden Anspruchs 1., darin bestehend, dass man ohne vorhergehende Isolirung der Nitroanthrachinone die durch Nitrirung von Anthrachinon in schwefelsaurer Lösung erhaltenen Reaktionsgemische, welche Mono- oder Dinitroanthrachinone, deren Sulfosäuren oder Gemenge dieser Verbindungen enthalten, direct mit Borsäure bis zur Farbstoffbildung erhitzt.

**Blaue beizenfärrende Farbstoffe der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 81 959).**

**Patentanspruch:** 1. Die Ausführung des durch den Anspruch 1. des Hauptpatentes (81 481) geschützten Verfahrens unter Anwendung von Anthrarufin, Oxychrysazin, Anthraflavinsäure, Iso-anthraflavinsäure, des directen Condensationsproduktes der m-Oxybenzoësäure, derjenigen Trioxyanthrachinone, welche durch Condensation von 1 Mol. m-Oxybenzoësäure mit 1 Mol. sym. Dioxybenzoësäure entstehen, sowie der Sulfosäuren der erwähnten Oxyanthrachinone.

2. Die Ausführung des durch den Anspruch 2. des Hauptpatentes geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man an Stelle der im vorstehenden Anspruch 1. genannten Oxyanthrachinone solche Mono-, Di- und Trioxybenzoësäuren oder deren Homologe verwendet, welche beim Condensiren mit Schwefelsäure im Stande sind, Anthrachinonderivate zu liefern.

**Zweites Zus.-Pat. 81 960.**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Oxyanthrachinonen unter Verwendung von Borsäure, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Hauptpatentes an Stelle von Anthrachryson hier Anthrachinon oder dessen Sulfosäuren unter Zusatz von Borsäure mit concentrirter, monohydratischer oder schwach rauchender Schwefelsäure auf 250 bis 300° erhitzt.

**Drittes Zus.-Pat. 81 961.**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Einführung von Hydroxylgruppen in Mono-, Di- und Trioxyanthrachinonchinoline, darin bestehend, dass man an Stelle von Anthrachryson in dem Verfahren des Hauptpatentes hier Mono-, Di- oder Trioxyanthrachinonchinoline mit concentrirter Schwefelsäure, Schwefelsäuremonohydrat oder schwach rauchender Schwefelsäure unter Zusatz von Borsäure auf Temperaturen von 250 bis 300° erhitzt.

**Viertes Zus.-Pat. 81 962.**

**Patentanspruch:** Eine Ausführungsform des durch Anspruch 1. des Hauptpatentes geschützten Verfahrens unter Anwendung des Dibromanthrachrysons der Patentschrift No. 78 642.

**Rothe bis violette Azinfarbstoffe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 963).**

**Patentanspruch:** 1. Verfahren zur Darstellung von rothen bis violetten alkaliechten Azinfarbstoffen, darin bestehend, dass man die p-Nitrosoverbindungen der secundären oder tertiären aromatischen Amine auf Phenyl-p-amido-o-toluidin oder dessen Homologe einwirken lässt.

2. Die Ausführung des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens unter Anwendung von Phenyl-p-amido-o-toluidin oder p-Tolyl-p-amido-o-toluidin.

3. Die Ausführung des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens unter Benutzung folgender Nitrosoverbindungen: Nitrosomonoäthylanilin, Nitro-

somonomethyl-o-toluidin, Nitrosodiphenylamin, Nitrosodimethylanilin, Nitrosodiäthylanilin, Nitrosomethyldiphenylamin, Nitrosomethylbenzylanilinsulfosäure, Nitrosomethyldiphenylaminsulfosäure.

**Oxydationsproduct des Bromalizarins derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 965).**

**Patentansprüche:** 1. Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung von Schwefelsäureäthern von neuen Alizarinfarbstoffen, darin bestehend, dass man in dem Verfahren des Anspruches 1. des Patentes No. 60 855 die dort verwendeten Oxyanthrachinone hier durch das Bromalizarin der Patentschrift No. 77 179 ersetzt.

2. Überführung der nach dem Verfahren des Anspruches 1. erhaltenen Schwefelsäureäther in die neuen Farbstoffe selbst, darin bestehend, dass man an Stelle der im Anspruch 2. des Hauptpatentes (60 855) erwähnten Schwefelsäureäther den nach dem Verfahren des Anspruches 1. erhaltenen Schwefelsäureäther mit wasserhaltigen Säuren erhitzt oder in Alkalilaune löst und kochend mit Säuren zersetzt.

**Beizenfärbender Oxyanthrachinonfarbstoff derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 81 694).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines beizenfärbenden Oxyanthrachinonfarbstoffs, darin bestehend, dass man das bei der alkalischen Reduction von Di-o-nitroanthrachinon intermediär auftretende, in Alkalien mit blaugrüner Farbe lösliche Zwischenproduct durch Einwirkung von concentrirten Säuren, vorzugsweise von concentrirter Schwefelsäure, umlagert.

**Farbstoffe aus Phtalsäurerhodaminen der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 81 957).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung neuer Derivate der alkylirten m-Amidophenolphthaleine, darin bestehend, dass man anstatt der im Hauptpatente No. 75 500 genannten aromatischen Basen substituirte aromatische tertiäre Basen auf die di- und tetraalkylirten m-Amidophenolphthaleine oder deren salzaure Salze neben Phosphoroxychlorid einwirken lässt.

2. Ausführung des unter Anspruch 1. geschützten Verfahrens unter Anwendung von salzsaurerem Tetraphenyl- bez. Diäthyl-m-amidophenolphthalein und m-Nitrodimethylanilin.

**Polyazofarbstoffe erhält man nach L. Casella & Co. (D.R.P. No. 81 836) aus  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure.**

**Patentansprüche:** 1. Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 55 648, darin bestehend, dass man zwei Moleküle  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure in alkalischer Lösung statt mit Tetrazodiphenyl u. s. w., hier mit den Tetraoderivaten folgender Substanzen combinirt:

- des p-Phenyldiamins,
- des Combinationsproductes aus p-Phenyldiamin und 1 Molekül  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure,

c) des nach Patent No. 38 664 dargestellten Combinationsproductes aus Benzidinsulfosäure und 1 Molekül  $\alpha$ -Naphtylamin.

2. Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 57 857 (Zusatz zum Patent No. 55 648), darin bestehend, dass

- an Stelle von Tetrazodiphenyl hier Tetrazoxyphenyl nach dem Verfahren des Patentes No. 42 814 mit 1 Molekül  $\alpha$ -Naphtol- $\alpha$ -sulfosäure und 1 Molekül  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure in alkalischer Lösung verbunden wird,
- in den in alkalischer Lösung vorgenommenen Combinationen aus Benzidin, Tolidin, Diamidoäthoxydiphenyl, Diamidodiphenoläther mit  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure und Dioxynaphthalin, das letztere ersetzt wird durch Dioxynaphthalimonosulfosäure G und S.

**Trisazofarbstoffe desgleichen (D.R.P. No. 82 072).**

**Patentanspruch:** Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 55 648, darin bestehend, dass man, statt Tetrazodiphenyl u. s. w. direct mit  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure zu verbinden, hier die Tetrazoxyverbindungen von Benzidin, Tolidin, Methylbenzidin, Diamidoäthoxydiphenyl, Diamidodiphenoläther, Benzidinmonosulfosäure zuerst mit 1 Molekül  $\alpha_1$ -Amido- $\beta_1$ -naphtoläther gemäss dem Verfahren des Patentes No. 58 306 verbindet, dann wieder diazotirt und in alkalischer Lösung mit 2 Molekülen  $\gamma$ -Amidonaphtholsulfosäure verbindet.

**Disazofarbstoffe von Casella & Co. (D.R.P. No. 81 843).**

**Patentansprüche:** 1. Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 65 651 zur Darstellung von primären Disazofarbstoffen aus  $\alpha_1$   $\alpha_4$ -Amidonaphthol- $\beta_2$   $\beta_3$ -disulfosäure, darin bestehend, dass an Stelle der früher genannten Diazoverbindungen hier die Diazoderivate der Sulfosäuren des geschwefelten p-Toluidins und Xylidins verwendet werden.

2. Die Ausführungsformen des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass

- die in saurer Lösung gebildeten Farbstoffe aus 1 Mol.  $\alpha_1$   $\alpha_4$ -Amidonaphthol- $\beta_2$   $\beta_3$ -disulfosäure und 1 Mol. der Diazoderivate der Sulfosäuren der Dehydrothiotoluidine bez. Dehydrothioxylidine in alkalischer Lösung combinirt werden mit 1 Mol. der Diazoverbindungen von Anilin, o-Nitranilin, p-Nitranilin,  $\beta$ -Naphtylamin, Naphtionsäure, Benzidin-azo-Salicylsäure,
- die in saurer Lösung gebildeten Combinationen aus 1 Mol.  $\alpha_1$   $\alpha_4$ -Amidonaphtholdisulfosäure H und den Diazoverbindungen von o-Nitranilin, m-Nitranilin, p-Nitranilin, m-Nitrotoluidin in alkalischer Lösung combinirt werden mit 1 Mol. der Diazoderivate der Sulfosäuren der Dehydrothiotoluidine, Dehydrothioxylidine.

**Blaue basische Farbstoffe von Leonhardt & Co. (D.R.P. No. 81 371).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung blauer basischer Farbstoffe, darin bestehend, dass bei dem durch Patent No. 75 753 geschützten Verfahren statt des dort verwendeten Nitrosodimethyl-m-amido-p-kresols hier Nitrosodiäthyl-m-amido-p-kresol mit  $\alpha$ -Naphtylamin oder dessen Alkylsubstitutionsproduzenten condensirt wird.

### Desgl. Pat. 81 242.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung blauer basischer Farbstoffe, darin bestehend, dass bei dem Verfahren des Hauptpatents, sowie des Zusatzes No. 75 018 die dort benutzten aromatischen m-Diamine hier durch m-Amidokresol oder dessen Monoalkylderivate ersetzt werden.

**Farbstoffe der Rhodamingruppe erhält die Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 81 042) mittels Chloralhydrat.**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von symmetrischen und unsymmetrischen rothen Farbstoffen der Rhodamingruppen, darin bestehend, dass man

- 1 Mol. Chloralhydrat bez. Chloral selbst oder Chloralalkoholat mit 1 Mol. Dimethyl- oder Diäthyl-m-amidophenol in der Kälte condensirt,
- 1 Mol. des so erhaltenen Condensationsprodukts auf ein weiteres Molekül Diäthyl- oder Dimethyl-m-amidophenol unter Erwärmen einwirken lässt,
- das so erhaltene Leukoproduct durch Oxydation in den blauen Farbstoff, und
- diesen durch Stehenlassen oder Erwärmen in wässriger Lösung in den rothen Farbstoff umwandelt.

**Blaue Farbstoffe sauren Charakters derselben Bad. Fabrik (D.R.P. No. 81 110).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung blauer Farbstoffe sauren Charakters, darin bestehend, dass man an Stelle der in den Patenten No. 71 147 und No. 74 519 verwendeten  $\alpha$ -Naphtylaminsulfosäuren hier die Sulfosäuren von Aminen der Benzolreihe nach dem durch die genannten Patente geschützten Verfahren auf salzaures Nitrosodialkyl-m-amidophenol einwirken lässt.

2. Die Anwendung der Sulfanilsäure, o-Toluidin-m-sulfosäure und Disulfanilsäure einerseits, sowie von Nitrosodiäthyl-m-amidophenol andererseits in dem durch Anspruch 1. geschützten Verfahren.

**Schwarze Disazofarbstoffe derselben Bad. Fabrik (D.R.P. No. 81 241).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung schwarzer, einfacher und gemischter primärer Disazofarbstoffe aus der  $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidonaphthalmonosulfosäure des Patentes No. 62 289, darin bestehend, dass man 1 Mol. dieser Säure:

1. statt mit den im Hauptpatente genannten Diazoverbindungen hier mit je 2 Molekülen der Diazoverbindung von p-Nitranilin, o-Toluidin, m-Xylydin, p-Xylydin, p-Anisidin, Acet-p-phenylen-

diamin, p-Amidosalicylsäure ( $\text{COOH} : \text{OH} : \text{NH}_2 = 1 : 2 : 5$ ) oder Amidoindazol (Ber. XXIII, 3636) in alkalischer Lösung vereinigt, oder

2. nach dem Verfahren des Patentes No. 65 651

- zuerst in essigsaurer Lösung mit 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin, p-Nitranilin, o-Toluidin, p-Toluidin, m-Xylydin, p-Xylydin, p-Anisidin, Acet-p-phenylen-diamin, p-Amidosalicylsäure ( $\text{COOH} : \text{OH} : \text{NH}_2 = 1 : 2 : 5$ ), Amidoindazol (Ber. XXIII, 3636) oder  $\alpha$ -Naphtylamin vereinigt und dann die hierbei entstehenden Monoazofarbstoffe in alkalischer Lösung mit je einem 2. Mol. derselben Diazoverbindung combinirt, oder
- zuerst in essigsaurer Lösung mit je 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin, p-Toluidin,  $\alpha$ -Naphtylamin oder Acet-p-phenylen-diamin und dann die hierbei entstehenden Monoazofarbstoffe in alkalischer Lösung mit je 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin-p-sulfosäure zusammenlegt, oder
- zuerst in essigsaurer Lösung mit 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin-p-sulfosäure und dann den hierbei entstehenden Monoazofarbstoff in alkalischer Lösung mit je 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin, p-Toluidin,  $\alpha$ -Naphtylamin oder Acet-p-phenylen-diamin combinirt, oder
- zuerst in essigsaurer Lösung mit 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin und dann den hierbei entstehenden Monoazofarbstoff in alkalischer Lösung mit 1 Mol. der Diazoverbindung von  $\alpha$ -Naphtylamin vereinigt, oder
- zuerst in essigsaurer Lösung mit 1 Mol. der Diazoverbindung von  $\alpha$ -Naphtylamin und dann den hierbei entstehenden Monoazofarbstoff in alkalischer Lösung mit 1 Mol. der Diazoverbindung von Anilin zusammenlegt.

**Rhodaminfarbstoffe ders. Fabrik (D.R.P. No. 81 264).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Überführung der Rhodamine zweibasischer o-Carbonsäuren in stickstoffreiche Producte, darin bestehend, dass man auf die genannten Rhodamine Ammoniak bei höherer Temperatur einwirken lässt und die so erhaltenen Rhodamin-Imide durch Behandlung mit wasserentziehenden Mitteln in neue Farbstoffe umwandelt.

2. Die speciellen Ausführungsformen des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man Ammoniak auf Tetramethyl-, Tetraäthyl- oder Diäthylrhodamin bei höherer Temperatur einwirken lässt und die so erhaltenen Rhodamin-Imide mit wasserentziehenden Mitteln, wie Phosphoroxychlorid oder Chlorzink, behandelt.

**Sulfosäuren aromatisch substituierter Rhodaminimide derselben Bad. Fabrik (D.R.P. No. 81 958).**

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von Rhodaminfarbstoffen sauren Charakters, darin bestehend, dass man die Rhodaminanhydroanilide mit sulfirenden Mitteln behandelt.

2. Die besondere Ausführungsform des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man das Tetraäthylrhodaminanhydroanilid mit rauchender Schwefelsäure behandelt.

**Gelber basischer Farbstoff der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 81 509).**

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines gelben Farbstoffs, darin bestehend, dass man gemäss dem durch das Patent No. 51 738 geschützten Verfahren die durch Erhitzen von 1 Mol. Benzidin mit 2 Mol. Paratoluidin und Schwefel entstehende Thiobase methylirt.

**Beizenfärrende Azofarbstoffe aus Pyrogallol von J. R. Geigy & Co. (D.R.P. No. 81 376).**

**Patentansprüche:** 1. Neuerung in dem in dem Patent No. 81 109 gekennzeichneten Verfahren zur Darstellung von beizenfärdbenden Azofarbstoffen aus Pyrogallol, darin bestehend, dass dieses an Stelle der im Hauptpatente genannten p-Diazo-phenole hier mit den Monodiazoverbindungen der p-Diamine in alkalischer Lösung combinirt wird.

2. Die Anwendung des unter 1. gekennzeichneten Verfahrens auf folgende p-Diamine: p-Phenylendiamin, p-Toluylendiamin, Dimethyl-p-phenylendiamin, Diäthyl-p-phenylendiamin, Methyl-p-toluylendiamin, Äthyl-p-toluylendiamin, Äthylbenzyl-p-phenylendianinsulfosäure.

**Azofarbstoffe von Kinzlberger & Co. (D.R.P. No. 81 501).**

**Patentansprüche:** 1. Darstellung von gelben und orangen Azofarbstoffen mittels  $\beta$ -Resorcylsäure durch Einwirkung von nitrirten Diazoverbindungen der Benzolreihe auf diese Säure in saurer Lösung.

2. Darstellung von Farbstoffen nach Anspruch 1. aus m- oder p-Nitranilin und  $\beta$ -Resorcylsäure.

### Stärke, Zucker.

**Pentosen- und Pentosanbestimmung.**  
A. Stift (Österr. Zucker 1895, Sonderabdr.) hat mit dem Verfahren von Tollens (Z. 1893, 621) weitere Versuche ausgeführt. Zur Berechnung des Furfurols diente die Formel:

$$\text{Hydrazon} \times 0,516 + 0,0104.$$

Die Pentosenzahl erhält man durch Multiplikation der Furfurolprocente mit 2,09, und die Pentosanzahl durch Multiplikation mit 1,84. In der folgenden Tabelle sind die erhaltenen Resultate zusammengestellt.

Mit Ausnahme der Zuckerrüben wurden die Bestimmungen durchwegs in der frischen Probe vorgenommen und genügte die eingewogene Menge von 2,5 g vollständig. Nur bei Wiesenheu wurden 5 g eingewogen; die Hydrazonmenge war aber hier eine so bedeutende, dass die Filtration nur unverhältnismässig langsam vor sich ging. Bei den Zuckerrüben wurde die Bestimmung in der

getrockneten Substanz vorgenommen und die erhaltenen Hydrazonmengen auf die frische Rübe umgerechnet.

Material	Pentose Furfurol X 2,09 Proc.	Pentosan Furfurol X 1,84 Proc.	Gesamtmenge der stickstofffreien Extractivstoffe
Wiesenheu I (Bosnien)	20,86	18,36	43,16
Wiesenheu II (Bosnien)	21,64	19,06	50,43
Melassensutter I II	15,93	14,02	43,87 { darin 26,00 Proc. Zucker
	15,88	13,98	47,49 { darin 29,09 Proc. Zucker
Rapskuchen	11,50	10,12	30,77
Rüben I II III IV V	2,09	1,84	17,36 { darin 13,10 Proc. Zucker
	2,26	1,99	19,93 { darin 15,84 Proc. Zucker
	2,22	1,95	21,63 { darin 17,70 Proc. Zucker
	2,12	1,88	20,75 { darin 17,28 Proc. Zucker
	1,96	1,73	20,43 { darin 15,48 Proc. Zucker
Leindotterkuchen	9,07	7,99	33,35
Malzkeime	14,12	12,44	46,82 { darin 30,20 Proc. Stärke und 2,86 Proc. Maltose
Reisfuttermehl	5,73	5,04	53,89 { darin 46,66 Proc. Stärke
Gerstenschrot	7,96	7,01	56,25 { darin 48,33 Proc. Stärke
Sesamkuchen	3,87	3,40	30,95
Pferdebohnen	3,43	3,02	53,44 { mit 42,42 Proc. Stärke

Besondere Schwierigkeiten bietet die Furfurolbestimmung in Melassen und Osmosewässern, die eine deutliche Furfurolreaction geben. Die Schwierigkeit liegt hauptsächlich darin, dass diese Producte bei der Destillation mit Salzsäure außerordentlich stark schäumen. Daran würde allerdings insofern nichts liegen, als diese Erscheinung bei Beginn der Reaction auch bei anderen Stoffen, wie z. B. Wiesenheu, Rüben u. s. w. auftritt, jedoch aber durch vorsichtige Destillation vermieden werden kann, und zwar derart, dass nach der ersten Zugabe von 30 cc Salzsäure ein weiteres Schäumen, bez. ein Überschäumen, nicht zu befürchten ist. Bei Melassen und Osmosewässern ist aber dieser unangenehme Umstand nur mit Anwendung der grössten Aufmerksamkeit zu umgehen. Die Destillation muss sehr vorsichtig geleitet werden und ist es ganz unmöglich, dass in etwa 10 bis 12 Minuten 30 cc überdestillieren, nachdem diese Mengen selbst in  $\frac{1}{2}$ , bis  $\frac{3}{4}$  Stunden nicht erhalten werden. Dadurch verzögert sich die Beendigung der Operation ganz bedeutend, umso mehr als die Destillation unausgesetzt beobachtet werden muss, da ein Überschäumen selbst bei 3- bis 4 stündiger Destillation sehr leicht eintreten kann. Hierzu kommt noch der weitere Umstand, dass die Fällung des Destillates mit Phenylhydrazinacetat selbst bei mehrstündigem starken

Röhren mittels einer Rührvorrichtung eine ungenügende ist. Bei vielen Bestimmungen blieb die Flüssigkeit bei röthlich-gelber Färbung nur trübe und lieferte auch nach der Filtration nur ein trübes Filtrat. Es mögen daher nur die Resultate derjenigen zwei Versuche angeführt sein, bei welchen es gelungen ist, nicht nur eine ungestörte Destillation, sondern auch eine ziemlich vollkommene Abscheidung des Niederschlages zu erzielen. Melasse I hatte bei einer Dichte von 1,39424 entsprechend 76,7° Blg. einen Zuckergehalt von 45,252, Melasse II bei einer Dichte von 1,40006 entsprechend 77,6° Blg. 46,5 Proc. Zucker. Die erhaltenen Zahlen waren:

	Furfurol Proc.	Pentose = Furfurol $\times$ 2,09 Proc.	Pentosan = Furfurol $\times$ 1,84 Proc.
Melasse I	0,28	0,59	0,52
Melasse	0,94	1,96	1,73

Zum Schluss folgen die Analysen einiger Gemüsearten, bei welchen ebenfalls die Furfurolbestimmung durchgeführt wurde. Die Analysen betreffen gemeinen Spinat (*Spinacia oleracea*), Speisemöhre (kleine Varietät von *Daucus carota*) und Sauerkraut. Letzteres wird bekanntlich durch Säuerung aus dem Weisskraut erhalten, indem man es in faserig-geschnittenem Zustand unter Zusatz von Kochsalz in Fässern einstampft. Hierbei bildet sich auf Kosten des Zuckers Milchsäure, daneben entstehen aber auch geringe Mengen von Essigsäure und Buttersäure. Die Furfurolbestimmungen wurden durchwegs in der frischen Substanz vorgenommen und ging die Operation glatt vor sich. Die Untersuchungen haben ergeben:

	Furfurol Proc.	Pentose = Furfurol $\times$ 2,09 Proc.	Pentosan = Furfurol $\times$ 1,84 Proc.
Speisemöhre	0,54	1,13	0,99
Spinat	0,49	1,02	0,90
Sauerkraut	0,46	0,96	0,85

In der folgenden Zusammenstellung sind die Pentosanzahlen in die übrigen Analysenresultate eingesetzt:

	Gelbe Rübe	Spinat	Sauer- kraut
Wasser	87,98	91,56	90,62
Eiweiss	0,42	2,04	0,44
Nichteiweissart.			
Stickstoffsubst.	0,21	2,24	0,69
Fett	0,11	0,25	0,09
Rohrzucker	5,10	0,00	0,00
Kupferreduc. S. als			
Invertzuckerger.	0,90	—	0,45
Stärke	1,66	—	—
Milchsäure	—	—	0,74
Pentosane	0,99	0,90	0,85
Andere stickstoff- freie Extractstoffe	0,59	0,30	3,51
Rohfaser	1,19	0,96	1,18
Reinasche	0,84	1,70	1,42 { darin 0,80 Proc. Sand
	0,01	0,05	Chlornatrium 0,01
	100,00	100,00	100,00

Die Verbindungen der Zucker mit den Alkoholen und Ketonen untersuchte E. Fischer (Ber. deutsch. 1895, 1145).

### Gährungsgewerbe.

Kirschbranntwein, dessen Herstellung und Untersuchung bespricht sehr eingehend K. Windisch (Arb. Gesundh. 11, 285). Jeder echte Kirschbranntwein muss Blausäure, ferner Benzaldehyd oder Benzoë-säureester enthalten. Kirschbranntweine sind reich an freien Säuren und Estern, aber arm an Fuselöl (höheren Alkoholen). Ist ein künstlicher Kirschbranntwein mit Hülfe von gereinigtem Spiritus (Feinsprit) dargestellt, so ist sein Gehalt an Estern und Fuselöl gleich Null oder sehr gering (Feinsprit wird wohl meist bei der Herstellung der künstlichen feineren Branntweine verwendet, weil damit ein feineres Product erzielt wird). Die Rohbranntweine dagegen, welche zur Herstellung künstlicher Kirschbranntweine in Frage kommen, enthalten verhältnismässig wenig freie Säuren und Ester, aber viel Fuselöl. In beiden Fällen lässt sich mitunter eine Verfälschung des Kirschbranntweins erkennen, bei Verwendung von Feinsprit deutet der geringe oder ganz fehlende Säure- und Estergehalt und bei Verwendung von Rohbranntwein der hohe Fuselölgehalt darauf hin, dass der Kirschbranntwein nicht echt ist. Es lässt sich freilich nicht leugnen, dass die bis jetzt vorliegenden Untersuchungen von echten Kirschbranntweinen noch nicht ausreichen, um derartige Verfälschungen stets mit Sicherheit festzustellen; man kennt die Grenzen, innerhalb welcher der Gehalt der echten Kirschbranntweine an freien Säuren, Estern und insbesondere an Fuselöl schwankt, noch nicht genügend, um hierauf ein Verfahren zur Erkennung von künstlichem Kirschbranntwein zu gründen. Einer ganzen Anzahl anderer Verfälschungsarten des Kirschbranntweines steht die chemische Untersuchung machtlos gegenüber. Dazu gehört namentlich der Verschnitt vom echten Kirschbranntwein mit Feinsprit oder anderem Branntwein und der Zusatz von Zuckerlösungen zu den gährenden Kirschmaischen. Hier wird auch die Geruch- und Geschmackprobe des geübten Sachkenners, die sonst bei der Beurtheilung der Echtheit des Kirschbranntweines gute Erfolge aufzuweisen hat, meist ergebnisslos verlaufen. Dass auch die reinen Kunsterzeugisse des „rationellen“ Fälschers, der sich die Fortschritte der wissenschaftlichen Forschung zu Nutze macht, durch die chemische Untersuchung nicht vom echten Kirsch-

branntwein unterschieden werden können, bedarf kaum der Erwähnung. Der Verfasser zweifelt nicht daran, dass man durch Zusatz der geeigneten Stoffe zu reinem Weingeist und längeres Lagern des gewonnenen Erzeugnisses einen künstlichen Kirschbranntwein herstellen kann, der nicht allein der chemischen Untersuchung, sondern auch der Geruch- und Geschmackprobe des Sachkenners standhält.

Hefeglycose untersuchten C. J. Lintner und E. Kröber (Ber. deutsch. G. 1895, 1050).

#### Faserstoffe, Färberei.

Eindicken von Sulfitcellulose-Ablaugen. Nach A. Kumpfmüller und E. Schultgen (D.R.P. No. 81338) fliessen die aus den Kochern kommenden Ablaugen aus dem Behälter *A* (Fig. 173) auf den

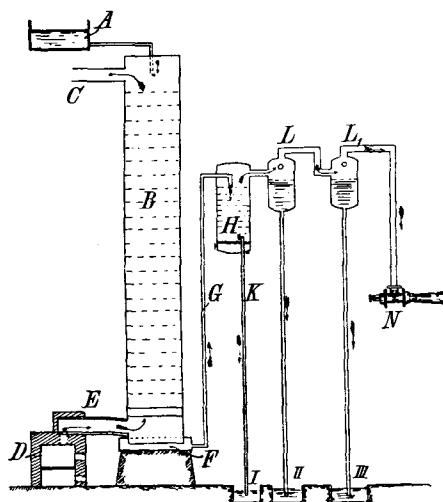
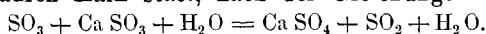


Fig. 173.

Thurm *B*, welcher mit einem Gitterwerk von Steinen gefüllt ist. Ein Vertheilungsapparat bewirkt die Vertheilung der Laugen, so dass dieselben gleichmässig durch den ganzen Querschnitt des Thurmherabrieseln und sich im Schiff *F* desselben wieder sammeln. Am Fuss des Thurmherabrieseln treten durch Rohr *E*, von dem Röstofer *D* kommend, die heissen Röstgase in den Thurm ein, geben ihre Wärmemengen an die herabrieselnden Laugen ab und verlassen gekühlt den Thurm durch Rohr *C*, um den Absorptionsapparaten zugeleitet zu werden.

Durch die Einwirkung der Röstgase auf die Laugen findet zugleich eine Umsetzung der in den ersten enthaltenen Schwefelsäure mit dem in den letzteren enthaltenen schwefligen sauren Kalk statt, nach der Gleichung:



Dadurch wird einerseits die in den Ablaugen enthaltene, an Kalk gebundene schweflige Säure freigemacht, andererseits werden die Röstgase von ihrem Gehalt an Schwefelsäure befreit und dadurch wieder die so störend wirkende Bildung von Gipskrusten in den unteren Theilen der Absorptionsapparate vermieden.

Aus dem Schiff des Thurmherabrieselns steigen die heissen Ablaugen durch Rohr *G* in einen Vacuumapparat *H* und fliessen als eingedickte Flüssigkeit continuirlich durch Rohr *K* in das etwa 10 m tiefer stehende Sammelreservoir *I* ab. Mit dem unter dem Einfluss des Vacuums sich entwickelnden Brodem wird auch der in den Ablaugen enthaltene Gehalt an freier schwefliger Säure ausgetrieben. Dieselbe tritt mit dem Brodem in den Einspritzcondensator *L* ein, welcher, anstatt mit Wasser, mit Kalkwasser gespeist wird. Hierdurch wird mit der Condensation der Wasserdämpfe zugleich eine Bindung der schwefligen Säure bewirkt und kann das Condensationswasser nach vorheriger Kühlung theils von Neuem als Einspritzwasser benutzt, theils als sogenannte Halblauge auf die Absorptionsthürme gepumpt werden.

Anstatt eines Einspritzcondensators können auch zwei derselben verwendet werden, von denen der eine *L* mit Wasser zur Condensation der Wasserdämpfe, der andere *L'* mit Kalkwasser zur Bindung der schwefligen Säure gespeist wird, so dass der sich in letzterem bildende schwefligsaurer Kalk getrennt von dem Condensationswasser im Sammelreservoir *III* aufgefangen werden kann. Der Strahlapparat *N* dient zur Erzeugung der Luftleere bei Inbetriebsetzung der Anlage; mittels desselben können auch die aus dem ersten Condensator entweichenden schwefligen sauren Gase direct in das Rohr *C* abgeführt werden.

**Beizen.** Nach M. E. Waldstein, A. H. Peter und E. Spott (D.R.P. No. 80790) wird die Beizung in der Weise ausgeführt, dass man die Faser in eine Zinnsäurelösung bringt und alsdann durch Einwirkung eines Metallsalzes, z. B. Bleiacetat, oder Erdalkalisalzes, z. B. eines Baryumsalzes, ein unlösliches Salz der Zinnsäure bildet. Diese Beizung soll die Gewebsfaser mehr als die übliche Beizung mit Zinnchlorid schonen.

Zum Färben von Haaren und Federn lassen sich nach E. Erdmann (D.R.P. No. 80814) statt des in Pat. 51073 aufgeführten p-Amidophenols auch alkylirte p-Amidophenole, nämlich die Mono- und Di-

methyl- oder Äthyl-Derivate des p-Amidophenols und seiner Homologen benutzen, und ebenso sind seine Amidoderivate praktisch verwertbar, besonders das Methyl-p-Amidophenol in Form seines im Handel als „Metol“ bezeichneten Sulfats und das Diamidophenol in Gestalt seines als „Amidol“ käuflichen Sulfats. Diese Stoffe färben Pelzwerk in alkalischer Lösung in der Kälte echt. Sie sind so leicht oxydierbar, dass schon der Sauerstoff der Luft genügt, die Farbe zu entwickeln. Man tränkt das Pelzwerk (z. B. Kanin, Schneehase, Bisam, Opossum, Angora) mit einer Lösung von 200 g Metol in 5 l Wasser und 200 cc Ammoniak von 25 Proc., setzt es 24 Stunden der Luft aus, wäscht aus und trocknet. Das Metol färbt braun, das Amidol rothbraun.

**Waschmittel von H. Wächter** (D.R.P. No. 81070). Zur Herstellung eines feinpulverigen Waschmittels kocht man 1 k roher Soda mit 300 g ungelöschem Kalk und 1 l Wasser, fügt zu der entstandenen Natronlauge 300 g Fette oder Öle und darauf 100 g zerkleinertes Zink oder Zinn hinzu, und sobald die durch Einwirkung der Alkalilauge auf die Metalle auftretende Entwicklung von Wasserstoffgas nachlässt,  $\frac{1}{2}$  k 8- bis 9 proc. Chlorwasser und giesst von dem überschüssigen Metall ab. Das Product erstarrt innerhalb acht Tagen und zerfällt dann zu einer feinpulverigen Masse. Durch die Verbindung des Ätzalkalis mit dem Metalloxyd soll seine Ätzwirkung beim Waschen abgestumpft werden.

#### Fettindustrie, Leder u. dgl.

**Tellercondensationsapparat für Fettsäuren.** Nach E. Urbach und V. Slama (D.R.P. No. 81482) strömen die zu condensirenden Dämpfe durch das Rohr  $G$  in den Condensator (Fig. 174) ein und machen einen schlangenartigen Weg zwischen den Tellern  $r$  und Streifblechen  $u$ . Auf diesem Wege werden sie von dem Wasser, welches durch Öffnungen  $s$  eines centralen Rohres  $q$  in die Teller fliesst, gewaschen. Diese Dämpfe sind über  $300^{\circ}$  heiss und sind mit Wasserdämpfen, die als überhitzte Dämpfe zum Destilliren der Fettsäuren benutzt werden, gemischt. Bei dieser Destillation bildet sich auch Acrolein, welches mit den Fettsäuren- und Wasserdämpfen in den Condensator mitgerissen wird und erstere verunreinigt. Bei der Berührung mit dem kalten Wasser condensiren sich die Fettsäuren und fliessen mit dem Wasser über die Ränder der Teller  $r$ , wo sie sich schichten. Die

Fettsäuren werden durch den Hahn  $q_1$ , das Wasser durch den Hahn  $q_2$  abgelassen. Die nicht condensirten Acroleindämpfe werden durch einen seitlichen Abzugskanal  $G_2$  abgeleitet.

Um den Durchgang der Dämpfe regeln zu können, sind zwischen den Tellern  $r$  auf vier Schraubenspindeln  $t$  mittels Muttern  $t_1$  Streifbleche  $u$  befestigt, welche mittels dieser Spindeln auf- und abbewegt werden können. Zu diesem Zwecke trägt eine im Deckel gelagerte Schraubenspindel  $v$  ein Kreuz  $k$ , in welchem die Spindeln  $t$  mittels Muttern  $t_2$  festgehalten werden, so dass durch Drehen an der Handkurbel  $y$  das Kreuz und somit auch die Spindeln mit den Streifblechen  $u$  sich senken oder heben. Durch Drehen an der Kurbel  $y$  werden die Spindeln mit den Streifblechen  $u$  gehoben oder gesenkt, zu dem Zweck, durch Senken der Streifbleche die zwischen den Tellern und Streifblechen in einem zickzackartigen Weg durchströmenden Dämpfe mehr an das Wasserniveau in den Tellern zu drücken, bez. sie direct in das Wasser zu leiten, wodurch ihr Durchgang befördert oder gehemmt wird, die Dämpfe also je nach Bedarf weniger oder mehr in Berührung mit Wasser gebracht, gewaschen und von den Acroleindämpfen befreit werden.

**Wollfett.** Nach M. Ekenberg und L. Monten (D.R.P. No. 81552) werden aus Wollfett drei in ihren Eigenschaften verschiedene Fette hergestellt, indem man das geschmolzene Fett in Formen bis auf  $35^{\circ}$  langsam abkühlen lässt, so dass es dünne Kuchen bildet, welche dann bei  $30$  bis  $35^{\circ}$  entweder der Behandlung in Wannpressen ausgesetzt oder im Luftbade bei der erwähnten Temperatur centrifugirt werden. Dabei fliesst der noch schmelzflüssige Theil des Fettes ab. Wird derselbe Process bei  $40$  bis  $45^{\circ}$  wiederholt, so wird ein weiterer Theil des Wollfettes abgeschieden. Die somit erhaltenen Fettkörper sind:

Cholain, ein bei  $25$  bis  $29^{\circ}$  schmelzendes Fett;

Cholepalmin, ein bei  $37$  bis  $38^{\circ}$  schmelzendes Fett;

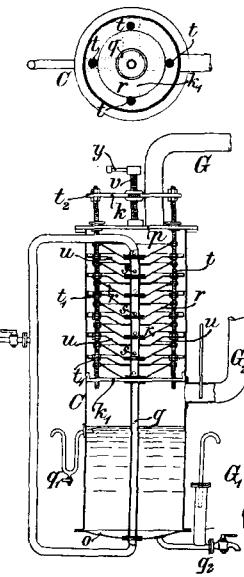


Fig. 174.

Cholecerin, welches den Pressrückstand bildet, nachdem das Cholepalmin ausgepresst worden ist, ist ein wachsähnlicher, hell gelb-grüner bis weisser Fettkörper vom Schmp. 49 bis 55°.

Gewöhnliches Wollfett enthält alle genannten Fettkörper und außerdem Cholesterin, wovon der Haupttheil bei dem soeben erwähnten Verfahren im Cholecerin zurückbleibt.

Das Cholecerin ist von derselben Consistenz wie Wachs und kann als Wachs-surrogat verwendet werden, das Cholepalmin gibt bei der Verseifung Fettsäuren und eignet sich zur Benutzung bei der Kerzenfabrikation oder bei der Seifenbereitung, und Cholain ist ein gutes consistentes Maschinenfett.

Die Herstellung der drei Fettkörper kann dadurch erleichtert werden, dass das Wollfett mit einem Fettlösungsmittel oder Gemischen davon versetzt wird. Der Zusatz von Fettlösungsmitteln oder Gemischen davon hat nicht den Zweck der fractionirten Lösung, sondern es soll dadurch die auf Grund der verschiedenen Schmelztemperaturen erfolgende Abscheidung der im Wollfett befindlichen krystallisirbaren Fettkörper erleichtert werden. Diese Mittel werden deshalb nur in geringer Menge und nicht bis zur völligen Lösung des Wollfettes gebraucht. Die weitere Behandlung des Wollfettes ist der schon früher beschriebenen vollständig gleich, d. h. dasselbe wird der Schmelzung, der Abkühlung und der fractionirten Pressung unterworfen. Als Fettlösungsmittel können in diesem Fall sowohl flüchtige, z. B. Kohlenwasserstoffe, als auch nicht flüchtige Fettlösungsmittel, z. B. fette Öle und Fettsäuren, verwendet werden.

Ölfilter. P. Wider (D.R.P. No. 80812) empfiehlt ein Filter zum Reinigen von Ölen und Fetten, bei welchem das Gut zum oftmaligen Durchlaufen bez. Berühren des Filtertuches dadurch genötigt wird, dass das Tuch über ein treppenförmiges Gestell, dessen Stufen sich in der Verticalprojection zum Theil überdecken, gelegt und durch Stäbe in die Zwischenräume der Stufen hineingezogen ist, so dass es eine Zickzackform annimmt.

Verfahren zum Kühlen von Leim und zur Herstellung von Leimtafeln von P. C. Hewitt (D.R.P. No. 81285) besteht darin, dass man den flüssigen Leim auf zwei oder mehr Kühlzylinder bringt, welche sich alle in derselben Richtung drehen und möglichst dicht an einander angeordnet sind,

wobei stets der eine Cylinder dem folgenden den abgekühlten Leim überliefert, bis letzterer vollständig abgekühlt und erstarrt ist.

Zum Trocknen von Leim wird nach H. Allenbach (D.R.P. No. 80810) die warme, flüssige Gelatine auf ein endloses Metallband geleitet, welches über Dampftrommeln gespannt ist.

Herstellung von Pyroxylinmassen. Das Verfahren von R. Ch. Schüpphaus (D.R.P. No. 80776) beruht auf der Beobachtung, dass die Pyroxylinmassen, besonders Celluloïd, der Kampher, welcher wegen seiner Flüchtigkeit und seines für viele unangenehmen Geruches die Anwendung des Celluloïds in vielen Fällen erschwert, durch Säurederivate aromatischer Amine, z. B. Formanilid, Ortho- und Para-Acetphenetidin oder -Acettoluid, Benzanalid, ersetzt werden kann, indem diese Körper geschmolzen oder gelöst, z. B. in alkoholischer Lösung, Pyroxylin lösen. Am zweckmässigsten verwendet man das Gemisch von Ortho- und Para-Acettoluid, welches man aus rohem Toluidin, einem Gemisch von Ortho- und Paratoluidin, erhält. Dieses Gemisch, welches schon im Wasserbade geschmolzen werden kann, vermischt man in gleicher Weise, wie bisher den Kampher, ohne Zusatz eines Lösungsmittels, mit dem Pyroxylin und nimmt auch das Walzen, Pressen, Schneiden der Presskuchen, wie üblich, vor. Zur Bereitung von Firniissen löst man das Gemenge von Pyroxylin und Acettoluid in Holzgeist und Aceton oder ohne Zusatz von Butyl- oder Amylacetat.

### Neue Bücher.

F. Sachs: Congrès international de chimie appliquée, organisé par l'Association belge des Chimistes (Brüssel, G. Deprez).

Der umfassende Bericht über die Versammlung vom 4. bis 11. August 1894 sei der Beachtung bestens empfohlen.

A. Haller: L'industrie chimique (Paris, Bailliére et fils). Pr. 5 Fr.

Kurzer Überblick über die chemische Industrie mit Angabe der bez. Fabriken.

G. Halphen: L'industrie de la soude (Paris, Bailliére et fils).

Die verschiedenen Verfahren zur Herstellung von Sulfat, Soda und Salzsäure werden zweckmäßig besprochen; die Elektrolyse wird nicht angegeben.