

Abwässer der Ammoniaksodafabriken.

Von

H. Schreib.

Zu der Erklärung des Herrn Konrad W. Jurisch auf S. 318 d. Z. gestatte ich mir die Bemerkung, dass es mir nicht in den Sinn gekommen ist, die betreffenden Zahlen corrigiren zu wollen. Derartig falsche Angaben können nicht corrigirt werden, man muss sie völlig verwerfen.

Herr Dr. Jurisch will nun die Angaben dennoch aufrecht erhalten. Ich muss sagen, ich habe schon allerlei chemische Curiosa erlebt, aber dass ein Docent der Chemie den Angaben aus einer Fabrik eine grössere Autorität beilegt, als den Fundamentalgesetzen der Wissenschaft, das ist mir noch nicht vorgekommen.

Bremen, 5. April 1898.

Hüttenwesen.

Zur Gewinnung von Kobalt und Nickel werden nach H. Grosse-Bohle (D.R.P. No. 97114) die Rohstoffe zunächst in Sulfate oder Chloride übergeführt, welche sich am besten reduciren lassen; am wenigsten geeignet für den vorliegenden Zweck haben sich die Nitrate erwiesen. Die Salze können aus den Erzen durch theilweise sulfatirende Röstung oder durch Auflösen der Speisen und Steine in Säure erhalten werden. Will man die reinen Metalle erhalten, so muss man vorher dafür Sorge tragen, dass alle durch Zink abscheidbaren Elemente auf chemischem Wege aus der Lösung entfernt sind. Ein Eisengehalt schadet in keiner Weise, so dass z. B. das Kupfer dadurch aus der Lösung entfernt werden kann, dass man es vorher durch metallisches Eisen ausfällt. Ist die Lösung in der geeigneten Weise gereinigt und vorbereitet, so bringt man Zink in einer für die Ausfällung günstigen Form hinein und erhitzt zum Sieden; die Fällung geht unter Entwicklung geringer Mengen Wasserstoff vor sich und ist je nach der angewendeten Zinkoberfläche in 5 bis 10 Minuten beendet. Alsdann hat sich die Oberfläche des Zink mit pulverförmigem bis grob bröcklichem Nickel bez. Kobalt überzogen, die aber immerhin so fest am Zink haften, dass sie dessen weitere Einwirkung auf die Flüssigkeit verhindern. Es ist daher vortheilhaft, das Zink einerseits in einer Form anzuwenden, welche der Flüssigkeit eine grosse Oberfläche darbietet, und andererseits die Oberfläche, sei es durch gegenseitige Reibung, sei es durch eigens dazu im Bade vorhandene

Apparate, vom Niederschlag rein zu erhalten. Zinkstaub ist für den vorliegenden Fall jedoch nicht geeignet, weil er in Folge seines Oxydgehaltes das Nickel und Kobalt nicht allein metallisch, sondern dieselben sowie auch das Eisen zum Theil als Hydrate ausfällt.

Von den etwa in dem gefällten Metall vorhandenen Zinkspuren kann das Metall durch Behandlung mit verdünnten Säuren oder Alkalien befreit werden. Ebenso ist etwa gebildetes Zinkhydrat zu entfernen, welches sich jedoch ebenso wie etwa gebildete Mengen Eisenhydroxyd durch Wasser vollständig abschlämmen lässt.

Ofen zum gleichmässigen Wärmen von frischgegossenen Blöcken von H. Poetter (D.R.P. No. 96229) besteht aus zwei Theilen, von denen der eine bewegliche Theil mit Öffnungen zum Zuführen von Heizgasen und Luft, welche in dem Doppelmantel dieses feuerfest ausgefütterten Theiles vorgewärmt ist, versehen ist und auf den vorher als Giessplatte benutzten, den Gussblock tragenden festen Theil aufgesetzt wird, wobei der letztere Löcher zum Abführen der Verbrennungsgase aufweist, welche beim Giessen durch die Coquille verdeckt werden.

Zur Herstellung von Birnenböden werden nach W. Haenel (D.R.P. No. 96401) die mit Windkanälen versehenen Steine in mehreren Lagen auf einer Bodenplatte mit Hülfe von Nadeln aufgemauert, umstampft und gebrannt.

Zum Rösten von Golderzen sollen dieselben nach J. Campbell und Th. C. Kerry (D.R.P. No. 96673) der Einwirkung von Wassergas unter Erhitzung in einer geschlossenen Retorte oder in einem geschlossenen Ofen unterworfen werden, durch welche das Gas hindurchgeleitet wird. Es soll hierdurch bewirkt werden, dass das Erz ausserordentlich spröde wird, viel mehr als der in offenen Erhitzern geröstete Quarz, so dass das Erz leicht von Hand zerbrochen werden kann und so für seine weitere Behandlung leichter Stampfwerke oder Zerkleinerungsapparate bedarf. Es wird ferner erreicht, dass die Goldtheilchen Kugelgestalt oder nahezu Kugelgestalt annehmen, so dass auf das Gold das Wasser bei dem Amalgamirungsprocess weniger einwirken kann und der Verlust an fortgeschwemmtem Gold sehr beschränkt wird. Es wird ferner erreicht, dass das Arsen, Tellur, Antimon, Wismuth, Zink, Blei, Eisen und Kupferpyrite, Eisenoxyd und die anderen werth-

loseren Metalle und Materialien, mit welchen das Gold chemisch oder mechanisch verbunden sein kann, aus dem Erz entfernt bez. durch das Wassergas beseitigt werden, so dass das Gold praktisch frei davon zurückbleibt und nunmehr sehr gut geeignet ist, um durch Amalgamation oder auf andere Weise rein gewonnen zu werden.

Unorganische Stoffe.

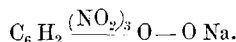
Zur Darstellung von Natriumnitrit wollen G. de Bechi und A. Thibault (D.R.P. No. 97 018) Natriumnitrat durch kohlenoxydhaltige Gase in Gegenwart von Kalk reduciren. Der Kalk bindet die entstehende Kohlensäure, und die Reaktionsmasse besteht aus unverändertem Natriumnitrat, Natriumnitrit und unlöslichen Calciumverbindungen. Man braucht nur die Masse auszulaugen und das in Lösung gehende Nitrit durch Krystallisation zu reinigen. Die Mutterlaugen, welche Nitrit und Nitrat enthalten, können für eine neue Operation Verwendung finden. Nach Versuchen kann man ebensowohl Ätzkalk als gelöschten Kalk verwenden. Es wurde noch gefunden, dass durch Zusatz einer kleinen Menge Kohle (Koks, Holzkohle u. dgl.) zu der Mischung die Reduction leichter stattfindet.

200 k Ätzkalk werden, am besten in der Hitze, durch eine concentrirte wässrige Lösung von 200 k käuflichem Natronsalpeter gelöscht. Das entstehende Product erhitzt man in einem Retortenofen und lässt gleichzeitig durch die poröse Masse einen kräftigen Strom von kohlenoxydhaltigen Generatorgasen streichen. Die Einrichtung der Retorten und der Einleitungsröhren ist so getroffen, dass der Gasstrom sämtliche Retorten nach einander durchziehen muss. Ist die Reduction in der ersten Retorte genügend weit fortgeschritten, so wird die Retorte entleert und mit frischer Masse gefüllt. Die zweite tritt an die erste Stelle und die erste, frisch gefüllte Retorte wird die letzte der Reihe u. s. w. Das Product der Reaction wird mit etwa 400 l heissen Wassers behandelt und filtrirt. Der Kalküberschuss und das gebildete Calciumcarbonat bleiben ungelöst. Die erhaltene Lösung wird eingedampft und das Nitrit durch übliche Methoden gereinigt. Die Mutterlaugen ersetzen theilweise den frischen Natronsalpeter bei dem nächsten Kalklöschchen.

Zur Herstellung von Bleiweiss wird nach Th. C. Sanderson (D.R.P. No. 97 107) durch basisches Bleiacetat Kohlensäure hindurchgeblasen, bis man einen Niederschlag

von basischem Bleicarbonat erhält. Nach dem Absetzen des Niederschlages wird die helle normale Acetatlösung abgezogen und eine neue Ladung von basischem Bleiacetat in den Behälter gebracht. Die neue Ladung wird mit dem bereits erhaltenen Niederschlag durch gründliches Aufrühren vermischt und darauf das Ganze in derselben Weise nochmals mit Kohlensäure behandelt. Dieses wird so oft als erforderlich wiederholt. Schliesslich wird der Niederschlag abgelassen oder in Filterpressen oder Klärgefässe gepumpt, um ihn von den Mutterlaugen zu befreien. Darauf wird das Product in der üblichen Weise gewaschen und getrocknet. Das so erhaltene Product hat eine erheblich grössere Dichte als das mittels einer einzigen Fällung erhaltene. Durch entsprechend oft wiederholte Operationen kann man diese Dichte zu dem jeweils gewünschten Grade steigern. Sobald der Lösung genügend Kohlensäure zugeführt ist, um aus dem basischen Acetat normales Bleiacetat zu bilden, wird der Gaszufluss abgesperrt.

Trinitrophenylnatriumsuperoxyd als Sprengmittel. Lässt man nach A. Vossinkel (D.R.P. No. 96 855) gleiche Molecüle Pikrylhalogen und Natriumsuperoxyd auf einander einwirken, so entsteht das Trinitrophenylnatriumsuperoxyd, welches als ein Wasserstoffsuperoxyd aufgefasst werden kann, in welchem ein Wasserstoffatom durch den Trinitrophenylrest, das andere durch den Natriumrest vertreten ist, und welchem demgemäss die nachstehende Formel zukommt:



Man löst in einem mit Rückflusskühler versehenen Kochgefäss 5 k Natriumsuperoxyd in 200 k Wasser. Hierzu werden 15,9 k gepulvertes Pikrylchlorid gegeben. Das Ganze wird so lange erhitzt, bis das Pikrylchlorid in Lösung gegangen ist, was etwa 2 bis 3 Stunden dauert. Die Flüssigkeit nimmt eine tiefbraune Farbe an. Sodann überlässt man die Lösung der Krystallisation. Das Trinitrophenylnatriumsuperoxyd bildet luftbeständige, rothbraune, prismatische Krystalle (meist vierseitige, rhombische Prismen), welche sich zu einer neutralen rothbraunen Flüssigkeit von intensiv bitterem Geschmack lösen. 100 Th. Wasser lösen 8,87 Th. des Superoxydes bei 15,5°. In absolutem Weingeist ist es im Verhältniss von 1:40 löslich, in Äther fast unlöslich. Die Zersetzung des Superoxydes erfolgt schon bei Temperaturen, welche unterhalb des Schmelzpunktes liegen. Letzterer liegt bei 154°. (Beim Erhitzen findet

lebhaftes Verpuffen statt.) Der Gehalt an Natrium beträgt 8,634 Proc. Säuert man eine mässig concentrirte Lösung des Superoxydes mit Salzsäure an, so findet sofort eine Abscheidung von Pikrinsäure statt. Erhitzt man diese Flüssigkeit, so tritt ein intensiver Geruch nach freiem Chlor auf. Demgegenüber bildet das pikrinsaure Natrium luftbeständige, citronengelbe Krystallnadeln, welche sich zu einer neutralen, bitter schmeckenden Flüssigkeit lösen. 100 Th. Wasser von 15,5° lösen 9,24 Th. Der Schmelzpunkt liegt bei 260°. Beim Erhitzen explodirt es sehr stark.

Zur Herstellung von Sprengstoffen wird nach J. Regensburger (D.R.P. No. 97 289) Melasse mit einem Oxydationsmittel (Natrium-, Baryum- oder Wasserstoffsuperoxyd) versetzt und bei einer Temperatur von 15 bis 20° einige Stunden stehen gelassen. Hierbei findet Zersetzung des Superoxydes und Entwicklung von Sauerstoff statt. Bei Anwendung von Baryumsuperoxyd empfiehlt sich die sofortige Erhitzung der Masse, da dasselbe sich nur beim Erhitzen oder auch durch kochendes Wasser zersetzt. Sobald die Gasentwicklung aufgehört hat, wird das Ganze erhitzt, um das zugesetzte überschüssige Wasser zu verdampfen. Hierauf wird ein Zusatz von 20 bis 25 Proc. thierischem oder Mineralöl (am besten gereinigtes Knochenöl) beigegeben und weiter erhitzt, um den letzten Rest von Wasser auszutreiben und um das Ganze auf die Dichte von 40 bis 42° B. zu bringen. Es ist vortheilhaft, durch einen Zusatz einer kleinen Menge Schwefeläther die Masse bis zum Erkalten beständig zu rühren, um dadurch die Mischung des Öles mit der Melasse zu erleichtern und vollständiger zu machen. Auf diese Weise erhält man aus der Melasse und dem Öl eine sehr gleichmässige Masse, aus welcher sich das Öl bei längerem Stehen nicht abscheidet. Hiernach wird die Masse in bekannter Weise mit Salpetersäure und Schwefelsäure nitrirt. Diese Nitrirung geht mit der auf solche Weise vorbereiteten Melasse leicht und glatt vor sich; das gebildete Nitroproduct setzt sich sofort an der Oberfläche der Säure ab. Die Säuren werden nunmehr geschieden und das Nitroproduct für sich in kaltem Wasser aufgefangen. Nach mehrmaligem Waschen in kaltem Wasser wird dasselbe vortheilhaft mit warmem Wasser (bis zu 80°) unter Zusatz eines Neutralisationsmittels (z. B. Soda oder starkes Ammoniak) bis zur Entfernung der Säuren behandelt; zu diesem Zweck kann man auch Harnstoff anwenden. Das

so erhaltene säurefreie Nitroproduct bildet eine ölartige Flüssigkeit, welche zur weiteren Verwendung in bekannter Weise aufgesaugt und nach völligem Trocknen zu Patronen geformt werden kann.

Organische Verbindungen.

Zur Darstellung von Codein verwenden die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 96 145 jetzt) Morphinalkali.

Patentanspruch: Abänderung des in dem Patent No. 92 789 und dem Zusatzpatent No. 95 644 beschriebenen Verfahrens zur Darstellung von Codein, darin bestehend, dass man Diazomethan bez. Nitrosomethylurethan anstatt mit Morphin selbst mit Morphinalkali in Reaction bringt.

Darstellung von Additionsproducten aus Jodoform und quaternären Schwefelbasen gelang denselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 97 207).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Additionsproducten aus Jodoform und quaternären Schwefelbasen oder deren Salzen, darin bestehend, dass man Jodoform und quaternäre Schwefelverbindungen unter Zuhilfenahme eines Lösungsmittels auf einander einwirken lässt oder Jodoform bei Gegenwart eines Halogenalkyls mit zur Bildung quaternärer Verbindungen geeigneten Schwefelverbindungen zur Reaction bringt.

Zur Darstellung eines Dimethylamidophenyldimethylpyrazolons erhitzt man nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 97 011) das 1-p-Amidophenyl-3-methylpyrazolon oder die genannten Derivate mit Methylalkohol und Jodmethyl oder dessen Ersatzmittel und scheidet die Dimethylamidobase durch Alkali aus dem Reductionsproduct ab. Das günstigste Resultat erhält man beim Methyliren des 1-p-Amidophenyl-2, 3-dimethyl-5-pyrazolons. Die Acetylgruppen und auch das am Pyrazolonsauerstoffatom gebundene Alkyl werden im Verlauf des Verfahrens eliminirt.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines Dimethylamidophenyldimethylpyrazolons, darin bestehend, dass man 1-p-Amidophenyl-3-methyl-5-pyrazolon oder dessen Derivate wie 1-p-Acetylamidophenyl-3-methyl-5-pyrazolon, 1-p-Amidophenyl-3-methyl-5-äthyl-5-pyrazolon, 1-p-Acetylamidophenyl-3-methyl-5-acetyl-5-pyrazolon, 1-p-Amidophenyl-2, 3-dimethyl-5-pyrazolon durch Erhitzen mit Methylalkohol und Jodmethyl oder dessen Ersatzmittel methylirt, und zwar, sofern Pyrazolonsauerstoffäther zur Verwendung gelangen, unter Benutzung des Verfahrens des D.R.P. No. 72 824.

Dinitronaphtalin derselben Farbwerke (D.R.P. No. 96 227).

Patentsanspruch: Verfahren zur Darstellung von $\alpha_1\beta_2$ -Dinitronaphtalin (γ -) durch Nitrieren von α -Nitronaphtalin in Lösung von conc. Schwefelsäure bei einer 0° nicht übersteigenden Temperatur.

Amido-oxyverbindungen erhalten dieselben **Farbwerke** (D.R.P. No. 96 853) aus Nitroverbindungen mittels Zinkstaub.

Patentsanspruch: 1. Verfahren zur Darstellung von Amido-oxykörpern aus Nitrokörpern durch Behandlung mit conc. Schwefelsäure und Zinkstaub bei niederen Temperaturen.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens unter Verwendung von Nitrobenzol, Nitrobenzoesäure und Dinitroanthrachinon.

Darstellung von Acidylderivaten der stabilen unsymmetrischen Cyclobasen der Acetonalkaminreihe nach Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering) (D.R.P. No. 97 009).

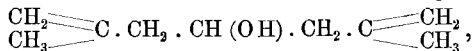
Patentsanspruch: In weiterer Ausbildung des durch das Patent No. 90 069 geschützten Verfahrens die Darstellung von Acidylderivaten der stabilen unsymmetrischen Basen der Acetonalkaminreihe in der Weise, dass man in diesen Basen, wie Benzal-, Valeryl-, Önanthdiacetonalkamin, das Hydroxylwasserstoffatom durch anästhesiophore Gruppen, wie die Benzoyl-, Toluy-, Phenylacet- und Cinnamylgruppe, ersetzt.

Vinyldiacetonalkamine derselben Fabrik (D.R.P. No. 96 539).

Patentsanspruch: Verfahren zur Darstellung der beiden isomeren Vinyldiacetonalkamine vom Schmelzpunkt 138° und 161 bis 162°, darin bestehend, dass man, in Abänderung des Verfahrens des Patentes No. 95 622, das durch Reduction des Vinyldiacetonamins entstehende Gemisch von Alkaminen nicht direct, sondern erst nach Überführung in ein Gemisch von Alkaminsalzen der Krystallisation unterwirft.

Riechstoff erhält dieselbe Fabrik (D.R.P. No. 96 657) aus Triacetondiamin oder Triacetonamin.

Patentsanspruch: Verfahren zur Darstellung eines Riechstoffes von der Zusammensetzung:



darin bestehend, dass man Triacetondiamin oder Triacetonamin bez. deren n-Alkylderivate zu den entsprechenden Alkaminen reducirt, die letzteren der erschöpfenden Alkylierung unterwirft und das entstandene Alkylderivat mit Alkalihydrat oder Silberoxyd spaltet.

Heteroxanthin, Paraxanthin und methylierte Hypoxanthine aus Theobromin nach Boehringer & Söhne (D.R.P. No. 96 925).

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von (7)-Methyl- oder (1, 7)-Dimethyl-derivaten von (6)-Oxy- und (2, 6)-Dioxypurinen, indem man Theobromin mittels Phosphoroxchlorid in Methylchlorpurin überführt, letzteres durch Behandlung mit Alkali in Methyloxychlorpurin verwandelt und in diesem nach eventueller weiterer Methylierung das Chloratom entweder mittels Einwirkung von Mineralsäuren durch Sauerstoff oder mit Hilfe eines Reduktionsmittels durch Wasserstoff ersetzt.

2. Besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 beschriebenen Verfahrens zur Darstellung von (7)-Methyl-(2, 6)-dioxypurin (Heteroxanthin), indem man das nach genanntem Anspruch erhaltene Methyloxychlorpurin mit Salzsäure erhitzt.

3. Besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 beschriebenen Verfahrens zur Darstellung von (1, 7)-Dimethyl-(2, 6)-dioxypurin (Paraxanthin), indem man das nach genanntem Anspruch erhaltene Methyloxychlorpurin methyliert und das so gewonnene Dimethyloxychlorpurin mit Salzsäure erhitzt.

4. Besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 beschriebenen Verfahrens zur Darstellung von (7)-Methyl-(6)-oxypurin (Methylhypoxanthin), indem man das nach genanntem Anspruch erhaltene Methyloxychlorpurin mit Jodwasserstoffsäure reducirt.

5. Besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 beschriebenen Verfahrens zur Darstellung von (1, 7)-Dimethyl-(6)-oxypurin (Dimethylhypoxanthin), indem man das nach genanntem Anspruch erhaltene Methyloxychlorpurin methyliert und das so gewonnene Dimethyloxychlorpurin mit Jodwasserstoffsäure reducirt.

6. Besondere Ausführungsform des in Anspruch 1 beschriebenen Verfahrens zur Darstellung von (1, 7)-Dimethyl-(6)-oxypurin (Dimethylhypoxanthin), indem man das nach Anspruch 4 erhaltene Methylhypoxanthin methyliert.

Alkylierte Dichloroxypurine derselben (D.R.P. No. 96 854).

Patentsanspruch: Die Darstellung von alkylierten Dichloroxypurinen durch Einwirkung von Halogenalkyl auf die Salze des (2, 6)-Dichlor-(8)-oxypurins mit oder ohne Zusatz eines Verdünnungs- oder Lösungsmittels.

Farbstoffe.

Rothe Säurefarbstoffe erhält die Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 97 015) aus benzylirten Metaamidophenolen.

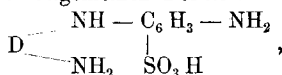
Patentsprüche: 1. Verfahren zur Darstellung rother Säurebenzeine, dadurch gekennzeichnet, dass die Condensationsproducte von Benzaldehyd oder dessen Substitutionsproducten und benzylirten m-Amidophenolen mit wasserentziehenden, sulfirenden und oxydierenden Agentien behandelt werden.

2. Als besondere Ausführungsform des unter Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens die Ver-

wendung der Condensationsproducte aus Benzyl-äthyl(methyl)-m-amidophenol mit
Benzaldehyd,
o-Chlorbenzaldehyd,
Dichlorbenzaldehyd,
m-Sulfobenzaldehyd,
oder des daraus unter Benutzung des Verfahrens des Patentes No. 90487 mit o-Sulfobenzaldehyd dargestellten Condensationsproductes.

Substantive Azofarbstoffe erhält die Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 97105) aus Amidophenylbenzidinsulfosäure.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von substantiven Azofarbstoffen aus Amidoderivaten der allgemeinen Formel:



welche gleichzeitig vom Benzidin und Diphenylamin sich ableiten, bestehend in der Darstellung von einfachen und gemischten Disazofarbstoffen, indem man die aus oben genannten Diamidoverbindungen entstehenden Tetrazoverbindungen mit 2 Mol. ein und desselben oder verschiedener Amine und Phenole bez. deren Sulfo- und Carbonsäuren combinirt.

a) Die specielle Ausführungsform des vorstehend gekennzeichneten Verfahrens unter Verwendung derjenigen Basen, in denen D bedeutet: Diphenyl, Ditolyl und Diphenoläther, und unter Benutzung nachstehender Amine und Phenole: Naphthionsäure, α -Naphtylamin, α_1 -Naphtylamin- β_1 -monosulfosäure, α -Naphtolmonosulfosäure NW, Salicylsäure, Amidonaphtolmonosulfosäure γ und m-Toluylen-diamin.

2. Verfahren zur Darstellung von einfachen und gemischten Disazofarbstoffen aus Amidoderivaten der oben genannten Formel, darin bestehend, dass man diejenigen Monoazofarbstoffe, welche durch Combination von 1 Mol. diazotirter Nitrophenylbenzidin-o-sulfosäure mit 1 Mol. eines Amins oder Phenols entstehen, nach Reduction der Nitrogruppe abermals diazotirt und daraufhin mit 1 Mol. desselben oder eines anderen Amins oder Phenols bez. der Sulfo- oder Carbonsäuren combinirt.

a) Die specielle Ausführungsform unter Benutzung der unter 1 a) erwähnten Basen bez. Amine und Phenole.

3. Verfahren zur Darstellung von Polyazofarbstoffen aus Amidoderivaten der oben genannten Formel, darin bestehend, dass man die gemäss Anspruch 1 erhaltenen einfachen oder gemischten Disazofarbstoffe, sofern dieselben diazotirbare Amidogruppen enthalten, nach dem Diazotiren mit Aminen, Phenolen sowie deren Sulfo- und Carbonsäuren combinirt.

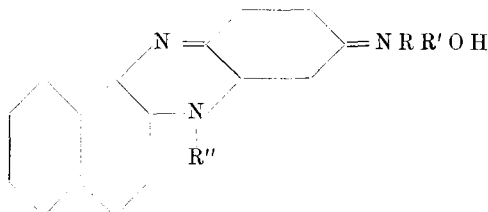
4. Verfahren zur Darstellung von Trisazofarbstoffen aus Amidoderivaten der oben gekennzeichneten Formel, darin bestehend, dass man diejenigen Zwischenproducte, welche gemäss Anspruch 1 aus 1 Mol. der Tetrazoverbindung der oben genannten Basen und 1 Mol. einer wieder diazotirbaren Componente gewonnen werden, nach erfolgter

Diazotirung mit 2 Mol. eines Amins, Phenols bez. deren Sulfo- oder Carbonsäuren combinirt.

5. Verfahren zur Darstellung von Trisazofarbstoffen, indem man diejenigen Zwischenproducte, welche gemäss Anspruch 1 aus 1 Mol. der Tetrazoverbindung der oben genannten Basen und 1 Mol. eines Amins oder Phenols bez. einer Sulfo- oder Carbonsäure derselben entstehen, mit 1 Mol. eines solchen Azofarbstoffes combinirt, welcher zur Aufnahme einer fernerer Azogruppe befähigt ist.

Rosindulinfarbstoffe derselben Actiengesellschaft (D.R.P. No. 97118).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Safraninen aus Isorosindulinen, darin bestehend, dass Isorosinduline folgender typischer Constitution



in der Form der freien Basen oder ihrer Carbonate oder anderer leicht dissociirender Salze bei Gegenwart von Sauerstoff oder Sauerstoff abgebenden Mitteln mit Ammoniak oder primären Aminen oder Diaminen behandelt werden.

Stärke, Zucker.

Die Rolle der Pentosane in der Rohzuckerfabrikation untersuchten K. Komers und A. Stift (Österr. Zucker. 1898, Sonderabdr. gef. einges.). In der betreffenden Fabrik kam der Rohsaft zunächst in den Malaxeuren mit 2,5 Proc. Kalk zur Scheidung, von dort in die Satureure der 1. Saturation, wo er von etwa 66° an unter gleichzeitigem Einleiten von Kohlensäure auf 80° langsam erhitzt wurde. Nach erfolgter Saturation wurde der Saft auf 95° erhitzt und durch die Pressen der 1. Saturation getrieben. Hierauf wurde der Saft mit 0,25 Proc. Kalk versetzt und in derselben Weise der 2. Saturation zugeführt. Die sogenannte 3. Saturation fand nur in der Weise statt, dass ohne Kalkzugabe der Saft der 2. Saturation bei 90° auf 0,010 bis 0,020 aussaturirt und über Wellblechfilter geschickt wurde. Man konnte daher den Schlamm der 3. Saturation nicht zu den Untersuchungen heranziehen, da dieses Product schmieriger Natur und überdies durch Einwerfen von Nachproducten bedeutend verunreinigt war. Im weiteren Verlauf der Fabrikation wurde in Folge der Sandzuckerarbeit bei der 2. Saturation 0,5 Proc. Kalk gegeben und daher die Gesamtkalkzugabe auf 3 Proc. erhöht. Da die Fabrik noch

mit Filtration über Knochenkohle arbeitet, so wurde auch mit erhöhter Kalkzugabe die Menge der verwendeten Knochenkohle erhöht und zwar auf 3,5 Proc. auf Rübe gerechnet.

Zusammensetzung der Producte der ersten Sendung.
(23. Sept. 1897.)

Frische Schnitte.

Wasser	81.12 Proc.
Eiweiss	0,63
Nichteiweissartige Stickstoffsubstanz	0,56
Fett	0,06
Rohrzucker	12,50
Stickstofffreie Extractivstoffe	3,13
Rohfaser	1,08
Reinasche	0,87
Sand	0,05
	100,000
Milchsäure	0,648
Furfurol	0,77
Pentosan	1,22
Pentose	1,50

Furfurol	0,30	} Spuren
Pentosan	0,36	
Pentose	0,41	
Gesammt-Stickstoff	0,19	
Eiweiss-Stickstoff	0,13	0,09

Nur in dem Ausgangsmaterial, den frischen Schnitten, sind grössere Mengen an Pentosanen enthalten, während in den Dünnsäften die Mengen dieser Stoffe derartig geringe sind, dass sie nach der bisherigen Ausbildung der Methode nicht einmal aus dem gebildeten Furfurol zu rechnen sind, trotzdem von den Säften durchwegs Mengen von mehr als 100 g zur Bestimmung eingewogen wurden. Entsprechend der Concentration der Producte steigt dann wieder die Menge der Pentosane, so dass eine genauere Bestimmung durch die Methode möglich erscheint. Wollte man die Grösse dieses Verlustes ziffermässig darstellen, so liesse sich dieselbe aus den folgenden Zahlen,

Dünnsäfte, Dicksäfte, Füllmassen, Grünsyrup und Rohrzucker.

Product	Wasser	Zucker	Carbonat- asche	Org.Nicht- zucker	Alkalität Proc.	Furfurol	Pentosan	Pentose
	Proc.				Kalk	Proc.		
Saft d. I. Saturation	88,56	10,55	0,52	0,37	0,118	0,07	} Nach der Formel nicht berechenbar	
- - II. -	88,54	10,55	0,41	0,50	0,042	0,06		
- - III. -	88,44	10,60	0,39	0,57	0,017	0,07		
Dicksaft	36,16	58,10	2,17	3,57	0,140	0,43	0,64	0,74
Füllmasse	4,89	88,80	2,50	3,81	0,110	0,57	0,95	1,08
Rohrzucker	1,80	95,35	1,22	1,63	0,050	0,76	1,21	1,38
Grünsyrup	16,22	65,10	8,09	10,59	0,266	0,60	0,96	1,08

	Schlamm der I. Saturation	Schlamm der II. Saturation
Wasser	48,33	47,29
In Salzsäure Unlösliches	0,91	0,98
Eisenoxyd und Thonerde	0,55	0,08
Kohlensaures Kali	0,26	0,40
Kohlensaures Natron	0,23	Spuren
Kohlensaurer Kalk	36,24	46,63
Kohlensaure Magnesia	1,24	0,37
Phosphorsaurer Kalk	1,34	Spuren
Schwefelsaurer Kalk	0,33	0,03
Chlorcalcium	0,15	0,00
Ätzkalk	0,66	1,83
Kalk an organische Säure gebunden	0,45	0,19
Zucker	1,00	0,30
Organ. Nichtzucker	8,31	1,90
	100,00	100,00

welche sich auf 100 Th. Zucker beziehen, erkennen:

Pentosan in den Schnitten	9,8
Pentosan im Dicksaft	1,1
Daher entfernt	8,7

Daraus ergibt sich, dass die Pentosane durch die Saftreinigung zum weitaus grössten Theil aus den Säften entfernt werden. Ferner ergibt sich aber auch, dass im weiteren Verlauf der Fabrikation, also auf der Verdampfstation, die Pentosane nicht die geringste Zersetzung erleiden, nachdem auch in der Füllmasse, auf 100 Th. Zucker gerechnet, genau wie im Dicksaft, 1,1 Th. Pentosane vorhanden sind.

Frische Schnitte der II., III. und IV. Sendung.

	II. Sendung 14. 10. 1897	III. Sendung 11. 11. 1897	IV. Sendung 3. 12. 1897
Wasser	80,51 Proc.	79,68 Proc.	80,09 Proc.
Eiweiss	0,75	0,69	1,13
Nichteiweissartige Stickstoffsubstanz	0,43	0,37	0,12
Fett	0,19	0,13	0,15
Rohrzucker	12,80	13,60	12,85
Stickstofffreie Extractivstoffe	3,15	3,62	3,57
Rohfaser	1,24	1,09	1,16
Reinasche	0,89	0,77	0,90
Milchsäure	0,865	0,783	0,921
Furfurol	0,75	0,99	0,89
Pentosan	1,30	1,68	1,52
Pentose	1,48	1,90	1,72

Dünnsäfte, Dicksäfte, Füllmassen, Grünsyrup und Rohzucker.

Produkte		Wasser	Zucker	Carbonat- asche	Org.Nicht- zucker	Alkalität Proc. Kalk	Fur- furo	Pen- tosan	Pen- tose
		Proc.					Proc.		
Saft der I. Saturation	II. Sendung 14. Oct. 1897	87,23	12,0	0,47	0,30	0,093	0,09	0,14	0,16
- - II. -		87,61	11,66	0,37	0,36	0,042	0,08	0,12	0,13
- - III. -		87,36	11,75	0,35	0,54	0,024	0,08	0,12	0,13
Dicksaft		34,26	60,10	2,41	3,23	0,089	0,38	0,50	0,69
Füllmasse		4,64	88,45	2,68	4,23	0,092	0,55	0,90	1,02
Rohzucker		1,73	95,95	1,14	1,18	0,010	0,56	0,94	1,07
Grünsyrup		15,14	65,80	7,32	11,74	0,254	0,61	1,00	1,13
Saft der I. Saturation	III. Sendung 11. Nov. 1897	87,70	11,48	0,41	0,41	0,098	0,05	Nach der Formel nicht berechenbar	
- - II. -		88,20	11,06	0,36	0,38	0,030	0,05		
- - III. -		88,26	11,08	0,36	0,30	0,019	0,04		
Dicksaft		39,46	56,45	1,73	2,36	0,067	0,43	0,69	0,78
Füllmasse		4,23	88,85	2,68	4,24	0,084	0,70	1,14	1,30
Rohzucker		1,75	95,20	1,20	1,85	0,019	0,52	0,85	0,97
Grünsyrup		13,25	68,60	6,52	11,63	0,227	0,80	0,47	0,54
Saft der I. Saturation	IV. Sendung 3. Dec. 1897	87,38	11,55	0,52	0,55	0,106	0,08	0,11	0,12
- - II. -		87,88	11,15	0,39	0,58	0,038	0,08	0,11	0,12
- - III. -		87,56	11,40	0,40	0,64	0,021	0,07	—	—
Dicksaft		40,62	54,65	1,70	3,03	0,106	0,29	0,45	0,51
Füllmasse		3,89	88,70	2,21	5,20	0,118	0,63	1,04	1,17
Rohzucker		2,08	94,60	1,23	2,09	0,042	0,67	1,08	1,22
Grünsyrup		13,03	70,10	6,51	10,36	0,270	0,53	0,89	1,01
Ablauf vom III. Product eingesendet 4. Jan. 1898 nach Schluss der Camp.		18,27	51,20	11,38	19,15	0,238	0,37	0,54	0,61

Schlammproben.

II. Sendung (14. Oct. 1897).

I. Saturation II. Saturation

Wasser	50,86	49,90
In Salzsäure Unlösliches	0,12	0,16
Eisenoxyd und Thonerde	0,88	0,05
Kohlensaures Kali	0,19	0,19
Kohlensaures Natron	0,32	0,10
Kohlensaure Magnesia	0,41	0,46
Kohlensaurer Kalk	35,84	43,58
Phosphorsaurer Kalk	1,59	Spuren
Schwefelsaurer Kalk	0,24	0,28
Chlorcalcium	0,10	Spuren
Ätzkalk	0,51	1,20
Kalk an org. Säuren gebund.	0,18	0,05
Zucker	0,75	0,20
Organischer Nichtzucker	8,01	3,83
	100,00	100,00

Furfuro	0,19	0,10
Pentosan	—	—
Pentose	—	—
Gesammt-Stickstoff	0,19	0,11
Eiweiss-Stickstoff	0,16	0,08

III. Sendung (11. Nov. 1897).

I. Saturation II. Saturation

Wasser	52,91	56,72
In Salzsäure Unlösliches	0,16	0,24
Eisenoxyd und Thonerde	0,46	0,03
Kohlensaures Kali	0,27	0,25
Kohlensaures Natron	0,18	0,16
Kohlensaure Magnesia	1,05	0,46
Kohlensaurer Kalk	32,63	37,27
Phosphorsaurer Kalk	1,27	Spuren
Schwefelsaurer Kalk	0,27	0,29
Chlorcalcium	Spuren	0,00

I. Saturation II. Saturation

Ätzkalk	0,53	1,18
Kalk an org. Säuren gebund.	0,17	0,08
Zucker	0,70	0,20
Organischer Nichtzucker	9,40	3,12
	100,00	100,00

Furfuro	0,10	0,08
Pentosan	—	—
Pentose	—	—
Gesammt-Stickstoff	0,19	0,10
Eiweiss-Stickstoff	0,17	0,09

IV. Sendung (3. Dec. 1897).

I. Saturation II. Saturation

Wasser	48,96	55,17
In Salzsäure Unlösliches	0,90	0,23
Eisenoxyd und Thonerde	1,32	0,59
Kohlensaures Kali	0,24	0,25
Kohlensaures Natron	0,25	0,13
Kohlensaure Magnesia	0,75	0,45
Kohlensaurer Kalk	37,56	39,71
Phosphorsaurer Kalk	1,35	0,17
Schwefelsaurer Kalk	0,30	0,20
Chlorcalcium	0,00	0,00
Ätzkalk	0,34	0,44
Kalk an org. Säuren gebund.	0,13	0,11
Zucker	0,80	0,20
Organischer Nichtzucker	7,10	2,35
	100,00	100,00

Furfuro	0,14	0,09
Pentosan	—	—
Pentose	—	—
Gesammt-Stickstoff	0,19	0,07
Eiweiss-Stickstoff	0,13	0,06

Darnach decken sich die bei den Sendungen II, III und IV gefundenen Resultate in Bezug auf die Pentosane vollständig mit den bei Sendung I gefundenen Zahlen. Die Schlammproben der letzten 3 Sendungen enthalten nur Spuren an Pentosan, nachdem es nicht möglich war, die Mengen aus den erhaltenen Furfurolzahlen zu berechnen. Dadurch ist bewiesen, dass sich die Pentosane im Saturationsschlamm nicht niederschlagen, und ihre etwaige Anwesenheit nur durch das nicht vollständige Aussüssen bedingt ist.

Von der II. Sendung an wurden auch die im selben Turnus gezogenen ausgelaugten Schnitte in Bezug auf ihren Gehalt an Pentosan untersucht. Die gezogene Probe der ausgelaugten Schnitte steht mit der Probe der frischen Schnitte nur in einem sehr losen Verhältniss, da es kaum möglich erscheint, beide Proben dem Fabrikationsturnus entsprechend in einen gewissen Zusammenhang zu bringen. Es sind daher auch die erhaltenen Zahlen nicht direct mit einander vergleichbar. Immerhin lässt sich aber doch aus der Untersuchung der ausgelaugten Schnitte folgern, dass die frühere Anschauung, die Pentosane erleiden bei der Saftreinigung eine gewisse Zersetzung, auf Irrthum beruht. Verf. fanden nämlich in den ausgelaugten und unausgepressten Schnitten ganz beträchtliche Mengen an Pentosan, welche sogar einen nicht geringen Antheil der Trockensubstanz ausmachten und daher erkennen lassen, dass eigentlich nur ein Theil der Pentosane durch die Diffusionsarbeit in den Saft geht, während jedenfalls der weitaus grösste Theil in den ausgelaugten Schnitten zurückbleibt.

Ausgelaugte Schnitte:

	II. Sendung	III. Sendung	IV. Sendung
Wasser	94,10	93,75	94,96
Furfurol	0,68	0,74	0,45
Pentosan	1,10	1,17	0,84

FrISCHE Schnitte:

	II. Sendung	III. Sendung	IV. Sendung
Wasser	80,51	79,68	80,09
Furfurol	0,75	0,99	0,89
Pentosan	1,30	1,68	1,52

Bei den Rohzuckern machen die Pentosane theilweise den grössten Antheil des organischen Nichtzuckers aus, während dies bei den Dicksäften, Füllmassen und Grünsyrupen bei weitem nicht der Fall ist. Dieses Verhältniss tritt deutlich hervor, wenn der Gehalt der Pentosane auf 100 Th. organischen Nichtzuckers umgerechnet wird, wobei wir dann folgende Zahlen erhalten:

	I. Sendung	II. Sendung	III. Sendung	IV. Sendung
Dicksaft	17,9	15,3	29,2	14,9
Füllmasse	15,0	21,3	26,9	20,0
Rohzucker	74,2	79,6	45,9	50,1
Grünsyrup	9,0	8,5	4,0	8,6

Diese Zahlen zeigen, dass die Verhältnisse bei den Dicksäften und Füllmassen im Grossen und Ganzen die gleichen sind und dass bei diesen Producten die Pentosane höchstens ungefähr den 4. Theil des organischen Nichtzuckers ausmachen, wobei aber dieses Verhältniss noch bedeutend fallen kann. Bei den Rohzuckern hingegen ist die Menge an Pentosan ganz beträchtlich und kann dieselbe unter Umständen mehr als $\frac{2}{3}$ des organischen Nichtzuckers ausmachen. Die Ursache dieser auffallenden Erscheinung liegt wohl darin, dass bei der gesammten Centrifugenarbeit die Pentosane in Folge ihrer Schwerlöslichkeit nur zum geringen Theil in Lösung, bez. in den Grünsyrup gehen und in Folge dieses Umstandes daher den grössten Theil der Nichtzuckerstoffe ausmachen müssen. Es findet also bei den Rohzuckern eine Anreicherung an Pentosanen statt, welche je nach Umständen eine ganz bedeutende sein kann. Da nun der grösste Theil der in die Säfte übergegangenen Pentosane in den Rohzuckern verbleibt, so können dann die Grünsyrupen nur noch geringe Mengen dieser Körpergruppe enthalten, so dass die Melassen nur mehr wenig Pentosane aufweisen.

Es wurde ferner vom Saturationssaft angefangen bis zum Grünsyrup die einzelnen Producte nach der Herzfeld'schen Methode mit Fehling'scher Lösung behandelt und die Flüssigkeit nach 2 Minuten langer Kochdauer durch das Asbeströhrchen filtrirt.

	I. Sendung		II. Sendung		III. Sendung	
	Ausgeschiedene Kupfermenge g	Pentosan Proc.	Ausgeschiedene Kupfermenge g	Pentosan Proc.	Ausgeschiedene Kupfermenge g	Pentosan Proc.
Saft der						
I. Saturation	0,005	—	0,009	0,14	0,008	—
II. - -	0,005	—	0,011	0,12	0,007	—
III. - -	0,002	—	0,014	0,12	0,006	—
Dicksaft	0,027	0,64	0,024	0,50	0,020	0,69
Füllmasse	0,028	0,95	0,028	0,90	0,030	1,14
Rohzucker	0,030	1,21	0,024	0,94	0,033	0,85
Grünsyrup	0,021	0,96	0,024	1,00	0,022	0,47

Man hat demnach seinerzeit recht wohl gethan, als invertzuckerfrei jene Rohzucker anzusprechen, die nicht mehr als 0,050 g Kupfer auszuschcheiden vermögen.

Durch den Diffusionsprocess gelangt somit nur ein Theil der Pentosane aus den frischen Schnitten in den Diffusionssaft, während jedenfalls der grössere Theil dieser Körpergruppe in den ausgelaugten Schnitten zurückbleibt. Die in den Saft gelangenden Pentosane erleiden weder durch die übliche Saftreinigung mit Kalk und Kohlensäure, noch durch die Arbeit auf der Verdampf-

station die geringste Zersetzung. Sie reichern sich daher je nach der Concentration des jeweiligen Zwischenproductes in entsprechender Weise in demselben an, wobei sie höchstens nur den vierten Theil der organischen Nichtzuckerstoffe ausmachen. Beim Ausschleudern der Füllmasse in der Centrifuge bleibt der grösste Theil der Pentosane in dem entstandenen Rohzucker zurück, so dass demnach die organischen Nichtzuckerstoffe desselben zum grössten Theil aus Pentosanen bestehen. Nur ein geringer Theil der Pentosane geht bei der Centrifugenarbeit in den Grünsyrup über, macht dann die weiteren Stadien der Nachproductenarbeit mit, um sich sodann endlich nur mehr in geringer Menge in den Melassen abzulagern.

Phloroglucinverfahren zur Bestimmung der Pentosane. Nach A. Stift (Österr. Zucker. 1898, 19) enthielt Merck'sches Phloroglucin 35 Proc. Diresorcin. Auf die Ergebnisse der Pentosanbestimmung ist diese Verunreinigung nicht ohne erheblichen Einfluss.

Die Bestimmung von Kupferoxydul mittels Kaliumpermanganats. Das von B. M. Caven und Alfred Hill (J. Chemical 16, 981) ausgearbeitete Verfahren beruht auf der unter Luftabschluss vorzunehmenden Lösung des Kupferoxyduls in Salzsäure und der unter der gleichen Bedingung erfolgenden Titration dieser salzsauren Lösung durch Kaliumpermanganat bei Gegenwart von Magnesiumsulfat behufs Vermeidung der gegenseitigen Einwirkung der Salzsäure und des Kaliumpermanganats.

Aus einer das mit heissem Wasser ausgewaschene Kupferoxydul und etwas Wasser enthaltenden, verschliessbaren Flasche von etwa 100 cc Inhalt wird die Luft mittels eines Kohlensäurestroms verjagt, darauf — unter fortgesetzter Einleitung jenes Gases — verdünnte Salzsäure (1 Th. conc. Säure zu 3 Th. Wasser), ungefähr 20 bis 25 cc, hinzugefügt und nach dem Verschliessen des Gefässes jenes bis zur vollständigen Lösung des Kupferoxyduls durchgeschüttelt. Diese giesst man alsdann schnell in 50 cc (das doppelte Volum der verwendeten Salzsäure) einer Magnesiumsulfatlösung (300 g kryst. Salz im Liter), welche mit 300 cc luftfreiem und kaltem Wasser verdünnt sind, richtet einen Kohlensäurestrom auf die Flüssigkeitsoberfläche und titirt mit einer Chamäleonlösung, welche 5 g Salz im l enthält, bis zur gewöhnlichen, deutlich erkennbaren Färbung, welche hier in Folge des Cuprisalzes einen bläulichen Stich annimmt. (Beim

Überfüllen der Kupferchlorürlösung scheidet sich das Salz als weisser Niederschlag ab, und ist es in diesem Zustande weniger einer atmosphärischen Oxydation als in seiner Lösung ausgesetzt.) Das zur Prüfung der Methode verwendete Kupferoxydul stammte aus Fehling'scher Lösung, aus welcher es durch ein bekanntes Volum Invertzuckerlösung gefällt worden war; die erhaltenen Resultate, verglichen mit gewogenem Kupferoxydul, fielen — bei etwa 0,2 g Kupferoxydul — um 0,0033 bis 0,0004 g zu niedrig aus.

Redner beschreiben weiterhin eine Modification des obigen Verfahrens, welche bequemer und schneller zum Ziele führt. Das Princip dieser beruht auf der Lösung des Kupferoxyduls in Schwefelsäure unter Vermeidung der Abscheidung metallischen Kupfers und titrimetrischer Bestimmung desselben mittels Chamäleon, indem man das Kupferoxydul nach Frank Clawes mit einem Überschuss einer Mischung aus Kaliumpermanganatlösung und verdünnter Schwefelsäure (1 Th. conc. Säure zu 3 Th. Wasser) im Verhältniss von 1 : 4 behandelt und diesen durch Oxalsäure bestimmt. Etwa 0,2 g Substanz werden in 100 bis 125 cc obigen Gemenges gelöst, mit so viel siedendem Wasser versetzt, bis die Lösung eine Temperatur von 45 bis 50° angenommen hat, und mit Oxalsäurelösung bis zur Entfärbung des Chamäleons titirt. Die gewonnenen Resultate — verglichen mit gewogenem Kupferoxydul — zeigen eine zwischen 0,0017 und 0,0006 g schwankende Differenz.

Diese Methode soll in ihrer Anwendung für Zuckeranalysen sehr geeignet sein. Man reducirt, wie gewöhnlich, die heisse Zuckerlösung mit überschüssiger Fehling'scher Lösung 14 Minuten lang auf dem Wasserbade, giesst nach dem Absitzen die überstehende klare Flüssigkeit durch ein kleines Filter ab und wäscht den Niederschlag mehrere Male durch Decantation aus. Die geringe Menge des auf dem Filter befindlichen Kupferoxyduls wird sodann mit einigen cc der sauren Chamäleonlösung gelöst, das Filter mit heissem Wasser gewaschen und das Filtrat mit der Hauptlösung des Kupferoxyduls vereinigt. Die Einwirkung des Permanganats auf das Filtrirpapier kann vernachlässigt werden, und ist der ganze Process innerhalb $\frac{1}{2}$ Stunde zu vollenden.

Das Verfahren kann natürlich bei allen Zuckersubstanzen ausgeführt werden, welche das Kupferoxydul in einer solchen Form niederschlagen, dass es bis zur vollständigen

Entfernung der organischen Substanzen ausgewaschen werden kann.

In der Discussion wird die Verwendung eines Asbestfilters statt des Papierfilters und des Wasserstoffsuperoxyds an Stelle der Oxalsäure, welches erstere kalt zu gebrauchen und leicht durch Auflösen von Natriumsuperoxyd in verdünnter Schwefelsäure herzustellen ist, empfohlen. *Th.*

Titrimetrisches Verfahren zur Bestimmung des Traubenzuckers, des Milchzuckers sowie auch anderer, durch Fehling'sche Lösung reducirbarer Körper. E. Riegler (Z. anal. 1898, 22) stellt in einem gemessenen Volumen Fehling'scher Lösung den Gehalt an Kupfer auf jodometrischem Wege nach der von de Haën angegebenen Methode fest und wiederholt diese Bestimmung in einem gleichen Volum Fehling'scher Lösung nach erfolgter Reduction des Kupfers durch die betreffende Probe. Die Differenz beider Zahlen gibt die dem reducirten Zucker entsprechende Kupfermenge an, aus welcher in Tabellen der Gehalt an jenem selbst zu ersehen ist. 10 cc Kupferlösung (34,64 g kryst. Kupfersulfat auf 500 cc Wasser), 10 cc Seignettesalzlösung (173 g Seignettesalz und 50 g Natron auf 50 cc Wasser), 100 cc Wasser und 2 cc reine, conc. Schwefelsäure werden in einem Kolben gut durcheinandergeschüttelt, nach dem Erkalten mit 10 cc einer 10 proc. Jodkaliumlösung, nach 10 Minuten mit Stärkelösung versetzt und mit $\frac{1}{10}$ -Normalthiosulfatlösung, von welcher 1 cc: 0,00635 g Kupfer angibt, bis zum (5 Minuten langen) Verschwinden der blauen Färbung titrirt. — Bei der Analyse von Traubenzucker erhitzt man 10 cc obiger Kupferlösung, 10 cc Seignettesalzlösung und 30 cc Wasser bis zum Sieden, pipettirt in die kochende Lösung 10 cc einer höchstens 1 proc. Zuckerlösung, setzt das Sieden noch einige Secunden fort, lässt den Niederschlag sich etwas absetzen, filtrirt ihn durch ein kleines, aus dichtem Filtrirpapier bestehendes Filter und wäscht dieses mit etwa 80 cc Wasser aus. Das mit 2 cc conc. Schwefelsäure angesäuerte Filtrat wird darauf nach dem Erkalten mit 10 cc obiger Jodkaliumlösung versetzt und mit Natriumthiosulfat titrirt.

Der Bestimmung von Milchzucker in der Milch muss eine Abscheidung der Eiweissstoffe mittels Asaprolreagenz (15 g Asaprol, 15 g krystallisirte Citronensäure auf 500 cc Wasser) vorausgehen: 15 cc dieser Flüssigkeit werden in einem 100 cc fassenden Maassgefäss mit 10 cc Milch vermischt, zur Marke aufgefüllt und nach gutem Durchschütteln

auf 60° erwärmt. 20 cc des Filtrats behandelt man sodann in der beim Traubenzucker beschriebenen Weise, indem man jedoch die Erhitzungsdauer auf 6 Minuten ausdehnt. Der auf dem Filter getrocknete Niederschlag ist selbstverständlich noch zur Fett- und Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl zu verwerthen.

Kalksalze in der Zuckerfabrikation. Nach L. Jesser (Österr. Zucker. 1898, 30) ist die Alkalität des Dünnsaftes bedingt durch die Qualität der Rübe und der Arbeitsweise auf den einzelnen Stationen. Je nach den Arbeitsbedingungen wird die Alkalität sich ziemlich stark ändern, so dass wir nicht in der Lage sind, bestimmte Dünnsaftalkalitäten als Norm aufzustellen. Es gelingt zwar bei der III. Saturation, bestimmte Alkalitäten einzuhalten; in diesen Fällen darf jedoch die Saturation nicht im siedenden Saft ausgeführt werden, da sonst die Verkalkung der Säfte die Folge ist. Man stelle sich hier auf den Standpunkt, dass der Zweck der letzten Saturation die möglichste Ausfällung des Kalkes ist. Die beste Controle ist somit die Bestimmung des Kalkgehaltes der saturirten Säfte neben deren Alkalität. Erfahrungsgemäss gelingt es, durchschnittlich einen Kalkgehalt von 0,002 bis 0,003 Th. Calciumoxyd in 100 cc Saft zu erreichen, obwohl man bis 0,0005 herabkommen kann. Überschreitet man diese oberen Grenzen, so ist es bereits nöthig, Nachschau zu halten. Obwohl die Kalkbestimmung die Basis der Controle der letzten Saturation ist, soll man die Alkalitäten der aufgekochten Säfte regelmässig bestimmen, und zwar sind die Proben auch nach der Dünnsaftfiltration zu nehmen, um darüber Sicherheit zu haben, dass nicht in Folge undichter Ablassventile nicht fertig saturirte Säfte in die Filter kommen.

Veränderungen des Zuckers beim Lagern. Nach Versuchen von L. Jesser (Österr. Zucker. 1898, 35) ist nicht die chemische Zusammensetzung des Nichtzuckers (wenigstens bei normal hergestellten Producten) die Ursache der Veränderungen der Rohzucker beim Lagern, sondern die Lebensthätigkeit von Mikroorganismen bewirkt das Verderben dieses Productes. Der Verlauf dieser Veränderungen ist jedoch nicht gleichartig, sondern es zeigen Rohzucker aus verschiedenen Erzeugungsperioden ein verschiedenes Verhalten, welches somit nur durch die Thätigkeit specifischer Mikroorganismen hervorgerufen werden kann. Hohe Alkalität kann nicht als Schutzmittel gegen Veränderungen beim Lagern angesehen werden, da wenigstens

bei den beobachteten Fällen die Zersetzung auch in stark alkalischen Rohzuckern, wenn auch langsam, so doch gleichartig fortschreitet. Ein scheinbarer Zusammenhang der Bildung reducirender Stoffe mit der Höhe der Alkalität besteht nur insofern, als gewöhnlich bei Erreichung der Neutralität die gebildeten reducirenden Stoffe in solchen Mengen auftreten, dass ihre Bestimmung mit den üblichen Methoden möglich ist. Dass dann die Zersetzung des Rohzuckers immer rascher und rascher fortschreitet, ist selbstverständlich, da man es mit einer fortwährenden Vermehrung der Zersetzungserreger zu thun hat.

Sieht man von einer mikroskopischen Untersuchung des Zuckers ab, so gibt es kein mittels chemischer Analyse ermittelbares sicheres Kennzeichen der Lagerfähigkeit eines Productes, wenn dessen Zersetzung sich in den Anfangsstadien befindet, und es kann hier nur ein directer Lagerungsversuch Aufschluss geben. Stark alkalische Zucker halten sich im Allgemeinen länger als schwach alkalische oder neutrale, da es im ersteren Falle wahrscheinlich ist, dass sich die Zersetzung im Anfangsstadium befindet, während dieselbe bei schwach alkalischen Producten bereits weit fortgeschritten sein kann und daher in diesen Fällen rascher verläuft. Doch können auch schwach alkalische Producte eine grosse Widerstandsfähigkeit besitzen, namentlich wenn sie unter Anwendung von schwefliger Säure hergestellt worden sind. Ein weiteres Kennzeichen abnormaler Zusammensetzung ist das Auftreten reducirender Stoffe, und die Forderung, dass Rohzucker frei davon sein müssen, hat wohl darin seinen Grund, dass bei Rübenrohazuckern das Auftreten derselben meist mit weit fortgeschrittenen bakteriologischen Processen im Zusammenhang steht.

Reinigung der Rübensäfte mit Ozon. Nach A. Verley (Österr. Pat. v. 31. Aug. 1897, No. 47/5128) wird zu dem Rübensaft Kalk zugesetzt, und zwar im Verhältniss von 4 Th. Kalk auf 96 Th. Saft. Der mit Kalk versetzte Saft wird dann mit Kohlensäure behandelt, und zwar so, dass eine Alkalinität von ungefähr 1,5 g Kalk für 1 l bleibt. Der Saft wird dann in einer Filterpresse von dem kohlensauren Kalk geschieden und dann der Wirkung eines Stromes von Ozon oder ozonisirter Luft ausgesetzt. Hierdurch werden die ammoniakalischen Stoffe oxydirt, die Albuminoide ausgefällt und die färbenden Stoffe zerstört. Hierauf wird ein Strom schwefliger Säure durch die Masse geschickt, um das Alkali vollständig zu neutralisiren, und dann wird die Masse filtrirt.

Entzuckern von Melasse durch Baryumhydroxysulfid unter Wiedergewinnung der Nebenproducte. H. R. Langen (D.R.P. No. 96 494) macht in Ergänzung seines Barytverfahrens (Fischer's Jahrb. 1897, 837) folgende Angaben über die Gewinnung der Schwefligsäure und Kohlensäure.

Die aus dem Schwefelofen entweichenden Schwefligsäuregase werden zunächst von Wasser absorbiert. Man kann nun die Lösung der schwefligen Säure der Wirkung eines luftverdünnten Raumes aussetzen. Durch die Thätigkeit der Luftpumpe wird die im Wasser gelöste schweflige Säure in fast reinem Zustande demselben entzogen. Die Wirkung der Luftpumpe kann durch Anwärmung unterstützt werden. Die schweflige Säure wird in Gefässe geleitet, welche in Wasser suspendirtes Baryumcarbonat enthalten. Es entwickelt sich durch die Einwirkung der schwefligen Säure auf das Baryumcarbonat Kohlensäure, welche vorthellhaft unmittelbar zur Austreibung des Schwefelwasserstoffs aus bei der Entzuckerung von Melasse mittels Baryumhydroxysulfid abfallender Schlempealauge, die Baryumhydroxysulfid enthält, wie auch zur Zerlegung des Baryumsaccharates benutzt werden kann.

Anstatt aus der bis zu einem gewissen Grade gesättigten Schwefligsäurelösung die schweflige Säure durch Evacuiren zu entfernen und die schweflige Säure in Gasform zu verwenden, kann man auch die erhaltene Lösung von schwefliger Säure direct auf das in Wasser suspendirte Baryumcarbonat einwirken lassen. Auch hier gelingt die Entfernung der Luft und die Gewinnung ziemlich reiner Kohlensäure, wenn man die gleichen Vorkehrungen zur Ausführung der Reaction trifft, wie es für die Ausführung des ersten Verfahrens nothwendig ist.

Im Thurm M (Fig. 109) wird die Sättigung des Wassers mit der aus dem Schwefelofen durch das Rohr a eintretenden schwefligen Säure erreicht. Die von dem Wasser nicht zu absorbirenden Gase werden durch das an der Spitze des Thurmes befindliche Rohr b abgesaugt. Das Wasser wird von oben nach unten geführt, so dass die eingeführte schweflige Säure ihm entgegentritt. Auf dem Wege vom oberen Theile des Thurmes bis zu dem unteren sättigt sich das Wasser bis zu einem gewissen Grade mit schwefliger Säure und gelangt durch das Rohr c in den Apparat N. Das Gefäss N ist oben geschlossen und steht durch ein Rohr f, welches im Deckel des Gefässes N angebracht ist, mit dem

Thurme *M* in Verbindung, wodurch erreicht wird, dass das Gefäß *N* unter Atmosphärendruck steht. Die Höhe des Gefäßes *N* ist derartig gewählt, dass in demselben die Rohröffnung des aus *N* nach *P* führenden Rohres sich ungefähr 12 m unterhalb des oberen Randes des Gefäßes *N* befindet. Würde das Rohr *d* z. B. weniger als 8 m lang sein, so würde, wenn durch einen Zufall alles Wasser aus *N* nach *P* gesaugt wird, durch *d* Luft angesaugt werden. Da aber das Rohr *d* 12 m lang ist, kann selbst bei höchster Luftleere keine Luft durch *d* angesaugt werden, da die Pumpe aufhört, Wasser aus *N* zu saugen, sobald der Wasserspiegel in *N* zu tief gesunken ist, dass die

saugt wird. Das Gefäß *P* trägt in seinem oberen Theile ein Rohr *g*, das mit der Saugleitung der Saugpumpe verbunden ist. In die Saugleitung sind die mit Baryumcarbonat beschickten Kessel *S* und *S*₁, die in Fig. 110 dargestellt sind, eingeschaltet.

Das mit schwefliger Säure bis zu einem gewissen Grade gesättigte Wasser gelangt continuirlich in das Gefäß *N*. Nun wird der Apparat *P* der Wirkung einer Luftpumpe, die sich an *g* bez. an die mit diesem Rohre verbundenen Gefäße *S* und *S*₁ schliesst, ausgesetzt. Hierdurch wird bewirkt, dass aus *N* das mit schwefliger Säure gesättigte Wasser durch das Rohr *d* nach *P* gelangt. Durch das in *P* hergestellte Vacuum wird

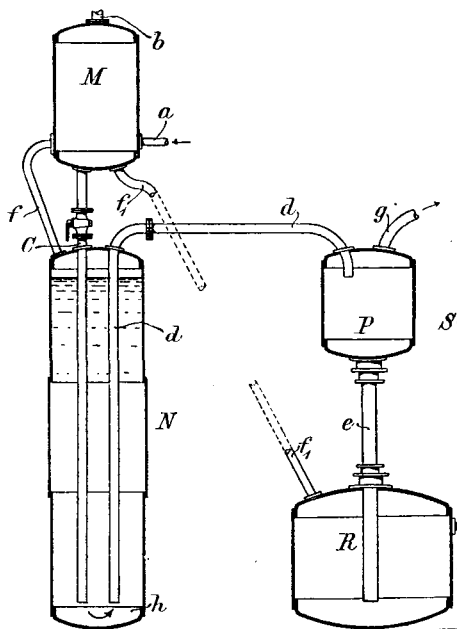


Fig. 109.

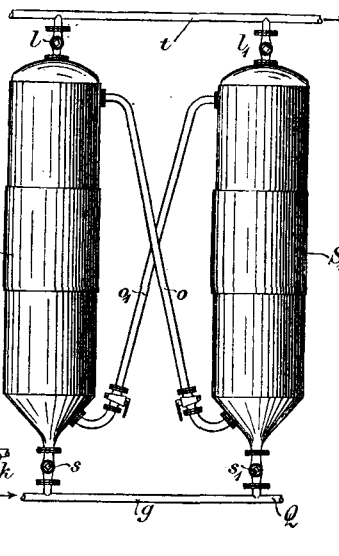


Fig. 110.

Differenz zwischen dem Auslauf von *d* in *P* und der Rohröffnung von *d* in *N* etwa 8 m beträgt. Das Rohr *c* reicht bis fast zum Boden des Gefäßes. Mit dem Gefäß *N* ist durch das Rohr *d* ein zweites Gefäß *P* verbunden. Am Boden dieses Gefäßes befindet sich ein Rohr *e*, das in einen beliebigen Kasten *R* taucht, der oben geschlossen ist und durch ein Rohr *f*₁ (das in der Zeichnung nur angedeutet ist) mit dem Thurme *M* verbunden ist und daher unter Atmosphärendruck steht. Das Verbindungsrohr *d* zwischen *N* und *P* reicht in *P* nicht hinein. Die Aufstellung von *P* ist derartig gewählt, dass die Entfernung zwischen der unteren Rohröffnung von *e* und der Mündung von *d* ebenfalls etwa 12 m beträgt. Hierdurch wird, wie bei Rohr *d* bereits beschrieben, ebenfalls verhindert, dass durch *e* Luft nach *P* ge-

die schweflige Säure dem Wasser entzogen. Je nach der Höhe des Vacuums wird sich der Flüssigkeitsspiegel in *e* einstellen. Durch das zufließende entgaste Wasser wird der Flüssigkeitsspiegel nicht beeinflusst. Da das Gefäß *R* unter gewöhnlichem Atmosphärendruck steht, wird das zukommende Wasser im Gefäß *R* bis zu dem Überlaufrohr *k* steigen. Von hier gelangt das von der schwefligen Säure befreite Wasser nach einer Wasserpumpe, die es wieder auf den Absorptionsturm *M* bringt. Je nach der Leistung dieser Wasserpumpe wird auf diese Weise das Wasser schneller oder langsamer durch den Apparat circuliren. Auf dem Wege durch den Apparat nimmt das Wasser in *M* schweflige Säure auf und gibt diese in *P* wieder ab. Das Gefäß *R* ist mit so viel Wasser gefüllt, dass sich der Kessel *P*

und das zu demselben führende Rohr *e* ganz mit Wasser füllen kann, während die untere Rohrmündung von *e* noch unter Wasser steht.

Die in dem beschriebenen Apparate erhaltene schweflige Säure gelangt durch das Rohr *g* in die Gefässe (Fig. 110), die mit Baryumcarbonat beschickt sind. Die schweflige Säure tritt durch das Rohr *g* am Boden des Gefässes *S* ein und wirkt auf das in Wasser suspendierte Baryumcarbonat. Hierdurch wird Kohlensäure entwickelt, die vermittels des Übersteigrohres *o* noch das ebenfalls mit Baryumcarbonat gefüllte Gefäss *S*₁ durchstreicht und durch den Hahn *l*₁ in das Rohr *t* und von hier zur Pumpe gelangt. Sobald der sehr charakteristische Geruch von schwefliger Säure in der aus dem Gefäss *S* nach dem Gefäss *S*₁ übertretenden Kohlensäure bemerkbar wird, wird der Zutritt von *g* zu *S* abgesperrt und die Verbindung von *g* mit dem Gefäss *S*₁ hergestellt. Das Gefäss *S* wird entleert und frisch gefüllt. Die aus *S*₁ entwickelte Kohlensäure streicht nun, durch das Rohr *o*₁ gehend, zunächst durch das in *S* frisch eingefüllte Baryumcarbonat, ehe die Kohlensäure zur Pumpe gelangt. Hierdurch wird bewirkt, dass, wenn die Erschöpfung des Baryumcarbonats in dem ersten Gefässe *S* oder *S*₁ nicht rechtzeitig bemerkt wurde, keine schweflige Säure nach der Pumpe gelangt, sondern in den vorgelegten, mit frischem Baryumcarbonat gefüllten Gefässen ebenfalls unter Entwicklung von Kohlensäure absorbiert wird.

Faserstoffe, Färberei.

Herstellung von Filtrirpapier. Nach S. Wolf (D.R.P. No. 95 961) werden Holzzellstoff oder andere Pflanzenfaserstoffe in einen Brei verwandelt. Dieser Brei wird gleichmässig auf ein Sieb ausgebreitet und, ohne abgepresst zu werden, im Vacuum oder bei gewöhnlichem Luftdruck getrocknet. Wenn man Löschpapier, Filterpapier oder Filtercarton herstellen will, so wird der getrocknete Faserfilz einem starken Druck ausgesetzt bez. stark calandriert. Will man weichen Faserfilz herstellen, so wird der getrocknete Faserfilz schwächer zusammengepresst bez. calandriert. Das Auflockern von zu trocknenden Faserstoffen erfolgt dadurch, dass man das Trocknen im Vacuum bei erhöhter Temperatur vornimmt.

Zum Chloriren von Wolle lässt man nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 95 719) auf die

lufttrockene oder feuchte Wolle, welche sich in einem mit Bleiblech ausgeschlagenen Behälter befindet, Chlorgas in einer solchen Menge, dass auf 1 k Wolle 5 bis 25 l Chlorgas entfallen, etwa $\frac{1}{2}$ Stunde lang einwirken. Hierdurch erhält die Wolle dieselben Eigenschaften wie bisher durch Behandeln mit angesäuerten Chlorkalklösungen, nämlich erhöhte Aufnahmefähigkeit für Farbstoffe aller Art, Erhöhung der Transparenz der Faser, des Glanzes und Griffes, das Vermögen, durch Nachbehandlung mit Seifenlösungen und Säuren seidenartiges Aussehen und krachenden Griff zu erhalten, den Verlust der Walk- und Filzfähigkeit, ohne jedoch, wie bei dem üblichen Verfahren, einen gelben Farbton anzunehmen. Im Gegensatz zu dem neuen Verfahren wird die Wolle beim Behandeln mit Chlorgas im Überschusse nach den Beobachtungen von Knecht und Milner (J. Chemical 1892, 131) in eine weissliche leimartige Substanz umgewandelt und so zerstört.

Degumiren und Waschen mittels Phenolen, Aminen und Kohlenwasserstoffen der aromatischen Reihe. Die Neue Augsburger Kattunfabrik (D.R.P. No. 95 692) hat gefunden, dass die Seife beim Waschen von bedruckten Geweben sich vortheilhaft durch eine Lösung einer geringen Menge Phenol (Carbolsäure) oder Kresol, 1 k in 40 hl Wasser, ersetzen lässt, wobei selbst bei Geweben, welche auf vergilbte Fettbeize gedruckt werden, ein tadelloses Weiss des Grundes erzielt wird. 1 k rohe Carbolsäure ersetzt 16 k Seife. Statt Carbolsäure ist auch Anilin geeignet. Zuweilen wird den Phenolbädern Seife zugesetzt; auch kann man das Phenol, Amin oder den Kohlenwasserstoff der aromatischen Reihe den zur Präparation der Gespinnste oder Gewebe dienenden Fettbeizen zusetzen.

Um Geweben das Aussehen eines durchwirkten Stoffes zu verleihen, schlägt man nach Scheurer, Lauth & Cp. (D.R.P. No. 95 900) auf dem Gewebe durch Bedrucken weisse wolframsaure oder molybdänsaure Salze, besonders Barytsalze, nieder.

Zur Befestigung substantiver Azofarbstoffe im Zeugdruck wird nach V. Gernhardt (D.R.P. No. 95 826) Leim durch Thonerdeverbindungen, wie Natriumaluminat, erst beim Trocknen und Dämpfen unlöslich. Dieser Umstand gestattet die Anwendung des Leimes zu Druckfarben in der Weise, dass man Leimlösung mit Natriumaluminat und substantiven Azofarb-

stoffen sowie Zusätzen, wie Traganth-Lösung und Türkischrothöl, zu einer Druckfarbe mischt. Der Druck mit derselben soll wasch- und seifenecht sein.

Verfahren zum Weiss- und Bunt-ätzen von Nitranilinroth und anderen unlöslichen Azofarbstoffen der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 95 827) besteht darin, dass man Ätzfärben, welche Lösungsmittel für den zu ätzenden unlöslichen Azofarbstoff und Zinnoxidulsalze als Reductionsmittel enthalten, aufdruckt und die Ätze in üblicher Weise durch Dämpfen zur Wirkung bringt. Als Lösungsmittel dienen: Glyceride flüchtiger und nicht flüchtiger Säuren, z. B. Acetine, Chlorhydrine, Tartrine, Tartracetine, schwer flüchtige Alkohole (z. B. Amylalkohol, Glycerin), organische Säuren, z. B. Lävulinsäure, Diäthylweinsäure, und Ester organischer Säuren, z. B. Lävulinsäure-ester, Citronensäure-Triäthylester.

Herstellung echter Gerbstoff-Antimon-Lacke basischer Polyazofarbstoffe und Safraninazofarbstoffe auf der vegetabilischen Faser. Nach Angabe derselben Farbwerke (D.R.P. No. 95 718) lassen sich solche basische Polyazofarbstoffe, welche als eine Componente eine aromatische Ammoniumbasis, Amidobenzylamin oder dessen Derivate enthalten, auf der vegetabilischen Faser dadurch echt ausfärben, dass man sie zuerst in einem Bade, welches das Aufziehen begünstigende Salze, wie Kochsalz oder Glaubersalz, und gleichzeitig Antimonsalze enthält, auffärbt und hierauf die angefärbte Faser in demselben Bade mit Gerbstoffen nachbehandelt, oder aber die mit den Farbstoffen angefärbte Faser in denselben oder in getrennten Bädern mit Gerbstoffen und Antimonsalzen nachbehandelt. Wie die basischen Polyazofarbstoffe verhalten sich solche basischen Monoazofarbstoffe, welche sich von Diazosafraninen ableiten. Als Beispiele werden angeführt: 1. ein Roth mit Hilfe des Farbstoffs aus diazotirtem m-Amidotrimethylphenylammonium, m-Toluidin und β -Naphtol, 2. ein Dunkelblau mittels des Farbstoffes aus Diazosafranin und β -Naphtol und m-Toluylen-diamin, und 3. ein Grün mittels des Farbstoffes aus Diazodiäthylsafranin und Dimethylanilin und des Disazofarbstoffes aus m-Amidotrimethylphenylammonium, o-Chlor-m-toluidin und Äthylphenylpyrazolon.

Herstellung alkali-, walk- und lichtechter Farbstoffe auf Wolle.

Nach Angabe derselben Farbwerke (D.R.P. No. 95 942) werden nach Pat. 92 361 braune Färbungen durch Oxydation von Azofarbstoffen aus diazotirten 1.8-Amidonaphtol-sulfosäuren und α -Naphtylamin hergestellt.

Ähnliche Färbungen erhält man durch die in ihrer Constitution ähnlichen Azofarbstoffe, welche durch Kuppelung von α -Naphtylamin mit der Diazoverbindung von solchen Amidophenol- und Amidokresolsulfosäuren entstehen, deren Oxy- und Amidogruppe benachbart sind, z. B. 2-Amido-1-Phenol-4-Sulfosäure oder 3-Amido-2-Kresol-5-Sulfosäure; nur eignen sich diese Farbstoffe wegen eines besseren Egalisierungsvermögens auch zur Herstellung sehr heller brauner Färbungen.

Zur Nachahmung im Garn gefärbter bunter Gewebe mittels auf der Faser entwickelter Azofarben behandelt man nach P. Dosne (D.R.P. No. 96 017) die Kette für ein Gewebe mit einer der Componenten, welche zur Bildung eines unlöslichen Azofarbstoffes nothwendig sind, und bringt die andere Componente nach dem Verweben der Kette durch Ausfärben oder Aufdrucken auf. Man präparirt z. B. die Kette mit β -Naphtolnatrium und entwickelt nach dem Verweben das Farbmuster durch Diazo-paranitranilin in rother Farbe, worauf man den Schuss z. B. durch Chrysophenin in gelber Farbe ausfärben kann.

Zum Beizen von Wolle empfiehlt G. Eberle (D.R.P. No. 95 986) Borylschwefelsäure, welche durch Einwirkung von Schwefelsäure oder sauren Sulfaten auf Borsäure oder ihre Salze hergestellt wird. Die Säure wirkt beim Beizen und Färben der Wolle ähnlich wie Weinsäure; dies tritt besonders beim Ansieden der Wolle mit Bichromat oder Aluminiumsulfat und Borylschwefelsäure oder ihrem Natronsalz hervor. Als Farbstoffe werden u. A. genannt: Anthracenbraun, Alizarinorange, Beizengelb, Anthracenblau, Gelbholzextract.

Darstellung von Farbstofflösungen zur Bereitung von Zeugdruckfarben aus neutralen und basischen Theerfarbstoffen und Milchsäure. Nach Boehringer Sohn (D.R.P. No. 95 828) lassen sich mit Hilfe der Milchsäure concentrirte Lösungen von neutralen oder basischen Farbstoffen aus den Gruppen der Azofarbstoffe, Triphenylmethanfarbstoffe, Diphenylnaphtylmethanfarbstoffe, Thiazine und Azine herstellen. Man löst z. B. 20 g Indulin in 80 g Milchsäure von 50 Proc. bei 80 bis 90°. Von anderen Farb-

stoffen werden genannt: Methylviolett, Victorablau, Methylenblau, Safranin, Indulinscharlach und Indoïnbau. Die mit Milchsäure hergestellten Farbstofflösungen werden mit Traganth-Stärke-Verdickung, Tannin und Essigsäure zu Druckfarben gemischt.

Das Mercerisiren der pflanzlichen Faser. Nach ausführlicher Darlegung der bekannten Grundlagen, auf welchen dieser, von J. Mercer 1844 eingeführte Process beruht, und der ursprünglichen Methode, mit deren Hilfe dieser vollzogen wurde, sowie der physikalischen und chemischen Eigenschaften der mercerisirten Baumwolle berührt Ch. Gassmann (Mon. sc. 1898, 111) kurz den Rückgang, welchen diese Industrie sodann erfuhr, sowie den neuen Aufschwung, welchen sie mit der Entdeckung Depouilly's nahm, welchem es gelang, durch Mercerisiren von Baumwolle, welche an einzelnen Stellen mit concentrirter Lauge bedruckt oder an den entsprechenden anderen vor der Einwirkung jener durch Gelatine geschützt wurde, Reliefmuster — *crépons* genannt — herzustellen. In den letzten Jahren sind, um diese zu gewinnen, auch Versuche, welche als Ausgangsmaterial Wolle, Halbwolle, aus Halbwolle und Halbseide bestehende Gewebe, Seide benutzten, angestellt worden, und erhielt hinsichtlich der letzteren Depouilly, welcher sich vornehmlich mit diesem Gegenstand beschäftigte, die beabsichtigten Resultate bei Anwendung nachstehender Säuren und Versuchsbedingungen:

Säure	Dichte ders.	Temp., auf welche die Seide zu erhitzen ist	Einwirkungs-dauer der Säuren
Schwefelsäure	1,375 bis 1,4	15 bis 37°	5 bis 15 Min.
Salpetersäure	1,27 1,33	5 45°	0,5 15 "
Salzsäure	1,13 1,145	5 35°	1 15 "
Orthophosphorsäure	1,45 1,5	25 45°	2 15 "

So vortheilhaft nun auch dieses Zusammenschrumpfen der mercerisirten Faser sich für Gewebe, welchen ein „gepresstes“ Aussehen ertheilt werden sollte, herausstellte, so ungeeignet erwies es sich, sobald es sich darum handelte, ein Muster mit ebener und glatter Oberfläche zu erlangen und dennoch die grosse Affinität, welche die Farbstoffe zur krausen Faser besitzen, für die Gewinnung farbiger Gewebe auszunutzen. Diesem Übelstande suchten diejenigen Verfahren abzu-helfen, welche das Mercerisiren der Baumwolle im ausgespannten Zustande derselben vornahmen und unter welchen das von Thomas und Prevost angegebene zunächst zu nennen ist. Weiterhin verdient ein Patent der Société anonyme d'industrie textile vorm. Dollfus-Mieg und Co. Beachtung,

welches darauf hinausgeht, den durch das Mercerisiren verkürzten Baumwollfäden ihre ursprüngliche Länge wiederzugeben und diesen Zweck durch ein auf dem alten Wege ausgeführtes Mercerisiren, darauf folgendes Befeuhten mittels Wassers oder Dampfes oder leicht flüchtiger Verbindungen, wie Äther, Alkohol u. a. m. und Trocknen der ausgespannten Baumwolle erreicht.

Was das Verhalten der mercerisirten Gewebe gegen Farbstoffe anbetrifft, so erzeugt der Färbeprocess auf diesen bessere Resultate als auf gewöhnlichen und zwar die günstigsten, sobald als das Mercerisiren nach dem alten Verfahren vollzogen wird. Dieses Princip verfolgen z. B. die Farbenfabriken vorm. Friedrich Bayer in Hinsicht auf das Ausfärben mit Vidal's Schwarz und ähnlichen, in diese Klasse gehörigen färbenden Substanzen. — Weiterhin hat sich herausgestellt, dass die mercerisirte Faser eine bedeutende Affinität zu gewissen Verbindungen mit basischem oder phenolartigem Charakter, z. B. zum β -Naphthol, besitzt, welche Eigenschaft die Clayton Aniline Cy. für die Färbung mit dem Roth des Paranitranilins benutzt, indem sie die Baumwolle zunächst mercerisirt, wäscht, sodann in einem β -Naphthol und das betreffende Roth enthaltenden Bade behandelt und den Process durch Diazotiren beendigt. Das Thomas-Prevost'sche Verfahren wird in dieser Beziehung beinahe ausschliesslich zur Erzeugung heller Muster auf dunklem Grunde (oder umgekehrt) mit Hilfe einer und derselben Farbe angewendet, welchen Zweck auch das Patent P. Dosne's verfolgt, welcher Gewebe vom Eindruck moirirten Zeuges herstellt.

Abgesehen von den im Vorstehenden erwähnten, mit chemischen Mitteln arbeitenden Methoden des Mercerisirens, welche nur allein in der Praxis allgemein Verwendung finden, bestehen noch andere, auf demselben Princip beruhende Verfahren, welche dieselbe Wirkung erzielen und zu welchen das Mercerisiren der Baumwolle mittels Säuren und das Glasiren jener zu rechnen ist. Der Zahl der sich mit letzterem Vorgang beschäftigenden Processe seien folgende entnommen. Jacob imprägnirte das zunächst mit einer alkoholischen Lösung von β -naphtholdisulfosaurem Natron behandelte Gewebe mit Collodium mit Hilfe eines äusserst complicirt gebauten Apparates; Boursier verwendete 1897 eine gelatinöse Mischung von Cellulosenitrat, Heberlein Collodium, während schliesslich Ungnad alkalische Seidelösungen zum vorliegenden Zweck dienstbar zu machen suchte.

Schliesslich sei noch hervorgehoben, dass es in letzter Zeit der „Société anonyme

de blanchiment, teinture et impressions“ gelungen ist, das Mercerisiren mittels einer alkohol-ätherischen Lösung von kaustischem Natron durchzuführen.

Verfasser wendet sich sodann dem Brillantiren (Mercerisiren) der Wolle zu, welches denselben Zweck, wie das Mercerisiren der Baumwolle, im Auge hat. Unter den hierhin gehörenden Methoden, welche im Wesentlichen auf die Einwirkung eines in Lösung befindlichen Halogens auf die Wolle hinauslaufen, ist von grossem praktischen Werthe die von Clad und Co. (Langensalza) angegebene, welche das Gewebe im Gegensatz zu den meisten anderen nicht färbt und darin besteht, dasselbe mit schwach salzsaurer Lösung, darauf während 25 Minuten mit Natriumhypochlorit (0,5° B.) und endlich wiederum in einem sauren Bade zu behandeln. Die hierbei erhaltene gelbe Färbung lässt sich der Wolle durch Anwendung eines aus Zinnchlorür, 30 proc. Salzsäure und Wasser zusammengesetzten und auf 40 bis 50° erwärmten Reductionsbades entfernen, worauf die Operation durch eine dritte „saure Waschung“ beendet wird. Ein anderes, von Köthe eingeführtes Verfahren, welches ohne Weiteres eine weisse Wolle als Resultat liefert, arbeitet $\frac{1}{2}$ Stunde lang mit einer 5 bis 7,5 proc., wässrigen Bromlösung bei 30 bis 35°, welche sodann durch ein alkalisches und endlich durch ein saures Bad ersetzt wird.

Ein diesbezügliches Patent ist in letzter Zeit ebenfalls von den Farbwerken Meister Lucius & Brüning genommen worden (vgl. S. 375.) Die Abhandlung schliesst mit der Beschreibung der physikalischen, also einen rein mechanischen Charakter tragenden, zum Mercerisiren der spinnbaren Gewebe dienenden Verfahren; nach ihnen unterwirft man jene in einem Kaland der Einwirkung zweier horizontaler und aneinander gepresster Walzen, von denen die eine aus Stahl, die andere aus Papier besteht. Da die Temperatur und der Druck, unter welchen die Behandlung vorgenommen wird, auf das Endproduct Einfluss besitzt, indem sich bei Erhöhung beider Factoren der Glanz des Gewebes vermehrt, so hat man es in der Hand, Muster verschiedenen Aussehens hervorzubringen, und wird der höchste Grad der erreichten Wirkung mit dem Namen „glacage“ bezeichnet. Sehr vollkommene, aber viel Kosten verursachende Resultate erzielt man durch Anwendung von Walzen, welchen auf galvanoplastischem Wege das Gepräge eines seidenatlasartigen Gewebes verliehen ist, und ist auch eine von Mommer und Co. erfundene Modification dieses Verfahrens patentirt worden, welche eine gereifelte

Walze (5 bis 20 Rinnen pro mm) verwendet und die Gewebe bei einem Druck von 30 bis 50 Atm. zwischen den erhitzten Walzen verarbeitet.

Leider vermögen jedoch alle — physikalische wie chemische — Methoden des Mercerisirens den Geweben nicht das wahre Aussehen der echten Seide zu ertheilen. 77.

Regenerirung der Alkalien aus den Ablaugen der Sulfit- und Sulfat-Zellstofffabrikation geschieht nach F. Müllner (D.R.P. No. 96 467) durch Behandeln derselben mit Thonerde oder thonerdehaltigen Stoffen (z. B. Bauxit) und Auslaugen der Alkalien als Alkalialuminate. Die Laugen aus den Kochern und den Stoffwaschapparaten werden eingedampft. In der Calcinirpfanne wird den eingedickten Ablaugen gepulverter Bauxit oder ein anderes thonerdehaltiges Material in solcher Menge zugesetzt, dass durch das Alkali der dicken Ablaugen alle Thonerde in Alkalialuminate umgewandelt wird. Zugleich setzt man der dicken Ablauge eine dem (durch Analyse festzustellenden) Schwefelgehalte entsprechende Menge von kohlen saurem Kalk (Kalkstein) oder Ätzkalk in etwa bohngrossen Stücken zu. Die aus den Calcinir- bez. Schmelzöfen gezogene Reaktionsmasse, welche das Alkali zum allergrössten Theil als Alkalialuminat enthält, wird mit Wasser ausgelaugt und die Lösung vom Rückstande entweder durch Absitzenlassen oder mit Hülfe einer Filterpresse getrennt. Der Rückstand wird ausgewaschen und die Waschwässer zum Auslaugen einer neuen Partie Reaktionsmasse verwendet. Die erhaltene klare Lösung, welche hauptsächlich Alkalialuminat enthält und deren Concentration entsprechend der Stärke der später zur Zellstofffabrikation dienenden Flüssigkeit gewählt werden muss, wird nun nach Art des Verfahrens der bezüglichen Cellulosefabrik in folgenden zwei Arten weiter behandelt:

Für Natron- bez. Sulfat-Zellstofffabriken wird in die Lösung des Aluminates Kohlensäure eingeleitet. Dadurch wird reines Thonerdehydrat ausgefällt und eine Lösung des kohlen sauren Alkalis erhalten. Die Lösung des kohlen sauren Alkalis wird in bekannter Weise durch Ätzkalk causticirt und die erhaltene Lauge zur Zellstofffabrikation verwendet. Das Thonerdehydrat wird durch eine Filterpresse von der Flüssigkeit getrennt, ausgewaschen und, wie später beschrieben, weiter behandelt. Die nöthige Kohlensäure wird zweckmässig einem Kalkofen entnommen, wobei der gleichzeitig gewonnene Ätzkalk zur Causticirung Verwendung findet.

Für Sulfit-Zellstofffabriken wird in die Lösung des Aluminates schweflige Säure geleitet, wobei reines Thonerdehydrat ausgefällt wird und eine Lösung von schwefligsaurem Alkali resultirt. Die erhaltenen Producte werden wie bei der vorstehenden Methode getrennt und die Lösung des schwefligsauren Alkalis zum Aufschliessen der Zellstoff-Rohmaterialien verwendet. Die schweflige Säure wird in bekannter Weise durch Verbrennen von Schwefel, Kiesen u. dgl. erhalten.

Das Thonerdehydrat, welches bei beiden Methoden nahezu chemisch rein ausfällt, kann entweder getrocknet und dann in der Aluminiumindustrie verwendet werden, oder aber es wird gleich feucht, wie es aus der Filterpresse kommt, in heisse Schwefelsäure von 60° B. eingetragen und in schwefelsaure Thonerde umgewandelt, welche in der Papierfabrikation bekannterweise zum Leimen massenhaft verwendet wird. Auch zur Herstellung von Aluminiumsalzen für Färbereizwecke kann es dienen.

Der in allen Zellstofffabriken im Laufe der Fabrikation naturnothwendig auftretende Verlust an Alkali wird bei beiden Methoden durch Zusatz von Sulfat (auch Bisulfat) in die Calcinirpfanne gedeckt. Diese Stoffe sind vor dem Eintragen des Bauxits in die dicke Lauge einzubringen und gut einzurühren. Selbstverständlich muss zur Bindung des Schwefels eine entsprechende Menge von Kalkstein mit eingetragen werden.

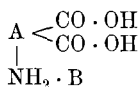
Der Färbungsprocess. Cam. Gillet (Bull. Assoc. 10, 296) bespricht den chemischen Charakter der Textilfaser und Farbstoffe. Während Wolle und Seide zu gleicher Zeit basische und saure Eigenschaften aufweisen, also diejenigen eines Glycocolls oder — besser gesagt — eines Asparaginderivates zeigen, zeigt die Baumwolle nur das Verhalten einer sehr schwachen Säure. Die Natur des in der Wolle vorhandenen activen Körpers aufzuklären, ist bis heute noch nicht gelungen, doch glaubt Verf. ihn — vom Standpunkt der Färbungsreactionen aus betrachtet — in die protoplasmatische Masse der Wolle verlegen zu können, und ist ferner nach ihm der basische Charakter der Wolle durch die Anwesenheit einer Amidogruppe in jener unbekannten Verbindung (sie sei in der Folge der Einfachheit halber mit X bezeichnet) bedingt, während ihr saurer in der Gegenwart mindestens zweier Carboxylgruppen (in X), von welchen die eine in der Combination — $\text{CO} \cdot \text{NH}_2$ vorhanden sein muss, da beim Kochen der Wolle mit Wasser oder Säure Ammoniak entweicht, seine Erklärung findet.

Hinsichtlich der färbenden Materien verlässt Gillet die alte Classificirung derselben und legt seiner neuen Eintheilung — nach seinem bereits oben erwähnten Standpunkt — die Existenz einer basischen oder sauren Function der Farbstoffe zu Grunde. — Unter die ersteren (also einen basischen Charakter besitzenden) zählen alle färbenden Substanzen, welche mit den sauren Gruppen von X mittels ihrer Imidgruppe zu reagiren vermögen, sei es nun, dass sie entweder ein rein basisches Verhalten (Abwesenheit jedes Säurerestes) oder ein theils saures, theils basisches (Anwesenheit saurer Gruppen) aufweisen. Zu ihnen sind alle Farbstoffe zu rechnen, welche sich vom Triphenylmethan, Diphenylmethan, Azin, Phenylacridin oder gewissen Azoverbindungen ableiten, z. B. die Fuchsine, Safranine, Benzoflavine und Chrysoidine, welche alle die Wolle mit der Farbe ihrer Salze färben, wie dies auch die meist ungefärbten Basen thun. Es tritt eine doppelte Umsetzung zwischen dem Färbesalze und dem chemisch wirksamen Agens der Wolle, X, bei dieser Färbungsreaction ein, infolge deren Säure frei wird, welche sich zum Theil mit dem aus der Zersetzung der — $\text{CO} \cdot \text{NH}_2$ -Gruppe herstammenden Ammoniak verbindet. Demnach muss z. B. beim Färben mit salzsaurem Rosanilin ein Salzsäure- und Chlorammonium, beim Färben mit schwefelsaurem Rosanilin ein Ammoniumsulfat enthaltendes Reactionsproduct resultiren.

Die Farbstoffgruppe, zu welcher die Verbindungen mit gemischtem — basischem und saurem — Charakter gehören, umfasst: 1. die nach der älteren Eintheilung als „direct Baumwolle färbenden“ und 2. diejenigen, früher als „saure“ bezeichneten Farbstoffe, welche mit den sauren Gruppen von X reagiren. — An dieser Stelle sind die färbenden Substanzen, welche eine von einem Hydroxyl-, Sulfo- oder Amidoreste begleitete Azogruppe enthalten oder die Sulfoderivate der rein basischen Farbstoffe darstellen, zu nennen, wie z. B. Reindiaminblau, Benzopurpurin 4 B, Festes Roth A, Festes Roth B, Saures Fuchsin; sie alle schliessen die reactionsfähige Imidgruppe ein, deren Basicität durch die gleichzeitige Anwesenheit von sauren Resten vermindert wird, indem deren Menge im umgekehrten Verhältniss zu der Schnelligkeit, mit welcher die Reaction zwischen Farbstoff und X vor sich geht, steht, für welche Thatsache der Verfasser durch Experimente den Beweis erbracht hat. — Dieser schliesst hier die Erklärung für den günstigen Einfluss, welcher die Anwesenheit von Säure bei fast allen Färbvorgängen hervorruft, an, welche darin zu suchen ist, dass durch jene der basische

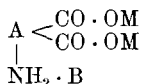
Theil von X unwirksam gemacht wird, wodurch sein saurer mehr in den Vordergrund zu treten vermag, und wendet sich schliesslich der Besprechung der sauren Farbstoffe zu, d. h. derjenigen, welche mit der basischen Gruppe von X in Reaction treten. Es sind hier:

1. die stark sauren, und 2. die schwach sauren Verbindungen zu unterscheiden. Unter 1. werden alle Farbstoffe gerechnet, welche mit Wolle direct die stabile Gruppencombination:



geben (es bezeichnet A das Agens der Wolle mit dem sauren Carboxyl- und dem basischen Amidoreste und B den Farbstoff), z. B. Picrinsäure, Eosine, welche Wolle direct ohne weiteres Hilfsmittel zu färben vermögen.

Zu 2. zählen die früher als „mit Beizen färbende“ bezeichneten Farbstoffe, als Alizarin, Gallein, welchen die stabile Gruppencombination:



in welcher M ein Metall darstellt, eigen ist.

Sie besitzen einen zu schwach sauren Charakter, als dass sie ohne Weiteres mit der basischen Gruppe von X Verbindungen eingehen könnten; jene muss erst durch Neutralisation der sauren, in X enthaltenen Gruppen in ihrer Wirksamkeit erhöht werden, was durch Behandlung der Wolle mit Salzen des Kupfers, Aluminiums, Eisens, Chroms u. s. w. geschieht, welche Reactionsproducte durch Wasser zersetzbar sind und in unlösliche, nicht weiter durch Wasser angreifbare Verbindungen übergehen.

77.

Verschiedenes.

Verband für die Materialprüfungen der Technik.

Die von Herrn Dr. Kayser, Vorsitzenden des Verbands selbständiger öffentlicher Chemiker, kürzlich zu den Protokollen der Commissionen 8 und 9 des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik¹⁾ gemachten Bemerkungen²⁾ sind in einigen wesentlichen Punkten ungenau bez. unvollständig, sie sind daher geeignet, ein unzutreffendes Bild von den thatsächlichen Vorgängen, z. B. von den Ursachen des Austritts von Dr. Treumann aus den genannten Commissionen, zu geben und bedürfen der folgenden Berichtigung:

Die von mir nach den Frankfurter Sitzungen der Commissionen angefertigten Protokollentwürfe sind denjenigen Herren, welche an jenen Sitzungen

theilgenommen hatten, also auch Herrn Dr. Treumann, ordnungsgemäss mit der Bitte um Zustimmung oder Einfügung der als erwünscht anzusehenden Ergänzungen bez. Änderungen zugesandt worden. Dieser Thatbestand ist von Dr. Kayser zugegeben; er beweist, dass auch ich — ganz im Einklang mit der Auffassung der Commissionsobmänner — vor der Veröffentlichung, bez. öffentlichen Anerkennung der internen Protokollentwürfe die Zustimmung aller persönlich an den Sitzungen beteiligten Herren herbeizuführen beabsichtigte.

Es war also Dr. Treumann unbenommen, Einwände gegen die Protokolle beim unterzeichneten Schriftführer vorzubringen, auch nachdem er sich mit dem Vorsitzenden des Verbandes öffentlicher Chemiker Dr. Kayser über die Angelegenheit auseinandergesetzt hatte.

Statt nun diesen naheliegenden Weg zu beschreiten, liess Dr. Treumann mir seine Bemerkungen zu den Protokollen durch Herrn Dr. Kayser zugehen. Letzterer befürwortete mir gegenüber die Berücksichtigung der Treumann'schen Bemerkungen unter gleichzeitiger Abgabe einer eindringlichen Belehrung über den Rechtsinn von Protokollen. Diese vorher auch von Dr. Treumann in genau gleichem Wortlaut an mich gesandte Belehrung war nach der oben gekennzeichneten Lage der Sache natürlich überflüssig und musste daher, so peinlich mir die aufgedrängte Situation war, entsprechend zurückgewiesen werden.

Herrn Dr. Kayser stand eine directe Einmischung in die Protokolle der Commissionen 8 und 9 um so weniger zu, als er persönlich weder Commissionsmitglied war, noch an jenen Sitzungen theilgenommen hatte. Nach alledem konnte ich ihm also keine andere Antwort als die von ihm ganz richtig mitgetheilte kurze Ablehnung seiner Einmischung zugehen zu lassen.

Da weiterhin sich Dr. Treumann vollständig mit der von Herrn Dr. Kayser eingenommenen Stellung identifizierte, konnte eine Einigung über die formelle Erledigung seiner Bemerkungen zu den Protokollen zunächst nicht stattfinden. Nach dem schliesslich angesichts dieser Sachlage erfolgten Austritt des Herrn Dr. Treumann aus den Commissionen 8 und 9 habe ich, um die Veröffentlichung nicht weiter aufzuhalten, die mir bekannt gewordenen sachlichen Ergänzungen Treumann's nach Prüfung ihrer Richtigkeit in die Protokolle eingefügt. Diejenigen Punkte, welche nach meiner Meinung nur als Privatkundgebungen des Dr. Treumann zu betrachten waren und der Sache selbst nicht förderlich sein konnten, habe ich als ungeeignet für die Protokollirung weggelassen. Mit den nach diesen Gesichtspunkten angefertigten und veröffentlichten Protokollen haben sich mit Ausnahme des Herrn Dr. Treumann alle übrigen Theilnehmer an jenen Sitzungen einverstanden erklärt. Ich freue mich feststellen zu können, dass auch Herr Dr. Kayser der jetzigen sachlichen Form der Protokolle im Wesentlichen zustimmt.

Charlottenburg, d. 4. April 1898.

D. Holde.

¹⁾ Ztschr. f. angew. Chem. 1898, S. 204.

²⁾ Ztschr. f. öffentl. Chem. vom 24. März 1898.

Internationaler Congress. Der III. internationale Congress für angewandte Chemie wird in der Zeit vom 28. Juli bis 2. August des Jahres 1898 in Wien abgehalten und sind für seine Dauer 5 Tage in Aussicht genommen.

Im Anschluss an die bereits S. 59, 106 und 140 gemachten Mittheilungen sei aus dem soeben versandten „Reglement“ für den Congress noch Folgendes angeführt:

5. Mitglied des Congresses kann Jeder werden, der auf irgend einem Gebiete der Chemie theoretisch oder praktisch thätig ist, ferner solche Personen und Corporationen, welche an einem Unternehmen theilhaft sind, in dessen Betriebe chemische Processe zur Anwendung kommen, und ebenso auch alle jene Personen und Körperschaften, welche an der Förderung der angewandten Chemie ein Interesse besitzen.

6. Jedes Mitglied hat einen Theilnehmerbeitrag von 10 fl. ö. W. an die Congresscassa zu entrichten, wofür ihm eine Mitgliedskarte ausgestellt wird, welche ihn zur Theilnahme an den allgemeinen Versammlungen sämtlicher Sectionssitzungen und allen sonstigen unentgeltlichen Congressveranstaltungen, sowie zum unentgeltlichen Bezuge der Congresspublicationen berechtigt.

Mitglieder, welche den Betrag von mindestens 100 fl. zu Gunsten des Congresses erlegen, werden als Förderer des III. internationalen Congresses für angewandte Chemie, Wien 1898, in den Congresspublicationen besonders namhaft gemacht.

7. Ein eventueller Überschuss der Congress-einnahmen über die Congressausgaben ist wohlthätigen Zwecken zuzuführen und entscheidet hierüber die zweite allgemeine Versammlung des Congresses.

8. Jedes Mitglied hat sich zu Beginn des Congresses in die Listen jener Sectionen, an deren Beratungen es theilnehmen will, einzutragen und gleichzeitig sein Domicil für die Dauer des Congresses anzugeben.

9. Jeder mit einer Mitgliedskarte versehene Theilnehmer des Congresses ist berechtigt, sich an den Debatten der Sectionsberatungen zu theilnehmen und hat das active und passive Wahlrecht bei allen Wahlen und Abstimmungen der allgemeinen Versammlungen und den Beratungen jener Sectionen, denen er als Mitglied angehört.

10. Als Congresssprachen gelten: Deutsch, Französisch und Englisch.

11. Die Verhandlungen des Congresses beginnen mit der ersten allgemeinen Versammlung. Dieselbe wird vom Präsidenten des Organisations-Comités eröffnet und deren Protokoll vom Bureau des Organisations-Comités geführt. Diese Versammlung wählt den Ehren-Präsidenten und die Ehren-Vicepräsidenten und ernennt den Präsidenten, die Vicepräsidenten, den Generalsecretär und die Schriftführer des Congresses.

12. Die zweite allgemeine Versammlung hat am Schlusse des Congresses stattzufinden. Dieselbe wird von dem Congress-Präsidenten eröffnet und geleitet. Das Protokoll wird von dem Generalsecretär und den Schriftführern des Congresses geführt. In derselben ist vom Generalsecretär über den Verlauf des Congresses zu berichten und hat die Versammlung den Ort und den Zeitpunkt für

den vierten internationalen Congress für angewandte Chemie zu bestimmen.

13. Die erste Sitzung jeder Fach-Section oder deren Subsection wird von dem vom Organisations-Comité ernannten Präsidenten (Einführenden) der betreffenden Fachsection, bez. Subsection eröffnet, und ist von demselben zu Beginn der Verhandlungen die Bildung des Bureaus der betreffenden Section, bez. Subsection, einzuleiten. Zu letzterem Behufe ist ein Präsident und die entsprechende Anzahl von Vicepräsidenten für die erste Sitzung zu wählen und ein- für allemal ein erster und entsprechend dem Umfange der Beratungen mehrere zweite Schriftführer für sämtliche Sitzungen der Section, bez. Subsection, zu ernennen. Am Schlusse jeder Sitzung sind der Präsident und der Vicepräsident für die nächstfolgende Sitzung neu zu wählen.

Die vom Organisations-Comité ernannten Präsidenten (Einführende), Vicepräsidenten und Schriftführer bleiben gleichzeitig Mitglieder des Bureaus der betreffenden Section, bez. Subsection, für sämtliche Sitzungen derselben.

14. Die Tagesordnung und Reihenfolge der Beratungsgegenstände wird von jeder Section, bez. Subsection, selbstständig bestimmt. Referate, welche gedruckt vorliegen und rechtzeitig an die Mitglieder vertheilt wurden, gelangen in der Regel nicht zur Verlesung und wird über dieselben sofort vom Vorsitzenden die Debatte eingeleitet. Mündlich vorgebrachte Referate sollen die Dauer von 20 Minuten nicht überschreiten. In der Debatte darf ein Redner nicht länger als 10 Minuten sprechen und ist es nicht gestattet, dass derselbe bei der Berathung über ein und denselben Gegenstand mehr als zweimal das Wort ergreift. Den Abstimmungen sind die Mitgliederlisten der betreffenden Section, bez. Subsection, zu Grunde zu legen und entscheidet bei denselben die einfache Majorität. Bei Stimmengleichheit giebt der Vorsitzende den Ausschlag.

15. Zum Zwecke der Abfassung des Congressprotokolles haben jene Referenten, deren Referate nicht in Druck gelegt wurden, ebenso alle Redner in der Debatte einen kurzen schriftlichen Auszug ihrer Ausführungen dem ersten Schriftführer der betreffenden Section, bez. Subsection, bis längstens eine halbe Stunde nach Schluss der betreffenden Sitzung zu übergeben. Der erste Schriftführer hat im Vereine mit den Schriftführern, unter Benutzung der erhaltenen Auszüge der einzelnen Reden, das Protokoll zu verfassen und dasselbe sammt der Präsenzliste der betreffenden Sitzung womöglich noch am selben Tage dem Generalsecretär des Congresses zu übergeben.

16. Die während des Congresses abzuhaltenden Vorträge und zu erstattenden Referate müssen bis längstens 15. Juni 1898 bei dem betreffenden Sectionspräsidenten oder direct beim Organisations-Comité angemeldet sein. Spätere Anmeldungen können nur durch Beschluss der betreffenden Fachsection, bez. Subsection des Congresses auf die Tagesordnung der Verhandlungen gestellt werden.

Vorträge und Referate, welche in Druck gelegt werden sollen, müssen in einer der drei Congresssprachen abgefasst sein und bis längstens 1. Juni 1898 an den Generalsecretär des Organisations-Comités direct oder durch den betreffenden Sections-

präsidenten eingesendet werden. Dieselben sollen den Raum von 5 Octav-Druckseiten nicht überschreiten. Über die Drucklegung umfangreicherer Manuscripte entscheidet das Organisations-Comité.

17. Die vom Congresse oder seinen Sectionen und Subsectionen gefassten Beschlüsse und Resolutionen von volks- oder staatswirthschaftlicher Bedeutung sind nach Thunlichkeit den verschiedenen hohen Staatsregierungen durch das Organisations-Comité zur Kenntniss zu bringen.

18. Nach Schluss des Congresses wird ein ausführlicher Bericht über denselben vom Organisations-Comité und unter Redaction des Generalsecretärs des letzteren in Druck gelegt und allen Congressmitgliedern unentgeltlich übermittelt.

19. Über alle in diesem Congress-Reglement nicht berührten Congress-Angelegenheiten wird vom Organisations-Comité Auskunft ertheilt.

*Das Organisations-Comité
für den III. internationalen Congress für
angewandte Chemie in Wien 1898.*

Der Generalsecretär: F. Strohmmer.

Der Präsident: Prof. Dr. H. v. Perger, Regierungsrath.
Der Ehrenpräsident: Prof. Dr. A. Bauer, k. k. Hofrath.

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 28. März 1897.)

21. H. 19841 Reinigungsvorrichtung für Destillations- und Absorptionscolonnen; 2. Zus. z. Pat. 89953. — Heinrich Hirzel, Leipzig-Plagwitz. 25. 1. 98.

21. K. 12869. Darstellung von geschwefelten Basen aus Anhydro-amidobenzylalkohol und seinen Homologen. — Kalle & Co., Biebrich a. Rh. 9. 5. 95.
22. S. 10613. Darstellung blaugrüner Farbstoffe der Triphenylmethanreihe aus o-Phtalaldehydsäure. — Société Chimique des Usines du Rhône, anct. Gillard, P. Monnet & Cartier, Lyon. 16. 8. 97.
— V. 2668. Farbstoffe, welche ohne Beize färben. — H. R. Vidal, Paris. 26. 6. 96.

(R. A. 31. März 1898.)

10. Z. 2378. Ofen zum Verkoken von Torf u. dgl. — M. Ziegler, Berlin W. 26. 6. 97.
12. V. 3061. Darstellung von Acetophenonphenetidd. — Valentiner & Schwarz, Leipzig-Plagwitz. 26. 11. 97.
26. G. 11111. Acetylenentwickler. — E. Geppert, Weissenfels. 29. 12. 96.
— M. 13 977. Regelung des Wasserzuflusses bei Acetylenentwicklern. — O. Münsterberg, Berlin C. 21. 4. 97.
40. R. 11 549. Verankerung von Röstöfen. — E. Roberts, J. E. Gaylord u. F. P. Davidson, Buthe, V. St. A. 18. 10. 97.

(R. A. 4. April 1898.)

10. G. 11 233. Pressen von Sägespäne-Briquets. — G. Grimm, Zwickau i. S. 9. 2. 97.
12. H. 17 661. Darstellung von den labilen Alkaminen der cyclischen Acetonbasen entsprechenden p-Aminopiperidinen. — C. Harries, Berlin N.W. 5. 8. 96.
— H. 18 344. Darstellung von labilen Alkaminen der cyclischen Acetobasen. — C. Harries, Berlin N.W. — 5. 8. 96.
— R. 10 021. Gewinnung von Kohlensäure aus kohlen-säurehaltigen Gasgemischen; Zus. z. Pat. 91 169. — W. Raydt, Stuttgart. 13. 1. 96.
— Sch. 12 521. Herstellung von künstlichem Moschus aus Bernsteinkampher. — Ch. Schmid, 47 Boulevard Ans-pach, Brüssel.
22. Sch. 12 353. Darstellung eines einheitlichen Monoazofarbstoffes aus p-Nitranilin und Resorcin. — H. Schneider, Gerdauen, Ostpr. 22. 2. 97.

Verein deutscher Chemiker.

Zum Mitgliederverzeichniss.

Als Mitglieder des Vereins deutscher Chemiker werden vorgeschlagen:

Louis Baffrey, Ingenieur, Witkowitz, Mähren (durch A. Vita). O.-S.

Fr. G. Bremme, Generaldirector der Oberschlesischen Kokswerke und Chemischen Fabriken, Königshütte, Tempelstr. (durch E. Jensch). O.-S.

Dr. A. Daniuschewsky, Chemiker und Fabrikdirector, Zawiercie, Russ.-Polen (durch F. Zmerzlikar). O.-S.

Dr. Karl Danziger, Chemiker, Freiburg i. Br., Hebelstr. 28 I (durch F. Zmerzlikar). O.-S.

Dr. Jos. Herde, Chemiker, Königshütte, Tempelstr. 21 (durch Russig). O.-S.

Dr. Otto Hoffmann, Chemiker, Charlottenburg, Krummestr. 7 (durch Dr. Heffter). B.

J. Kuntze, Fabrikbesitzer, Friedrichswerk bei Schwientochlowitz (durch Russig). O.-S.

Dr. E. A. J. Kilmeyer, Leipzig (durch C. Gutbier). S.-T.

L. Lechner, Kommerzienrath, Fabrikbesitzer, Berlin SW., Schützenstr. 31 (durch Dr. Heffter). B.

Leppin & Masche, Fabrik chemischer und physikalischer Apparate, Berlin SO., Engelufer 17 (durch Dr. Heffter). B.

Leuchter, Apotheker, Berlin W., Neue Winterfeldstr. 56 (durch Dr. H. Herzfeld). B.

Joseph Lürges, Burgbrohl (durch A. Schmidt). Rh.

Dr. H. Mennicke, Chemische Werke „Ceres“ bei Ratibor (durch D. O. Sandmann).

Heinrich Paniowski, Chemiker, Mariengrube bei Michowitz, O.-Schl. (durch E. Jensch). O.-S.

Dr. Riebensahn, Chemiker, Gr. Lichterfelde, Kaulbachstr. 57 (durch Dr. Heffter). B.

Rolffs & Cp., Siegfeld-Siegburg (durch Dr. F. Runge).

Heinrich Sallen, Betriebsleiter der Kokswerke Poremba, Zaborze, O.-Schl. (durch A. Vita). O.-S.

Schachnow & Wolff, Chemische Fabrik, Leopoldshall-Stassfurt (durch Dr. Heffter). B.

Reinhold Zikoll, Ingenieur, Julenhütte bei Bobrek, O.-Schl. (durch E. Jensch). O.-S.

Der Vorstand.