

Elektrochemie.

Der Apparat zur Elektrolyse von Salzlösungen von J. G. A. Rhodin (D.R.P. No. 102 774) besteht aus einem aus Thon, Eisen o. dgl. hergestellten, oben offenen Gefäß *a* (Fig. 84 u. 85) mit flachem Boden. Der letztere ist mit radialen Rippen oder Erhöhungen *c* ausgestattet. Im Innern des Gefäßes *a* ist ein zweites Gefäß *b* angeordnet, dessen Boden durch eine Reihe hohler Erhöhungen *f* oder Rohre durchbrochen ist.

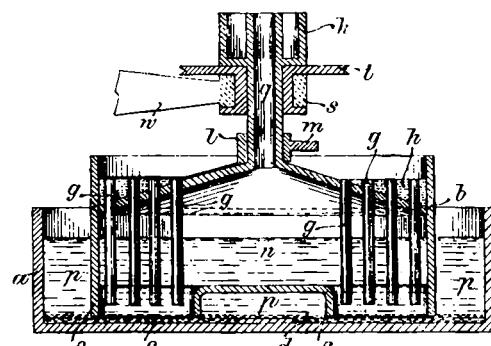


Fig. 84.

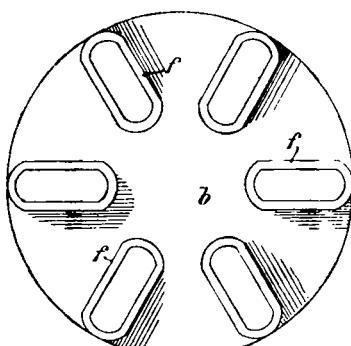


Fig. 85.

Nach oben wird dieses Gefäß durch einen Deckel geschlossen. Durch Öffnungen dieses Deckels werden eine Reihe von Kohlenstangen bez. Anoden *g* eingeführt, welche sich in die hohen Erhöhungen *f* erstrecken, ohne dass sie jedoch mit der Quecksilberschicht *d* in Berührung kommen, welche bei zusammengesetztem Apparatur die nach abwärts gerichteten Öffnungen der hohen Erhöhungen verschließt.

Diese Anoden werden unter einander in metallischen Contact gesetzt, z. B. durch Ein- giessen einer Schicht Blei *h* in einen durch den Deckel gebildeten ringförmigen Zwischenraum, in welchen sich die oberen Enden der Anoden erstrecken. Die so mit einander leitend verbundenen Anoden können weiter in metallische Berührung gebracht werden mit einem Metallring *l*, welcher eine die Verlängerung des Gefäßdeckels *b* bildende

Röhre *q* umgibt. Der Metallring *l* kann dann mittels einer Metallbürste *m* mit dem positiven Pol einer Dynamomaschine in Contact gesetzt werden. Die Quecksilberschicht *d*, in welche die hohen Erhöhungen *f* ein- tauchen, bildet das Abschlussmittel für den Innenraum des Gefäßes *b* gegen das äussere Gefäß *a*. Über der Quecksilberschicht ist im Gefäß *a* eine Schicht Wasser *p* aufgefüllt, während das Innere des zweiten Gefäßes *b* mit der Lösung eines Elektrolyten, im Allgemeinen eines mit metallischem Kathion, angefüllt ist, welches die Schicht *n* bildet.

Weiter ist das zweite Gefäß *b* mit einer Vorrichtung ausgestattet, vermittels deren es in langsame Umdrehung versetzt werden kann, z. B. mit einer auf der Röhre *q* befestigten Scheibe *t*, deren Nabe in dem vom Arm *w* o. dgl. getragenen Lager *s* läuft. Der Arm *w* verhindert gleichzeitig, dass das zweite Gefäß *b* den Boden des ersten Gefäßes *a* berührt. Die Röhre *q* kann mit einem System von Gasleitungsröhren verbunden werden. Besteht das erste Gefäß *a* aus Eisen, dem für den vorliegenden Zweck geeigneten Material, so wird die Quecksilberschicht einfach in die Kathode verwandelt durch die Verbindung des Gefäßes *a* mit dem negativen Pol der vorerwähnten Elektricitätsquelle. Während des Betriebes wird, während der elektrische Strom zufließt, das zweite Gefäß *b* in langsame Umdrehung versetzt. Hierauf wirken die Erhöhungen *f* nebenher auf die Quecksilberschicht *d* durcheinander röhrend ein, welche jedoch durch die Rippen bez. Erhöhungen *c* des äusseren Behälterbodens selbst an der Umdrehung verhindert wird. Das am Boden der Erhöhungen *f* gebildete Amalgam wird dann mit der Hauptmenge des Quecksilbers durch die über die Quecksilberoberfläche gleitenden Erhöhungen und durch die zwischen dem Quecksilber und dem Amalgam stattfindende Diffusionswirkung gemischt. Das Amalgam wird so in innige Berührung und Einwirkung mit dem darüber schwimmenden Wasser bez. anderer Flüssigkeit *p* gebracht und dadurch ein Handelsproduct gebildet und eine grössere oder geringere Depolarisation hervorgerufen. Dadurch wird weiter aber auch das Quecksilber befähigt, mehr vom Kathion aufzunehmen u. s. w. im continuirlichen Kreislauf. Das im Innern des Gefäßes *b* ausgeschiedene Anion kann auf eine Substanz einwirken, welche auf dem Elektrolyten *n* schwimmen, mit diesem gemischt oder in ihm gelöst sein kann, und wenn es ein Gas ist, so kann es bez. durch das Rohr *q* und ein Rohrsystem in einen

anderen chemischen Apparat geleitet bez., wenn es keinen Werth besitzt, entweichen gelassen werden.

Herstellung von Glas mittels elektrischer Flammenbögen nach F. H. Becker (D.R.P. No. 101 176). Fig. 86 u. 87 zeigen die Vorrichtung in zwei Schnitten, Fig. 88 den Schmelzherd in grösserem Maassstabe. Der Glassatz wird in den

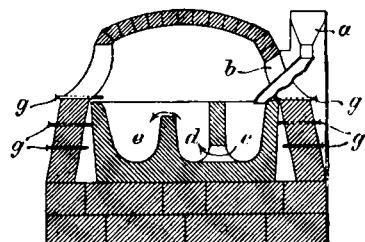


Fig. 86.

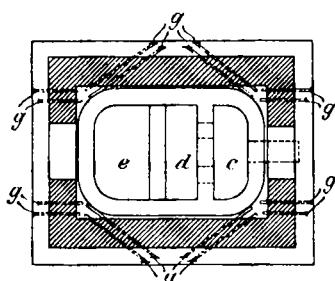


Fig. 87.

Trichter *a* eingeführt. Der Abfluss desselben aus dem Trichter wird durch eine Schnecke geregelt. Im Herdlager (Kanal *b*) erfolgt die Schmelzung auf drei treppenförmig auf einander folgenden Herdfächern *b*₁, *b*₂, *b*₃, wobei zugleich eine Reinigung von den schaumbildenden Bestandtheilen und eine Entgasung der in dünner Schicht über die wellenförmigen Erhöhungen der Schmelzrinne fliessenden Glasmasse stattfindet. Von der letzten Herdfäche *b*₃ fliessst die geschmolzene Glasmasse in das Sammelbecken *c*, in welchem die Schmelze durch Vermischen gleichmässig durchgearbeitet wird. Aus dem Sammelbecken *c* ergiesst sich die gleichförmig geschmolzene Masse durch am Boden der Zwischenwand befindliche Öffnungen in den Läuterungsraum *d*. Die im Läuterungsraum völlig zur Klärung gelangte Masse tritt über die etwas niedriger gehaltene Zwischenwand in den Arbeitsraum *e* ein, aus welchem die Masse verarbeitet wird. Statt der gewellten Herdplatte kann man z. B. auch eine glatte, geneigte Thonrinne mit scharfkantigen Querschwellen und dazwischen angeordneten Bogenlichtkohlen oder einer Reihe übereinander angeordneter, mit Bogenlichtkohlen ausgerüsteter und mit

scharfkantigen Überlauffüllen versehener Schmelzriegel verwenden.

Die Zuführung des elektrischen Stromes zum Ofen erfolgt in der Weise, dass von den Polen der Dynamomaschine Parallelleitungen zu dem Herde *b* einerseits und zum Sammelbecken *c* und Läuterungs- und Arbeitsraum *d* e andererseits führen. Die selbstthätige Regelung des Flammenbogens geschieht in bekannter Weise. In dem

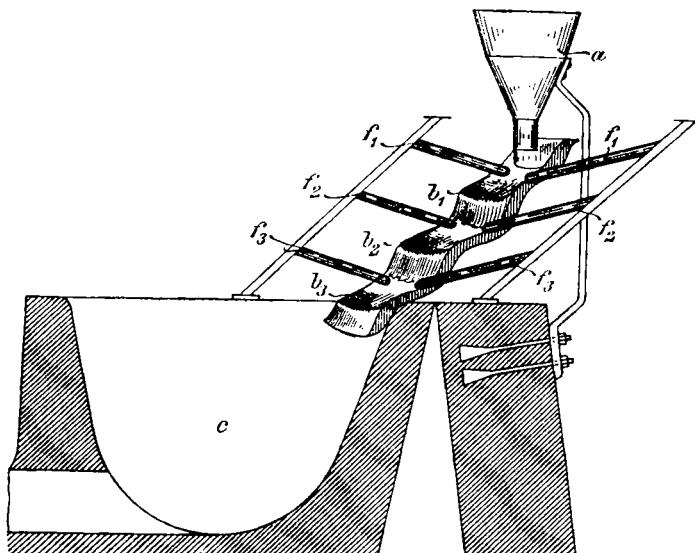


Fig. 88.

Schmelzkanal *b* sind über den betreffenden Herden *b*₁, *b*₂, *b*₃, drei Flammenbögen *f*₁, *f*₂, *f*₃ angebracht und werden hier durch Automaten in continuirlicher Weise geregelt. Ebenso sind Flammenbögen an den Seitenwänden des Ofens bei *g* angebracht. Je nach der Höhe des Ofens sind diese Flammenbögen in mehreren Lagen an den Seiten des Schmelzofens angeordnet.

Elektrischer Ofen zur Herstellung von Carbid nach J. W. Kenevel, Ch. A. Spofford und J. H. Mead (D.R.P. No. 101 608). In Fig. 89 bis 92 ist durch *A* die Mauer oder Wand eines Ofens bezeichnet, auf welchen ein Trichter *B* aufgesetzt ist. Die Zuführung des durch den Trichter *B* hindurchgehenden Materials kann mittels eines Schiebers *b* geregelt werden. Das untere Ende des Trichters endet oberhalb der Elektrodenwalzen *C*, welche in einer wesentlich horizontalen Ebene angeordnet sind und sich gegen einander drehen. Die Drähte *W* führen den Strom zu den Elektroden *C* durch geeignete Verbindungen, z. B. durch Commutatoren. Die Elektrodenwalzen können von irgend einer zweckentsprechenden Construction sein.

Man nimmt die nothwendigen Mengen der gewünschten Rohstoffe, z. B. im Wesentlichen 2 Th. Kalk auf 1 Th. Kohle oder Koks, pulvert dieselben und mischt sie gut durch einander. Dann bringt man das Material in den Trichter *B*, aus welchem es in dem gewünschten Maasse zwischen die Walzen *C* gelangt, welche sich mit einer den besten Resultaten entsprechenden Geschwindigkeit drehen. Beim Durchgang durch die Elektroden wird das Material bis zu dem erforderlichen Grad erhitzt, um sich in ein Carbid umzuwandeln. Das Carbid fällt dann auf den Boden des Ofens und kann von dort durch die Thür *A*, entfernt werden.

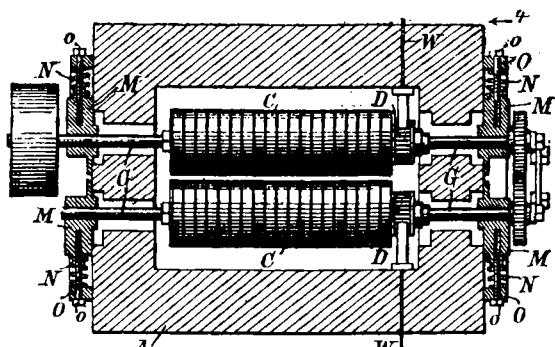


Fig. 89.

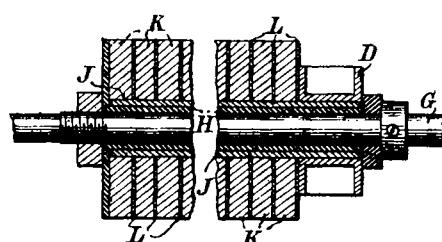


Fig. 90.

In der Praxis ist es zweckmässig, eine oder mehrere Auffangflächen *E* unter den Walzen zu verwenden, welche zweckmässig aus nicht leitendem Material bestehen, um den zu schnellen Durchgang des Carbids zu verhindern und die leichte Abkühlung desselben während seines Falles zu gestatten.

Bei der beschriebenen Vorrichtung hat es sich als vortheilhaft erwiesen, Vorkehrungen zu treffen, um die Elektroden rein zu halten und jedes Anhaften des Carbids von denselben zu verhindern. Zu diesem Zweck ist ein Behälter *F* nahe dem Ofen und oberhalb der Walzen vorgesehen. Von dem Behälter *F* führen die Röhre *F'* eine für den beabsichtigten Zweck geeignete Flüssigkeit oberhalb jeder Walze entlang; von dort gelangt die Flüssigkeit in regelmässigen Zwischenräumen auf die Oberfläche der Walzen durch eine Anzahl kleiner Röhre *f*.

Die zu diesem Zweck am besten geeignete Flüssigkeit ist Theeröl oder Kerosin. Dasselbe ist für den beabsichtigten Zweck besonders wirksam und übt keinen schädlichen Einfluss auf das Product aus. Die Wirkung dieser Flüssigkeit ist eine mechanische, indem das Öl die Poren der Walzenoberfläche ausfüllt und eine äusserst dünne Schicht auf derselben bildet. Auf diese Weise verhindert man, dass das fallende und schmelzende Material in wirkliche Berührung mit der Oberfläche der Walzen kommt, weil die Adhäsion zwischen dem geschmolzenen Material und den Walzen aufgehoben ist.

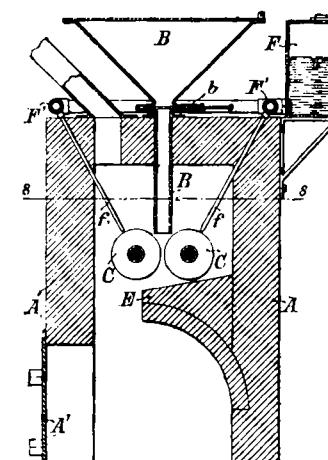


Fig. 91.

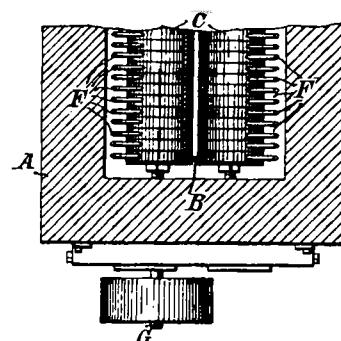


Fig. 92.

Die Elektrodenwalzen können an ihrem Umfange aus einer einzigen Hülse oder einem Stück Kohle oder sonst geeignetem Material bestehen. Jedoch ist die in Fig. 89 u. 90 dargestellte Walzenform für den beabsichtigten Zweck besonders geeignet. Bei derselben ist die Welle *G* zunächst mit einer Hülse *H* aus nicht leitendem Material, z. B. Glas, versehen. Auf der Hülse *H* befindet sich dann eine Hülse *I*, welche aus gut leitendem Material, z. B. Kupfer, besteht. Auf der letzteren sind abwechselnd Scheiben *K* aus einem für die Elektroden geeigneten

Material, z. B. Kohle, und nichtleitende Scheiben *L* aus Glas, Glimmer oder sonst geeignetem Material angeordnet. Die Drähte *W* führen den Strom zu den Walzen mittels geeigneter Schleifkontakte *D* oder sonst geeigneter Vorrichtungen und durch die leitende Hülse *I*. Jede Scheibe *K* bildet auf diese Weise eine Elektrode und die Walze bildet so in Wirklichkeit eine vielfache Elektrode von einfacher Form.

Es ist zweckmässig, die Walzen derart zu stützen, dass ihre gegenseitige Stellung nach Belieben geändert werden kann. Eine hierzu besonders geeignete Vorrichtung ist in Fig. 89 dargestellt. Die Wellen *G* werden von den Gleitstücken *M* getragen. Die Federn *N* halten dieselben nachgiebig in ihrer inneren Lage, während die Bolzen *O* und die Muttern *o* den gewünschten Abstand zu regeln gestatten. Die Anordnung des Getriebes *PRST* gestattet eine solche Einstellung.

Organische Verbindungen.

Analyse von Anilinölen und Anilinsalzen. A. Liebmann und A. Studer (J. Chemical 1899, 110) bestimmen Wasser, Schwefel, spec. Gew., Siedepunkt und Löslichkeit in Salzsäure in folgender Weise: Wasser und Siedepunkt findet man in einer Operation, indem man 100 cc Öl aus einem gewöhnlichen Kolben destillirt und die ersten 10 cc in einem engen, graduirten Cylinder von 15 cc auffängt. Man setzt 1 cc gesättigter Kochsalzlösung zu, schüttelt und liest ab. 0,3 Proc. Wasser werden so nicht mehr gefunden. Man destilliert weiter und fängt von 10 zu 10 cc auf. 80 Proc. des Öles sollen innerhalb $\frac{1}{2}^{\circ}$ übergehen. Mit dem Destillat wird das spec. Gew. bestimmt, das bei 1,0265 bis 1,027 bei 15° liegen soll. Die Bestimmung der Löslichkeit in sehr verdünnter Salzsäure ist wesentlich, um nichtbasische Verunreinigungen zu entdecken. Der Schwefel wird durch Kochen des Öls am Rückflusskühler in Schwefelwasserstoff übergeführt. Zur Bestimmung wird derselbe durch Einleiten von Kohlensäure in titrierte Silberlösung übergeführt und dieselbe nach dem Filtriren zurücktitriert.

Die Beurtheilung der Qualität des in Salze übergeführten Anilinöls geschieht nach dem Aussehen derselben. Zur Wasserbestimmung trocknet man 24 Stunden im Exsiccator. Zur Bestimmung der freien Säure lösen Verf. 5 g Salz in 10 cc Wasser, setzen 5 Tropfen einer Krystallviolettlösung (1:1000) hinzu und vergleichen mit einer ebenso bereiteten Lösung eines reinen Salzes. Sie titriren mit $\frac{1}{10}$ wässriger Anilinlösung, bis

die Färbung gleich ist. Zur Auffindung von o- und p-Toluidin in Anilin benutzen Verf. die Methode von Reinhardt, die in der Titration des Öls in bromwasserstoffsaurer Lösung mit Kaliumbromat und -bromid besteht.

T. B.

Verfahren zur Darstellung eines blauen Farbstoffes aus Dibromdinitroanthrarufin nach Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 102 532).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines blauen Wollfarbstoffes, darin bestehend, dass man das aus der Dinitroanthrarufin-disulfosäure (beschrieben im Patente No. 96 364) durch Behandeln mit Brom erhältliche Dibromdinitroanthrarufin mit Reductionsmitteln behandelt.

Verfahren zur Darstellung schwarzer Baumwollfarbstoffe aus Dinitranilin der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 102 530).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung schwarzer, direct färbender Baumwollfarbstoffe, darin bestehend, dass man Dinitranilin 1.2.4 oder 1.2.6 mit Schwefel und Schwefelalkalien auf höhere Temperaturen erhitzt.

Verfahren zur Einführung von Hydroxylgruppen in Anthrachinonderivate der Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 102 638).

Patentanspruch: Abänderung des im D.R.P. No. 86 968 (Zusatz zum D.R.P. No. 81 481) geschützten Verfahrens zur Darstellung von 1:2:3:4-Tetraoxanthrachinon durch Oxydation von Anthragallol in Gegenwart von Borsäure, darin bestehend, dass man, statt die Oxydation mittels heißer concentrirter Schwefelsäure auszuführen, hier die Oxydation bei niederer Temperatur vermittelst anderer Oxydationsmittel bewirkt.

Verfahren zur Darstellung von Polyazofarbstoffen aus Amidonaphtholsulfosäuren von L. Cassella & Co. (D.R.P. No. 102 317).

Patentanspruch: Die weiteren Ausführungsformen des in dem Patent No. 86 110 geschützten Verfahrens unter Verwendung von Diamidophenoxytolylamin oder Diamidodi-otolylamin an Stelle von Diamidodiphenylamin.

Verfahren zur Darstellung von unsymmetrischen Diamidophenylacridinen der Badischen Anilin- und Soda-Fabrik (D.R.P. No. 102 072).

Patentanspruch: Die besondere Ausführungsform des durch die Ansprüche 1 und 2 des Haupt-Patentes No. 94 951 vom 13. April 1897 geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man die Condensation des p-Amidobenzaldehyds bez. seiner Alkylsubstitutionsprodukte mit den Alphyl-derivaten des m-Toluylendiamins in alkoholischer Lösung und bei Gegenwart von Eisenchlorid als Oxydationsmittel vornimmt.