

lässt, wodurch eine Concentration der Nichtgerbstoffe hervorgerufen wird. Beide Umstände bewirken demnach eine Erhöhung der Nichtgerbstoffe, mithin eine Verminderung des Gerbstoffgehaltes.

Bei Betrachtung der obigen Zahlen findet man, dass nur bei ganz abnormem Stopfen der Hautfilter Differenzen entstehen. Wenn die Hautfilter so gestopft werden, dass die Gesamtmenge des Hautfiltrates (etwa 90 ccm) in 2 bis längstens 3 Stunden erhalten wird, so hat man keine Differenzen zu befürchten. Diese Bedingung lässt sich bei dem in der Versuchsanstalt gebrauchten Hautpulver leicht erfüllen; ein Versagen der mit demselben gestopften Hautfilter findet selbst bei der Analyse von säurehaltigen Brühen nach den bei uns gemachten Erfahrungen nicht statt.

Ein anderer Punkt, der bei der Gerbmaterianalyse zu berücksichtigen ist und der namentlich bei den schwerlöslichen Gerbextracten, wie Quebrachoextracten, in Betracht kommt, ist die Temperatur, bis auf welche die Auflösung vor dem genauen Auffüllen auf 1000 ccm abgekühlt wird. Es ist zweifellos das Richtige, bis auf die Aichungstemperatur des betreffenden Literkolbens abzukühlen. Bei den meisten titrimetrischen Arbeiten bedingt es jedoch keine merklichen Fehler, wenn man von dieser Temperatur um 2—3 Grade nach oben oder nach unten abweicht. Bei der Untersuchung der schwerlöslichen Gerbextracte ist dieser Punkt jedoch nicht ganz so bedeutungslos; es hängt dies damit zusammen, dass von dem schwerlöslichen Gerbstoff aus seiner Lösung um so mehr abgeschieden wird, je weiter dieselbe abgekühlt wird. Es macht sich deswegen nothwendig, dass die Lösungen auf eine ganz bestimmte Temperatur, und zwar (nach dem

in Kopenhagen gefassten Beschluss des Internat. Vereins der Lederindustrie-Chemiker) auf genau 17,5° abgekühlt werden und dass dieselben auch während der Filtration genau auf dieser Temperatur gehalten werden.

Um zu zeigen, wie gross die Differenzen in einem speciellen Falle sind, wenn von dieser Norm abgegangen wird, ist im Laboratorium der Versuchsanstalt ein fester Quebrachoextract viermal angesetzt worden; die eine Lösung (a) wurde auf 10°, die andere (b) auf 15°, die dritte (c) auf 20° und die vierte (d) auf 25° abgekühlt. Es wurde dafür Sorge getragen, dass die einzelnen Lösungen die genannten Temperaturen während der Filtration beibehielten. In jedem der vollständig klaren Filtrate wurde das Gesamtlösliche bestimmt; von einer Trennung desselben in Gerbstoff und Nichtgerbstoff wurde abgesehen, da man, wie weiter oben erwähnt, die Differenzen im Gesamtlöslichen ohne Weiteres als Differenzen im Gerbstoffgehalt ansehen kann. Die hierbei erhaltenen Ergebnisse waren folgende:

| | a | b | c | d |
|----------------|------|------|------|------------|
| | 10° | 15° | 20° | 25° |
| Ges.-Lösliches | 63,7 | 65,6 | 66,6 | 71,4 Proc. |

Man ersieht hieraus, dass die Differenzen recht beträchtlich sein können. Wenn es wohl kaum vorkommt, dass die Temperaturverhältnisse, bei welchen gearbeitet wird, so stark variiren, wie oben angegeben, so kann es doch andererseits auch Extracte geben, bei welchen beim Arbeiten innerhalb engerer Grenzen schon erhebliche Differenzen auftreten. Auf jeden Fall muss bei der Gerbmaterianalyse diese Fehlerquelle umgangen werden, indem die genannten Operationen immer genau bei 17,5° vorgenommen werden.

Patentbericht.

Klasse 8: Bleichen, Färben, Zeugdruck und Appretur.

Erhöhung des Glanzes gefärbter mercerisirter Baumwollgewebe. (No. 110 029. Vom 23. December 1898 ab. Carl Goedtler in Zürich.)

Versuche des Erfinders ergaben, dass der Glanz und die Frische der Farben auf mercerisirten Baumwollgeweben durch Aufbringen von Lösungen von Harzen und Fetten in flüchtigen Ölen auf die mercerisirte und gefärbte Faser und Einarbeiten mittels Bürsten bedeutend erhöht wird. Vortheilhaft verwendet man eine Lösung von etwa 20 Gewichtsth. bestem Bernsteinlack in 80 Gewichtsth. Terpentinöl. Ein ebenso günstiges Ergebniss erhält man bei An-

wendung einer Lösung von 8 Gewichtsth. Wachs und 1 Gewichtsth. Kolophonium in 80 Gewichtsth. Terpentinöl. Namentlich vorthellhaft wendet man das Verfahren an für Velvets, Plüsch, Cord, Moleskin, geraute Biberstoffe und verwandte baumwollene Gewebe.

Patentanspruch: Verfahren zur Erhöhung des Glanzes gefärbter mercerisirter Baumwollgewebe, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem Mercerisiren und Färben eine Lösung von Harzen, Bernsteinlack oder Wachs (einzeln oder in Mischung) in Terpentinöl aufgetragen wird.

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Elektrolytische Behandlung von Nichteлектроlyten. (No. 109 051. Vom 4. October 1898 ab. C. F. Boehringer & Söhne in Waldhof bei Mannheim und Dr. Carl Messinger in Budapest.)

Bis jetzt wurden Körper, besonders organische, welche die Elektrizität schlecht leiten, derart der Einwirkung des elektrischen Stromes ausgesetzt, dass man dieselben in einem geeigneten Lösungsmittel als Elektrolyten der Elektrolyse unterwarf. Bei dieser Arbeitsweise betheiligen sich indess die Lösungsmittel an der Reaction, weiter ist eine immerhin beträchtliche Spannung der Elektrizitätsquelle erforderlich, und drittens sind zur vollständigen Lösung geringer Mengen der Nichteлектроlyten in der Regel bedeutende Quantitäten Lösungsmittel nöthig, welche zudem mit Vortheil nur im concentrirten Zustande verwendet werden können, wodurch wiederum zur Zersetzung ein Strom von hoher Spannung nöthig ist. Die genannten Missstände lassen sich beseitigen, wenn in einem elektrolytischen Bade mit den schlecht leitenden Substanzen, den Nichteлектроlyten, ein poröser Leiter 1. Klasse zu einer Elektrode des Nichteлектроlyten ausgebildet wird, so dass der letztere die Stelle eines Depolarisators vertritt, der in Folge seiner überaus feinen Vertheilung mit den an der Elektrode ausgeschiedenen Gasen in sehr energischer Weise reagirt, also die beabsichtigten secundären Reactionen eingeht. Hierbei sinkt in Folge der raschen Depolarisation die elektromotorische Gegenwirkung des durch die Gasausscheidung hervorgerufenen Polarisationsstromes, d. h. der mit dem Nichteлектроlyten beladene Pol verhält sich wie eine lösliche unpolarisierbare Elektrode, es ist also zur Elektrolyse ein Strom von geringerer Spannung genügend. Die Ausbildung des Leiters 1. Klasse zu einer Elektrode des Nichteлектроlyten erfolgt dadurch, dass der Nichteлектроlyt, z. B. Nitrobenzol, von einem porösen Leiter, z. B. Kohle, aufgesaugt wird. Feste Körper müssen in einem geeigneten nicht dissociirenden Lösungsmittel, z. B. Benzol, gelöst werden und lassen sich dann ebenso behandeln.

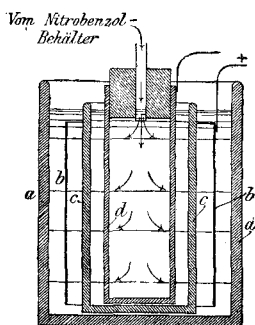


Fig. 1.

Zur besseren Erläuterung des Verfahrens möge als Beispiel die Reduction des Nitrobenzols dienen. In einem Behälter *a* (Fig. 1) befindet sich eine Bleielektrode *b*, ein Thondiaphragma *c* und in letzterem eine Kohlezelle *d*. Die Bleielektrode

diene als Anode, die Kohlezelle als Kathode. Das Gefäß *a* und die Thonzelle *c* werden mit 30-proc. Schwefelsäure als Elektrolyt gefüllt, während durch die Kohlezelle *d* Nitrobenzol bei einem Überdruck von ca. 0,5 Atm. hindurchgedrückt wird. Durch die feine Vertheilung des Nitrobenzols auf der Kohlenelektrode ist diese nun gewissermaassen zu einer Nitrobenzolelektrode geworden, und der an dieser Nitrobenzolkathode ausgeschiedene Wasserstoff tritt mit derselben ausserordentlich rasch und vollkommen in Reaction. Elektrolysirt man bei einer Stromdichte von 2 Amp. pro qdm und beobachtet, dass die Temperatur des Bades 25° nicht übersteigt, so wird hierbei das Nitrobenzol nur zu Phenylhydroxylamin reducirt, welches nach dem Neutralisiren der schwefelsauren Lösung leicht mit Äther extrahirt werden kann. Während des Versuches beträgt die Badespannung nur 2,5 bis 3 Volt. Es kann natürlich das Nitrobenzol mit dem gleichen Effect auch durch die Kohlezelle gesaugt werden; hierbei ist dann das Gefäß *a* mit einem Deckel luftdicht zu verschliessen und mit einem Saugrohr zu versehen.

Patentanspruch: Verfahren zur Elektrolyse von Nichteлектроlyten, darin bestehend, dass man in einem Zersetzungsbad mit diesen Nichteлектроlyten durch Hindurchsaugen oder Hindurchpressen durch poröse Leiter 1. Klasse auf oder in den genannten Leitern eine Elektrode ausbildet, worin der Nichteлектроlyt die Stelle eines Depolarisators vertritt.

Combinirter Destillations- und Calcinirofen

(No. 108 724. Vom 23. März 1898 ab. A. Wenck in Magdeburg.)

Der Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Trockendestillationsofen für Schlempeverwertung, welcher derartig eingerichtet ist, dass in demselben eingedickte Schlempe verkohlt wird, indem gleichzeitig diese Kohle wieder als Brennmaterial für die Trockendestillation verwendet wird. Die Anlage ermöglicht ferner eine quantitative Ausbeute an Ammoniak und hat besondere Generatoreinrichtungen zur vollständigen Ausnutzung der kohlenstoffhaltigen Gase der Trockendestillation. Der Überschuss an Wärme dieser Ofenanlage ist so gross, dass ausserdem noch in der Anlage ein besonderer Calcinirofen untergebracht worden ist. In Fig. 2 ist der Ofen im Durchschnitt dargestellt; Fig. 3 ist ein Schnitt nach der Linie C-D der Fig. 2. *r* sind die horizontal liegenden grossen Retorten, in denen die eigentliche Trockendestillation vor sich geht. Die resultirenden Gase ziehen in der Richtung der drei Pfeile *y y¹ y²* aus dem Retortenraum heraus, bringen in der Vorlage *S* das vorhandene Ammoniak zur Absorption und ziehen dann durch die Röhre *R* und die Zersetzungsröhren *a* (Fig. 2). Hier werden bei der in diesen Röhren herrschenden Temperatur alle stickstoffhaltigen Gase, indem sie sich nach der bekannten Formel mit dissociirtem Wasserdampf umsetzen, ebenfalls in Ammoniak übergeführt und ziehen dann aus den Zersetzungsröhren in der Richtung des Pfeiles *y³* (Fig. 3) nach der Generatorfeuerung *g¹ g² g³ g⁴ g⁵* (Fig. 3), indem sie inzwischen in einer zweiten nicht gezeichneten Vorlage das aus dem Stickstoff

bei höherer Temperatur gebildete Ammoniak abgegeben haben. Mittels des Rohres *B* wird in der Pfeilrichtung *y*⁴ der Generatorfeuerung vorgewärmte Luft zugeführt. Die entzündeten Generatorgase treten nun durch Düsen *o* (Fig. 2) in den oberen Theil des Destillationsofens, erhitzen hier zuerst, wie bereits erwähnt, die Zersetzungsröhren *a* und steigen dann in der Pfeilrichtung wieder nach dem unteren Theil des Verbrennungsofens, wo sie ihre vorhandene Wärme zur Vorwärmung der Luftfröhren im Raum *L* benutzen und dann durch den Fuchs *c* ins Freie austreten. Auf den Rost *E* des Calcinirfens *D* fällt durch die Teleskoprohrvorrichtung *u* (Fig. 3) abwechselnd aus sämtlichen neun Retorten die resti-

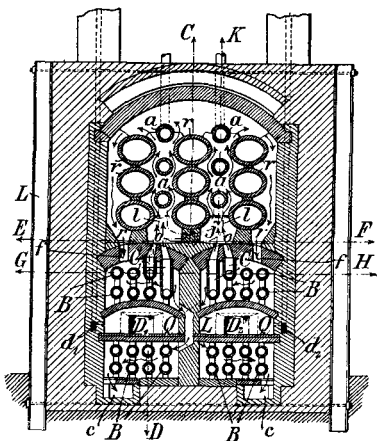


Fig. 2.

rende Schlempekohle als directes Heizmaterial. Dieses erwärmt den Calcinirraum *D*¹ *D*² direct, während indirect natürlich auch die ganze Ofenlage durch die Verbrennung der Schlempekohle im Calcinirraum eine entsprechende Temperaturerhöhung erfährt. Die Abgase des Calcinirfens gelangen bei *d*¹ und *d*² (Fig. 2) gesondert ins Freie.

Patentansprüche: 1. Combinirter Destillations- und Calcinirforn, gekennzeichnet durch in einer gemeinsamen Ofenlage vereinigte, horizontal liegende Trockendestillationsretorten, Stickstoffumsetzungs- und Wasserdampfzersetzungsröhren und eine Calcinirvorrichtung, welche Theile durch die festen und gasförmigen Brennstoffe des Retortenbeschickungsmaterials selbst auf ca. 800 bez. 1100° erhitzt werden. 2. Die besondere Anordnung des Heizgasröhrensystems des nach Anspruch 1 geschützten Ofens, dadurch gekennzeichnet, dass die Gas- und Luftzuführungsröhren oberhalb und unterhalb des Calcinirfens (*D*) liegen und ihre mit vorgewärmter Luft (*CC*) entzündeten Heizgase sämtliche Retorten (*r*), Ammoniakzerzeugungsvorrichtungen (*a*), Vorwärmkammern (*L*), Calcinirforn (*D*) auf ihrem Wege durch den Ofen umspülen.

Darstellung eines neuen Oxydationsmittels aus Persulfosäure. (No. 110 249. Zusatz zum Patente 105 857 vom 2. Juni 1898 ab. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

In dem Patent 105 857¹⁾ wurde ein Verfahren zur Darstellung eines neuen Oxydationsmittels beschrieben, welches darin besteht, dass man Persulfate mit kalten und starken Mineralsäuren, vorzugsweise mit concentrirter Schwefelsäure in der Kälte behandelt, bis eine neutralisirte und mit Anilin versetzte Probe die Abwesenheit von unveränderter Persulfosäure durch Ausbleiben einer braunen Färbung bez. Fällung anzeigt. Das neue Oxydationsmittel ist durch die interessante Eigenschaft charakterisirt, dass es Anilin in neutraler Lösung direct zu Nitrosobenzol oxydirt. Es wurde nun weiter gefunden, dass man das neue Oxydationsmittel auch dadurch erhalten kann, dass man an Stelle der Persulfate die durch Elektrolyse der

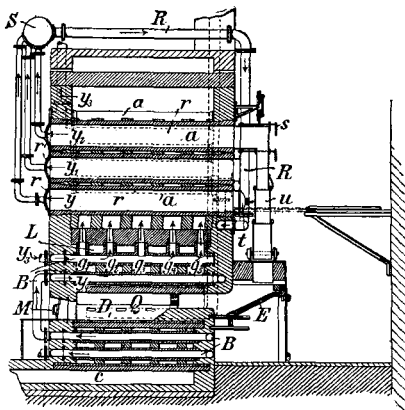


Fig. 3.

Schwefelsäure entstehende sog. freie Persulfosäure selbst der Einwirkung von Schwefelsäure unterwirft. Man kann dies am einfachsten dadurch bewerkstelligen, dass man das durch Elektrolyse von Schwefelsäure erzeugte Gemisch von freier Persulfosäure und überschüssiger Schwefelsäure in der Kälte stehen lässt, bis alle Persulfosäure in das neue Product umgewandelt ist. Die Umwandlung der Persulfosäure in das neue Oxydationsmittel vollzieht sich um so schneller, je concentrirter die zur Elektrolyse verwendete Schwefelsäure ist.

Patentansprüche: 1. Abänderung des durch Patent 105 857 geschützten Verfahrens zur Darstellung eines neuen Oxydationsmittels, welches durch die Eigenschaft gekennzeichnet ist, Anilin in neutraler Lösung zu Nitrosobenzol direct zu oxydiren, darin bestehend, dass man, statt Persulfate mit starker und kalter Schwefelsäure zu behandeln, hier die durch Elektrolyse von Schwefelsäure erzeugte freie Persulfosäure der Einwirkung von starker und vorzugsweise von concentrirter Schwefelsäure in der Kälte so lange aussetzt, bis eine neutralisirte und mit Anilin versetzte Probe die Abwesenheit von unveränderter Persulfosäure durch das Ausbleiben einer braunen Färbung bez. Fällung zu erkennen giebt. 2. Die besonderen Ausführungsformen des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, dass man zur Umwandlung der Persulfosäure in das neue

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1899, 1044.

Oxydationsmittel diejenige Schwefelsäure benutzt, welche nach erfolgter elektrolytischer Behandlung von Schwefelsäure der erzeugten Persulfosäure noch beigemischt ist und eventuell zur Beschleunigung der Umwandlung concentrirte Schwefelsäure dem elektrolytischen Gemisch zusetzt.

Darstellung von Phosphorsäureanhydrid.

(No. 110 174. Vom 29. Juni 1899 ab.
Th. Goldschmidt in Essen a. d. Ruhr.)

Das bisherige Verfahren zur Darstellung von P_2O_5 beruht darauf, dass man gelben Phosphor in einem metallenen oder irdenen Behälter unter Luftzutritt verbrennt, indem dafür gesorgt wird, dass in einem genügend geräumigen Gefässe die flockige Säure aufgefangen wird. Diese Methode hat drei Nachtheile. Erstens entsteht nie reine Phosphorsäure, sondern es bilden sich zumeist sogar mehrere Procent phosphorige Säure. Zweitens ist nicht zu vermeiden, dass die entstandene Phosphorsäure auf den noch nicht verbrannten Phosphor auffällt und so theilweise einen Luftabschluss bewirkt, wodurch die Verbrennung sehr verlangsamt, oft sogar ganz verhindert wird. Drittens bildet sich ein grosser Theil rother Phosphor, der sich mit der Phosphorsäure zu harten Krusten vereinigt. Dieser umgewandelte Phosphor ist für die Herstellung der Phosphorsäure verloren, sodass die Ausbeute nur etwa 50 Proc. von der theoretisch erreichbaren beträgt. Diese Übelstände lassen sich auf ein Minimum beschränken, wenn man den Phosphor an einem Docht verbrennt. Zweckmässig lässt man den geschmolzenen Phosphor in den Docht einfließen bez. denselben in den Docht hineindrücken. Man construirt also eine Phosphorlampe, die einer gewöhnlichen alten Öllampe gleicht, bei der das Öl auch dem Docht zufliesst. Der Docht kann auch aus Baumwolle oder auch Glaswolle, Asbest oder dergl. bestehen. Der Bildung des rothen Phosphors tritt man durch Kühlung des Brenners entgegen. Es ist am einfachsten, den Brenner bis zu seiner Ausmündung hin mit heissem Wasser zu kühlen, sodass er immer unterhalb der Temperatur gehalten wird, bei der sich rother Phosphor bildet, und oberhalb derjenigen, bei der der gelbe Phosphor erstarrt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Phosphorsäureanhydrid aus Phosphor, dadurch gekennzeichnet, dass letzterer geschmolzen gehalten und an einem Docht unter Sauerstoff- bez. Luftzutritt verbrannt wird. 2. Eine Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, dass der Docht gekühlt, aber seine Temperatur doch so hoch gehalten wird, dass der Phosphor im Brenner geschmolzen bleibt. 3. Das unter 1 bez. 2 gekennzeichnete Verfahren mit der besonderen Ausführungsform, dass der Docht mit warmem Wasser gekühlt wird.

Gewinnung von Borsäure. (No. 110 421.

Vom 22. September 1899 ab. Chenal
Douilhet & Cie. in Paris.

Bekanntlich wird beim Kochen einer Salmiaklösung mit den Boraten der Alkalien oder Erdalkalien Ammoniak entwickelt, gleichzeitig tritt freie Bor-

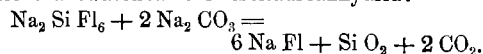
säure auf. Wenn man mit äusserst verdünnten Flüssigkeiten arbeitet, so kann man die Umsetzung derart durchführen, dass sie vollständig wird. Indessen lässt sich diese Reaction fabrikmässig nicht durchführen, weil es praktisch ausgeschlossen ist, mit derartig verdünnten, also im höchsten Grade armen Flüssigkeiten zu arbeiten. Man verwendete infolge dessen weniger verdünnte Flüssigkeiten, indess geht dann die Reaction nicht so weit, es findet vielmehr eine Umkehrung der Reaction statt, welche durch die Wirkung der bereits freigesetzten Borsäure auf das gebildete Chlorid (z. B. Chlorcalcium) und auf das noch vorhandene Ammoniak Salz hervorgerufen wird. Gegenstand der Erfindung ist nun ein Verfahren, welches 98 bis 99 Proc. der in den Boraten enthaltenen Borsäure an Stelle der sonst nur erhältlichen 60 bis 70 Proc. zu gewinnen gestattet. Das Verfahren beginnt ebenfalls mit dem Kochen des Chlorammons mit den Boraten. Die praktisch undurchführbare starke Verdünnung wird aber dadurch ersetzt, dass Antheile der Flüssigkeit aus dem Kreislauf der Reaction entfernt und zwecks Ausscheidung der Borsäure abgekühlt werden; die Mutterlaugen der Borsäure werden in den Betrieb wieder zurückgeführt. So wird erreicht, dass zu keiner Zeit in der Kochflüssigkeit genügend Borsäure vorhanden ist, um den kritischen Punkt, bei welchem die Reaction umkehrt, zu erreichen. Es ist ferner ausserordentlich vorthellhaft, die natürlichen Borate vor ihrer Anwendung zu calciniren. Die Reaction des Ammoniumchlorids auf die Borate ist sodann um vieles erleichtert.

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung von Borsäure durch Einwirkung von Chlorammoniumlösungen auf die natürlichen Borate, dadurch gekennzeichnet, dass beim Kochen der zweckmässig calcinirten Borate mit der Chlorammoniumlösung Antheile der Flüssigkeit entnommen, aus diesen durch Abkühlung die Borsäure abgeschieden und die restirenden Mutterlaugen in den Betrieb zurückgeführt werden, zum Zwecke, den ungestörten Verlauf der Reaction im Sinne der Zerlegung der Borate und des Chlorammoniums zu ermöglichen und die Umkehrung der Reaction durch Einwirkung der freien Borsäure auf die entstandenen Chloridlaugen zu verhindern.

Herstellung von Fluornatrium. (No. 110 250.

Vom 17. August 1898 ab. Dr. Rickmann
& Rappe in Kalk b. Köln.)

Die Herstellung von Fluornatrium aus Kieselfluornatrium durch Erwärmen des letzteren mit einer Lösung von kohlensaurem Natron lässt sich technisch sehr schwer durchführen, da sich gleichzeitig Kieselsäurehydrat bildet, welches beim Auswaschen des Fluornatriums infolge seiner gelatinösen Eigenschaft technische Schwierigkeiten verursacht. Es wurde nun gefunden, dass die Überführung des Kieselfluornatriums in Fluornatrium sich schon durch einfaches Erhitzen eines trockenen Gemisches von Kieselfluornatrium und Soda leicht und vollständig ausführen lässt. Hierbei entsteht gleichzeitig leicht auswaschbares Kieselsäureanhydrid:



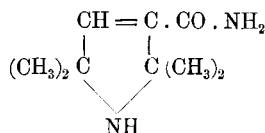
Erst durch diese Abänderung ist die Herstellung

von Fluornatrium aus Kieselfluornatrium technisch glatt ausführbar.

Patentanspruch: Herstellung von Fluornatrium durch Erhitzen eines trockenen Gemenges von Kieselfluornatrium und kohlensaurem Natrium.

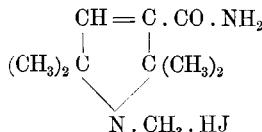
Darstellung von n-Alkylderivaten des α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamids. (No. 109 345. Vom 21. Januar 1899 ab. Dr. Hermann Pauly in M.-Gladbach.)

Durch Behandlung von Triacetonamin mit Brom in stark bromwasserstoffsaurer Lösung erhält man das Bromhydrat eines Dibromtriacetonamins. Letzteres tauscht beim Digeriren mit Ammoniak seine beiden im Kern sitzenden Bromatome gegen die NH-Gruppe aus unter Bildung einer Base $C_9H_{16}N_2O$, welcher der Name Iminotriacetonamin gegeben wurde. Wie die nähere Untersuchung letzteren Körpers gezeigt hat, enthält er jedoch nicht mehr den Ring des Triacetonamins, sondern ist vielmehr das Amid einer Pyrrolincarbonsäure:



α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamid.

Es wurde nun gefunden, dass man durch Einwirkung von Halogenalkylen, wie Jodmethyl und dergl., auf diese Base Alkylderivate herstellen kann. Die Base nimmt dabei eine Alkylgruppe auf, welche an das N-Atom im Pyrrolring eintritt:



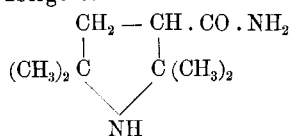
n-Methyl- α -tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamid.

Die so entstehenden n-Alkylderivate sollen zu pharmaceutischen Zwecken Verwendung finden, da sie befähigt sind, mit der Harnsäure leicht lösliche Salze zu bilden.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von n-Alkylderivaten des α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamids, darin bestehend, dass man das durch Einwirkung von Ammoniak auf Dibromtriacetonamin erhaltliche Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamid mit Halogenalkylen behandelt.

Darstellung von α -Tetramethylpyrrolidin- β -carbonsäureamiden und deren n-Alkylderivaten. (No. 109 346. Vom 21. Januar 1899 ab. Dr. Hermann Pauly in M.-Gladbach.)

Das α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamid (siehe vorstehend) kann man durch Einwirkung reduzierender Agentien in Dihydroderivate überführen, wobei es in das α -Tetramethylpyrrolidin- β -carbonsäureamid übergeht:

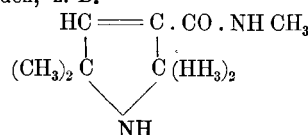


Auf dem gleichen Wege können auch die Alkylderivate des α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamids in Pyrrolidinderivate umgewandelt werden. Die so darstellbaren neuen Basen besitzen in noch höherem Maasse als ihre Ausgangskörper die Eigenschaft, mit Harnsäure leicht lösliche Salze zu liefern, und bilden daher eine werthvolle Bereicherung des Arzneischatzes.

Patentanspruch: Die Darstellung von α -Tetramethylpyrrolidin- β -carbonsäureamiden und ihren n-Alkylderivaten durch Behandeln der α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamide und ihrer n-Alkylderivate mit reducirenden Mitteln.

Darstellung von α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäurealkylamiden. (No. 109 347. Vom 21. Januar 1899 ab. Dr. Hermann Pauly in M.-Gladbach.)

Das Dibromtriacetonamin bez. dessen Salze reagiert mit aliphatischen primären Aminen, z. B. Methylamin, ganz analog wie mit Ammoniak selbst, indem sich alkylirte Amide einer Pyrrolincarbonsäure bilden, z. B.



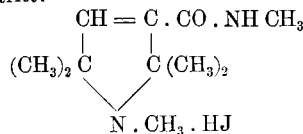
α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäuremethylamid.

Die so erhaltenen Basen sind somit isomer mit den n-Alkylderivaten des α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäureamids des Patents 109 345 (siehe vorstehend). Die Carbonsäurealkylamide sind ebenfalls befähigt, mit der Harnsäure leicht lösliche Salze zu bilden.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäurealkylamiden, darin bestehend, dass man Dibromtriacetonamin bez. dessen Salze mit primären aliphatischen Aminen umsetzt.

Darstellung von n-Alkylderivaten der α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäurealkylamide. (No. 109 348. Vom 21. Januar 1899 ab. Dr. Hermann Pauly in M.-Gladbach.)

Die Carbonsäurealkylamide des D.R.P. 109 347 (siehe vorstehend) können durch Einwirkung von Halogenalkylen bez. anderen analogen Alkylierungsmitteln in neue n-Alkylderivate übergeführt werden, bei welchen die Alkylgruppe in den Pyrrolinring selbst eintritt:



n-Methyl- α -tetramethylpyrrolin- β -carbonsäuremethylamid.

Diese n-Alkylderivate der α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäurealkylamide sind befähigt, mit der Harnsäure leicht lösliche Salze zu bilden.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von n-Alkylderivaten der α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäuremethylamide, darin bestehend, dass man Halogenalkyle bez. analoge Alkylierungsmittel auf die α -Tetramethylpyrrolin- β -carbonsäurealkylamide einwirken lässt.

Ferrocyanmagnesium) hergestellt, aus welchen erst dann Berliner-Blau indirect erzeugt wurde. Nach dem nachstehend beschriebenen Verfahren wird das Berliner-Blau, wie es als solches in der Gasreinigungsmasse enthalten ist, direct gewonnen.

Patentanspruch: Verfahren zur Isolirung von Berliner-Blau aus gebrauchter Gasreinigungsmasse mit oder ohne vorhergehende Extraction des Schwefels mit Schwefelkohlenstoff, darin bestehend, dass man die Gasreinigungsmasse zuerst mit mässig verdünnter Salzsäure (1:3) oder einer anderen hierzu geeigneten Säure vom freien Eisen-oxyl befreit, aus dem eventuell getrockneten Rückstande mit concentrirter roher Salzsäure das vorhandene Berliner-Blau auszieht und es aus dieser Lösung schliesslich durch Zusatz von Wasser vollständig herausfällt.

Herstellung einer schwer schmelzbaren Masse aus Asphalt. (No. 110 302. Vom 11. Juli 1899 ab. Vereinigte Elektrizitäts-Actien-Gesellschaft in Wien.)

Für viele Zwecke, besonders aber zur Herstellung von Lacken, war es erwünscht, die natürlichen Asphalte derart zu verändern, dass der Erweichungs- bez. Schmelzpunkt wesentlich erhöht wird, ohne dass der Asphalt dabei seine tiefschwarze Farbe, seinen Glanz und seine Löslichkeit in flüchtigen organischen Lösungsmitteln verliert. Durch eine derartige Vorbehandlung wird der Asphalt zur Herstellung von schützenden Überzeugen als Ausfüllungsmittel, als Isolationsmittel oder als Kittmittel vorzüglich geeignet, da er bei diesen Verwendungszwecken oft weit über 100° C. liegenden Temperaturen, ohne zu erweichen, widerstehen muss. Durch das vorliegende Verfahren kann man den Schmelzpunkt des Asphalts ohne fremde Zusätze bis auf 180° C. und darüber erhöhen. Dasselbe besteht darin, dass man den Asphalt der trockenen Destillation bis zu einem Grade unterwirft, bei welchem zwar eine genügende Veränderung, aber noch nicht Koksbildung eingetreten ist. Die rechtzeitige Unterbrechung der eingeleiteten trockenen Destillation ist das wesentliche Moment des Verfahrens. Bei gewöhnlichen Sorten von Trinidad-Asphalt kann beispielsweise bei der Destillation durch Abtreiben von 10 Proc. flüchtiger Stoffe eine Masse von 180° C. Schmelzpunkt erhalten werden, welche durch andauerndes Erhitzen mit Benzin am Rückflusskühler vollständig in Lösung geht.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer in Lösungsmitteln, wie Benzin, löslichen Masse von hohem Schmelzpunkte, dadurch gekennzeichnet, dass natürlicher Asphalt der trockenen Destillation unterworfen und diese unterbrochen wird, bevor die Abscheidung von Kohle erfolgt.

Darstellung eines rothbraunen, Baumwolle direct färbenden Schwefelfarbstoffes. (No. 110 360. Vom 4. Mai 1899 ab. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

Ein rothbrauner, Baumwolle direct färbender Schwefelfarbstoff wird erhalten, wenn man Trinitro-p-amidodiphenylamin mit Schwefel und

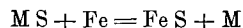
Schwefelalkali verschmilzt. Das Ausgangsmaterial entsteht durch Umsetzen von 1-Chlor-2,4-dinitrobenzol mit Nitro-p-Phenylendiamin, wobei man zweckmässig in wässrig-alkoholischer Lösung bei Gegenwart salzsäurebindender Mittel, z. B. von Acetaten, arbeitet.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines rothbraunen Baumwollfarbstoffes, darin bestehend, dass man das durch Einwirkung von 1-Chlor-2,4-dinitrobenzol auf Nitro-p-phenylendiamin erhaltliche Trinitro-p-amidodiphenylamin mit Schwefelalkalien erhitzt.

Klasse 40: Hüttenwesen.

Behandlung von Kupfer-, Nickel-, Kobalt-, Blei- und Silbererzen im elektrischen Ofen. (No. 108 946. Vom 24. Februar 1899 ab. Compagnie électro-métallurgique des procédés Gin et Leleux in Paris.)

Das patentirte Verfahren hat den Vorzug, dass es den bis jetzt bekannten Behandlungsweisen gegenüber beträchtlich wirtschaftlicher ausgeführt werden kann. In einem elektrischen Ofen werden die Elektroden aus einem solchen Metall gebildet, dessen Verbindungswärme mit den Metalloiden, die die auszuscheidenden Metalle zurückhalten, grösser ist als die der in dem Erze enthaltenen Metalle. Hier dient der Strom, der ein Gleich- oder Wechselstrom sein kann, nur zur Erzeugung einer für die Reaction nöthigen Temperatur. Ein Hauptpunkt der Erfindung ist, dass für die Anwendung des Verfahrens vorher keine Röstung oder Schmelzung erforderlich ist. Das Erz wird dem Schmelzprocess in einem elektrischen Ofen unterworfen, wo es die Rolle eines zwischen die Elektroden eingeschalteten Widerstandes spielt; z. B. können die Elektroden aus Eisen gebildet sein. Die schwefel-arsen-antimonhaltigen Blei-, Silber-, Kupfer- und Nickel- etc. Verbindungen werden in der durch den Strom erzeugten hohen Temperatur durch das Eisen ausgeschieden; bei dieser Reaction werden Schwefeleisen, Schwefelarsen und -antimon gebildet. Da alle diese Reactionen nach der Formel



eine exothermische Wärmeentwicklung mit sich bringen, so wird die aufzuwendende Elektrizitätsmenge unbedeutend und lediglich dem Wärmehaufwand entsprechen, welcher nach Abzug des aus diesen exothermischen Reactionen erwachsenden Wärmegewinnes erforderlich ist, um das Erz zu schmelzen und im Schmelzfluss zu erhalten.

Patentansprüche: 1. Die Behandlung von Kupfer-, Nickel-, Kobalt-, Blei- und Silbererzen im elektrischen Ofen, in welchem der Strom nur als Wärmequelle benutzt wird, um die Verbindung der Metalloide, welche im Erze mit den auszuscheidenden Metallen vereinigt sind, mit einem Metall, welches eine der Elektroden bildet, durch exothermische Reactionen zu ermöglichen. 2. Die Anwendung des durch Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens zur Behandlung von Nickel- und Kobalterzen, bei dem eine eiserne Elektrode und eine aus Stahl oder anderem wenig schmelzbaren Metall und mit einer Nickelschicht bedeckte Sohle

benutzt wird. 3. Die Anwendung des durch Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens zur Behandlung von Blei-, Silber- und Kupfererzen, bei dem eine aus Stahl oder Kohle gebildete Sohle und eine eiserne Elektrode benutzt wird.

Klasse 78: Sprengstoffe, Zündholzherstellung.

Sprengkapsel aus durchsichtigem bez. durchscheinendem Material. (No. 108 708. Vom 7. Mai 1898 ab. Westfälisch-Anhaltische Sprengstoff-Act.-Ges. Coswig i. A. in Wittenberg.)

Um eine möglichst vollkommene Wirkung der Sprengladung der Patrone zu erzielen, ist es wünschenswerth, dieselbe in ihrer ganzen Länge gleichmässig zur Detonation zu bringen. Um dies zu erreichen, ist es aber erforderlich, der Sprengkapsel eine solche Länge zu geben, dass die Sprengladung in ihrer ganzen oder doch so gut wie ganzen Länge von derselben durchdrungen wird. Dies wird wie folgt erreicht: Eine Sprengkapsel von sehr grosser Länge und dabei sehr geringem Durchmesser ragt durch die Ladung (Fig. 4) bis

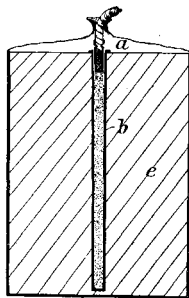


Fig. 4.

nahezu an den Boden der Patrone, giebt also eine durch die ganze Länge der Ladung reichende Ladesäule und bewirkt infolge dessen eine in der ganzen Länge stattfindende Detonation. Die bisher bestehende Schwierigkeit, derartige lange Zündhütchen zu füllen, wird hierbei dadurch vermieden, dass die Sprengkapsel *b* aus Leimgelatine, Nitrocellulose, Gelatine (Celluloid) mit oder ohne Zugabe von Nitroglycerin oder anderer als Sprengstoff wirkender Substanzen gegossen wird; dieselbe kann auch aus Horn oder Glas oder anderem durchsichtigen oder durchscheinenden Material hergestellt sein, und zwar fast so lang, wie es die Sprengpatrone *C* selbst ist; der Durchmesser kann dabei ein sehr geringer sein. Man ist auf diese Weise im Stande, chemische Körper, welche unter Anwendung der bisherigen Zündhütchen keine explosiven Eigenschaften zeigten, als ausserordentlich brisante Sprengstoffe zu verwenden.

Patentansprüche: 1. Sprengkapsel aus durchsichtigem bez. durchscheinendem Material, wie z. B. Leimgelatine, Celluloid, Horn oder Glas, im Besondern von grosser Länge und verhältnissmässig geringem Durchmesser zwecks Schaffung einer hohen Ladesäule. 2. Der Zusatz als Sprengstoff wirkender Substanzen zu dem Material der durch

Anspruch 1 geschützten Kapseln bez. die Herstellung der Kapseln aus Sprengstoff selbst.

Klasse 89: Zucker- und Stärkegewinnung.

Montejus oder Safftheber mit Druck- und Flüssigkeitsregulierung. (No. 108 155. Vom 1. März 1898 ab. Richard Luhn in Haspe i. W.)

Vorliegende Erfindung betrifft ein Montejus oder einen Safftheber, welcher sich von bisher bekannten ähnlichen Vorrichtungen mit Druck- und Flüssigkeitsregulierung dadurch unterscheidet, dass nicht nur die Abstellung des Saffthebers, sondern auch der Angang durchaus selbstthätig erfolgt. Im Wesentlichen wird dieser neue technische Effect durch eine Schwimmhebelvorrichtung (Fig. 5) erreicht,

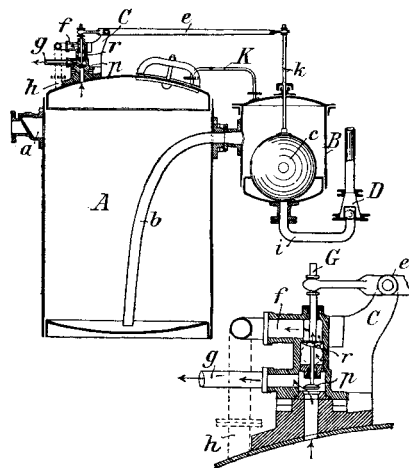


Fig. 5.

welche wechselseitig das Flüssigkeits-, Dampf- und Luftventil beeinflusst. Erst hierdurch lässt sich ein vollkommen sicherer und schneller Dauerbetrieb des Saffthebers erzielen.

Patentanspruch: 1. Montejus mit Druck- und Flüssigkeitsregulierung, dadurch gekennzeichnet, dass das Flüssigkeits-, Dampf- und Luftventil (*a p r*) des Druckbehälters (*A*) durch eine Schwimmhebelvorrichtung (*c k e*) des Regulators (*B*) wechselseitig beeinflusst werden, wodurch nicht nur Abstellung, sondern auch Angang des Montejus selbstthätig erfolgt, zum Zwecke, einen vollkommen sicheren und schnellen Dauerbetrieb des Montejus zu erzielen. 2. Montejus nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass der Querschnitt des Dampfrohres (*h*) und Ventils (*r*) bez. des Steigrohres (*b*) grösser ist als derjenige des Luftrohres (*g*) und Ventils (*p*) bez. des Ablaufrohres (*i*), und dass der Druckbehälter (*A*) mit dem Regulator (*B*) durch ein Rohr (*K*) verbunden ist, zum Zwecke, die selbstthätige Regulierung möglichst momentan zu machen. 3. Montejus nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Flüssigkeitsventil (*a*), Steigrohr (*b*), Regulator und Rückschlagventil wechselweise höher liegen, um ein vollständiges Entleeren des Regulators (*A*) zu sichern.

Vorrichtung zur Regelung der Dampf-Einströmung an Verdampfapparaten. (No. 108 449. Vom 27. Januar 1899 ab. Friedrich Schoof in Magdeburg-Wilhelmstadt.)
Vorliegende Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung (Fig. 6), um mit Dampf zu speisende Apparate, wie z. B. die in der Zuckerindustrie gebräuchlichen Verdampfapparate, möglichst schnell auf diejenige Dampfspannung zu bringen, bei welcher dieselben arbeiten sollen, und dauernd möglichst genau auf dieser Spannung zu halten.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Regelung der Dampf-Einströmung an Verdampfapparaten, dadurch gekennzeichnet, dass eine von dem Gehäuse des Hauptventiles *c* durch einen Kolben *k* getrennte Dampfkammer *f*, welche einerseits (durch Rohr *e*) mit dem Zuleitungsrohr *a* für den Heizdampf, andererseits (durch Rohr *g*) mit dem Verdampfapparat *b* in Verbindung steht, durch ein Nebenventil *h* von dem Verdampfapparat *b* dann abgeschlossen wird, wenn der Druck im Verdampfapparat *b* die der Schliessbewegung des Nebenventils *h* entgegengerichtete Spannung einer Schraubenfeder *r* überwindet.

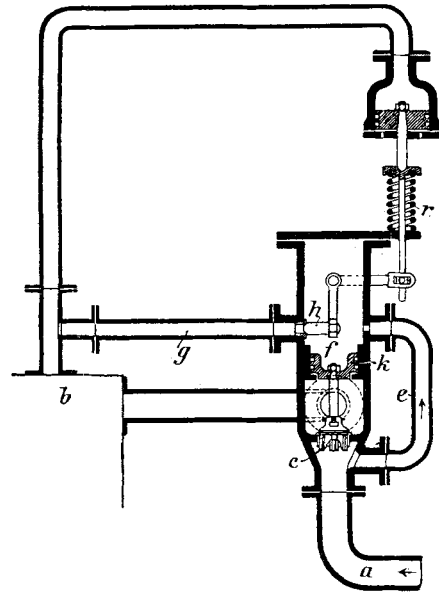


Fig. 6.

Wirthschaftlich-gewerblicher Theil.

Der Düngemittel-Verbrauch in Süd-Australien.

M. Der Consul der Vereinigten Staaten von Amerika zu Adelaide hat dem „Bureau of Foreign Commerce“ zu Washington einen Bericht über den Consum von künstlichen Düngemitteln in Süd-Australien zugehen lassen, dem wir die nachstehenden Einzelheiten entnehmen.

Das eigentliche Süd-Australien hat einen Flächeninhalt von 243 244 800 Acres (1 Acre = 0,40 467 ha); hiervon befinden sich 191 697 920 Acres oder fast 79 Proc. ausserhalb der Grafschaftsbezirke und sind noch völlig unbekanntes Land. Von dem Rest von 51 546 880 Acres standen i. J. 1898 2 604 122 Acres unter Bearbeitung, und zwar waren 90 Procent hiervon mit Cerealien, der Hauptsache nach Weizen, angebaut. Während in früheren Zeiten der Boden 20—40 Bushels Weizen pro Acre brachte, ist der durchschnittliche Ertrag allmählich infolge der Erschöpfung des Ackers einerseits und dadurch, dass man den Anbau auch auf Gegenden ausdehnte, die ausserhalb der regelmässigen Regenzone liegen, bis auf 7 Bushels pro Acre zurückgegangen. Die seitens des Agricultural College, der verschiedenen landwirthschaftlichen Bureaux, sowie der Presse gemachten Anstrengungen, die Farmer von dem Werthe künstlicher Düngemittel zu überzeugen, sind bis vor ungefähr 5 Jahren ohne nennenswerthes Resultat geblieben; es bedurfte der praktischen Erfolge einiger vorgeschrittener Landwirthe, um die Anwendung künstlicher Düngemittel zu verallgemeinern. Seitdem ist der Verbrauch allerdings äusserst schnell gestiegen; i. J. 1896 belief sich derselbe auf ca. 5000 tons, für welche die Farmer £ 25 000 zu zahlen hatten; während d. J. 1897 stieg er auf ca. 14 000 tons

zum Preise von £ 60 000 und i. J. 1898 auf 25 000 tons, die den Landwirthen £ 75 000 kosteten. Berechnet man 1 Cwt. pro Acre, so wurden im Jahre 1898 ca. 500 000 Acres künstlich gedüngt, während im 1897 220 000 Acres und im Jahre 1896 nur 60 000 Acres künstlichen Dünger erhielten.

Von den zur Verwendung kommenden Düngemitteln sind ungefähr 90 Proc. Phosphate, zum grössten Theil mineralisches Superphosphat, mit einem von den Verkäufern garantirten Gehalt von 35—38 Proc. löslichem phosphorsauren Kalk. Der Preis stellt sich auf ca. £ 4/17/6 pro long ton (= 1016 kg.) Knochensuperphosphat wird zum Preise von ca. £ 5/15 pro long ton gehandelt mit einem Gehalt von 14 Proc. löslichem Phosphat, 20 Proc. unlöslichem Phosphat, 3 Proc. Stickstoff und geringen Mengen Kali. Dieses Düngemittel findet bisher nur wenig Verwendung, da der australische Boden in der Regel hinreichenden Stickstoff besitzt und die in dem Dünger enthaltenen 3 Proc. Stickstoff andererseits ca. £ 1/10 pro ton kosten. Auch der Gebrauch von Thomasschlacke hat sich als nicht besonders vortheilhaft erwiesen; er empfiehlt sich für torfige und leichte Sandboden. Infolge des leichten Regenfalles ist das australische Land aber meistens reichlich mit Kalk versehen und arm an Wasser. Die Schlacke enthält 25 bis 40 Proc. phosphorsauren Kalk und wird zum Preise von ca. £ 3/10 pro long ton verkauft. Der Werth desselben richtet sich hauptsächlich nach seiner Feinheit; von dem auf den australischen Markt gebrachten Artikel garantiren die Händler meistens 80—90 Proc. von solcher Feinheit, dass er durch ein Sieb geht, das 10 000 Maschen pro Quadratzoll besitzt. Knochenmehl wird in einigen Gegenden angewandt, die einen besonders