

## Patentbericht.

### Klasse 6: Bier, Branntwein, Wein, Essig, Hefe.

#### Destillir- bez. Rectificirapparat. (No. 124867.

Vom 28. November 1899 ab. Gust. Ullrich in Ratingen bei Düsseldorf.)

Der Destillirapparat (Fig. 2) kennzeichnet sich dadurch, dass bei ihm eine vollkommene Gegenströmung der einen verhältnissmässig langen Weg in einem kleinen Raum zurücklegenden Flüssigkeit gegenüber den aufsteigenden Dämpfen stattfindet und dass die Dämpfe über die Flüssigkeit hinziehen, ohne dass sie dieselbe durchdringen müssen.

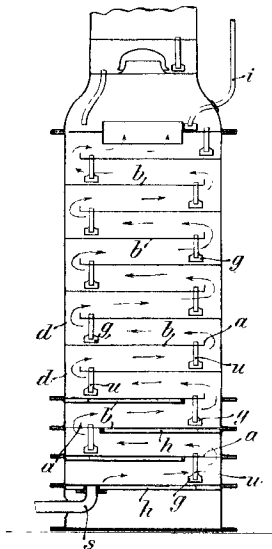


Fig. 2.

**Patentanspruch:** Destillir- bez. Rectificirapparat, dadurch gekennzeichnet, dass in einem Gehäuse horizontale, im unteren Theil des Apparats zweckmässig doppelwandige Böden (*b*) abwechselnd an der einen und an der anderen Seite der Wandung befestigt und an dem von der Wandung abstehenden Ende je mit einem erhöhten Rand und mit je einem in einen Flüssigkeitsverschluss (*g*) tauchenden Überlaufrohr *u* versehen sind, derart, dass die im Zickzackwege von unten nach oben der auf den Böden (*b*) niederfließenden Flüssigkeit entgegenströmenden Dämpfe gezwungen sind, zunächst den unteren Theil eines jeden Bodens und sodann die auf dem Boden befindliche Flüssigkeit zu bestreichen, ohne letztere zu durchdringen.

### Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

#### Abtreibeapparat für Ammoniakwasser. (No. 124978. Vom 28. März 1901 ab. Berlin-Anhaltische Maschinenbau-Actien-Gesellschaft in Berlin.)

Vorliegende Erfindung bezieht sich auf die bekannten Apparate zur Verarbeitung von Am-

moniakwasser, welche aus einer Anzahl über einander liegender Zellen bestehen, in deren oberste das Rohwasser eintritt, um bei Durchfließen der einzelnen Zellen mit von unten eingeführtem Wasserdampf in Berührung gebracht zu werden. Um die Rohre *a* (Fig. 3 u. 4), welche den Überlauf des abzutreibenden Wassers aus einer Zelle in die andere bez. den Auslauf vermitteln und wegen der sich bildenden Ablagerungen häufiger Reinigung bedürfen, leicht zugänglich zu machen, werden dieselben gemäss vorliegender Erfindung zweckmässig in der aus Fig. 3 und 4 ersichtlichen Weise in die Wandung des Apparates verlegt und mit einer durch einen Deckel *b* oder dergl. verschliessbaren Öffnung versehen, welche die Reinigung der Rohre *a* von aussen ermöglicht. Zu diesem Zwecke erhalten die Rohre *a* vortheilhaft eine muldenförmige Gestalt (Fig. 4).

Fig. 3.

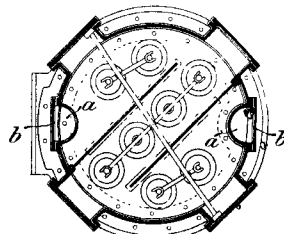
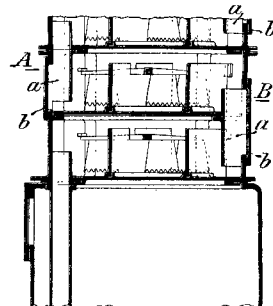
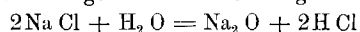


Fig. 4.

**Patentanspruch:** Abtreibeapparat für Ammoniakwasser, gekennzeichnet durch in die Wandung des Apparates verlegte, zweckmässig muldenförmig gestaltete Überlaufrohre (*a*), welche mit einer durch einen Deckel (*b*) oder dergl. verschliessbaren, die Reinigung der Rohre von aussen ermöglichenden Öffnung versehen sind.

#### Verarbeitung von Kochsalz auf Soda und Salzsäure im ununterbrochenen Betriebe. (No. 125389. Vom 15. April 1900 ab. Emile Jolicard in Lyon.)

Das vorliegende Verfahren bezweckt die Verarbeitung von Kochsalz auf Soda und Salzsäure in ununterbrochenem Betriebe und beruht im Wesentlichen auf der Einwirkung von Wasserdampf auf geschmolzenes und verdampftes Chloratrium. Die gemäss der Gleichung



verlaufende Reaction, welche seit Gay-Lussac bekannt ist, wurde zur Erzeugung von Soda und Kochsalz bereits mehrfach versuchsweise benutzt. Der praktischen Durchführung des Processes und seiner Einführung in die chemische Grossindustrie standen bis jetzt erhebliche Schwierigkeiten im Wege, welche einen erträglichen und ununterbrochenen Betrieb nicht zulassen. Der Process ist bekanntlich eine stark endothermische Reaction und bedarf demnach zu seiner Durchführung einer ganz bedeutenden Wärmezufuhr. Nach dem vorliegenden Verfahren sollen die vorhandenen Schwierigkeiten überwunden werden.

Fig. 5.

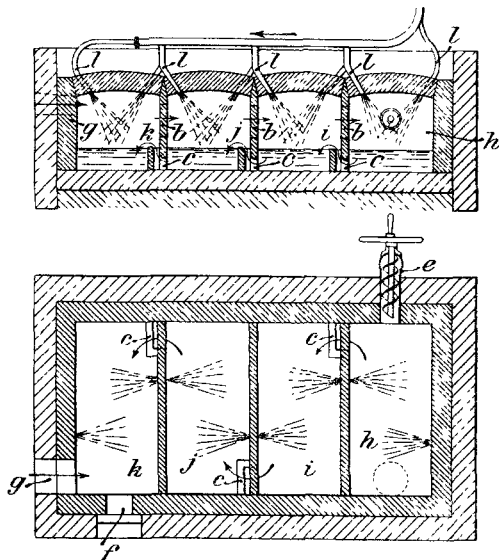


Fig. 6.

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Verarbeitung von Kochsalz auf Soda und Salzsäure im ununterbrochenen Betriebe, dadurch gekennzeichnet, dass Kochsalz nach dem Gegenstromprincip der Einwirkung von Wasserdampf und der Verbrennungsproducte kohlenstoffhaltiger Materialien oder der Einwirkung des Verbrennungsproducte kohlenstoff- und wasserstoffhaltiger Materialien unter bis zur Verdampfung des Kochsalzes steigender Temperatur ausgesetzt wird, wobei durch geeignete Vorkehrungen nur der specifisch schwerere Antheil des Reactionsproductes befördert und dadurch ein an Soda reiches Endproduct erzielt wird. 2. Ein zur Ausführung des Verfahrens gemäss Anspruch 1 dienender mehrkammeriger Ofen (Fig. 5 u. 6) mit unten durchbrochenen Zwischenwänden und den Öffnungen vorgebauten Wehren zwecks Überführung des specifisch schwereren Antheils der Schmelze von einer Kammer in die folgende, sowie mit an den Decken der Kammern abwechselnd gegenüberstehend angeordneten Gebläsedüsen zwecks inniger Vermengung der Heiz- und Reactions gases mit der schmelzflüssigen Masse.

**Reinigung des nach dem Magnesiaverfahren dargestellten Kaliummagnesiumcarbonats.** (No. 125 987. Vom 24. März 1901 ab. Salzbergwerk Neu-Stassfurt in Neu-Stassfurt bei Stassfurt.)

Kaliummagnesiumcarbonat muss, bevor es zur Gewinnung von Kaliumcarbonat verarbeitet wird, von dem durch Wechselzersetzung gebildeten Chlormagnesium gereinigt werden, da letzteres eine Rückzersetzung des Kaliumcarbonats herbeiführt. Bei Versuchen zeigte es sich, dass die Reinigung des Kaliummagnesiumcarbonats mittels Wassers oder mittels kohlensäurehaltigen Wassers ausführbar ist, aber sehr rasch bewirkt werden muss, wenn man die Zersetzung desselben, die durch längere Einwirkung des Wassers herbeigeführt wird, vermeiden will. Weitere Versuche ergaben, dass die Reinigung des Kaliummagnesiumcarbonats durch geringe Mengen schlammiger Bestandtheile sehr erschwert wird, und dass man einen ausserordentlichen Fortschritt dadurch erzielen kann, wenn man die schlammigen Bestandtheile von dem körnigen Kaliummagnesiumcarbonat vor der Reinigung des letzteren trennt.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Reinigung des nach dem Magnesiaverfahren dargestellten Kaliummagnesiumcarbonats von Chlormagnesium mittels Wassers, kohlensäurehaltigen Wassers, Magnesiumcarbonatlösung oder mittels Salzlösungen, die Kaliumcarbonat nicht zersetzen, dadurch gekennzeichnet, dass man die schlammigen Bestandtheile vom Kaliummagnesiumcarbonat trennt, bevor man die Waschung desselben vornimmt.

**Darstellung von Oxyden, insbesondere ätzenden Oxyden aus den betreffenden Haloid- oder Sauerstoffsalzen.** (No. 125 986; Zusatz zum Patent 123 862<sup>1)</sup> vom 18. August 1900. Dr. Eduard R. Besemfelder in Charlottenburg.)

**Patentanspruch:** Das durch Patent 123 862 geschützte Verfahren zur Darstellung von Oxyden, insbesondere ätzenden Oxyden, aus den betreffenden Haloid- oder Sauerstoffsalzen, dahin abgeändert, dass auf die abwechselnde Einwirkung von Wasserdampf und Luft auf das in den Generator gelieferte kohlenstoffhaltige Gemisch, also auch auf die Erzeugung von Wassergas und Generator- oder Abgas und damit auf die Trennung der verschiedenen, der auf einander folgenden Einwirkung von Wasserdampf und Luft ihre Entstehung verdankenden gasförmigen Producte verzichtet wird, vielmehr das wie in dem Hauptpatent für die Reaction im Generator vorbereitete Gemisch der gleichzeitigen Einwirkung von Wasserdampf und Luft ausgesetzt wird, wodurch nur ein Gas (Kraftgas begleitet von gemischten gas- oder dampfförmigen Säuren und Elementen, stammend aus dem angewendeten Salz) gebildet und die Apparatur nur von innen durch transportirte Wärme beheizt wird.

**Herstellung von trockenem, in Wasser leicht löslichem Alkalisilicat aus Alkalisilicatlösungen.** (No. 126 794. Vom 28. November 1900 ab. Carl Reim in Odessa.)

Das Verfahren bezweckt, das Alkalisilicat den interessirten Industrien möglichst wasserarm, jedoch in einer Beschaffenheit zugänglich zu machen, die es den Consumenten ermöglicht, sich am Orte

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chemie 1901, 954.

des Verbrauchs ohne Anwendung besonderer Apparaten oder von Alkalien lediglich durch Zusatz von Wasser diejenige wässrige Alkalisilicatlösung herzustellen, welche der jeweilige Zweck erforderlichlich macht.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung von trockenem, in Wasser leicht löslichem Alkalisilicat aus Alkalisilicatlösungen, darin bestehend, dass man die Lösung in Tropfen oder Strahlen oder Schichten theilt und diese Theile einer jeweilig im Wesentlichen nur so lange andauernden Verdampfung aussetzt, bis sie aus dem flüssigen eben in den festen Aggregatzustand übergegangen sind.

**Directe Darstellung von Cyanalkalien aus Alkalimetall, Ammoniak und Kohle.** (No. 126241. Vom 16. September 1900 ab. Deutsche Gold- und Silber-Scheide-Anstalt vorm. Roessler in Frankfurt a. M.)

In der Patentschrift 90999 ist gesagt, dass die Cyanidsynthese aus Alkalimetall, Ammoniak und Kohle in einer Operation nur ganz ungenügende Resultate liefere, weil die dabei einzuhaltende, für die Bildung des Cyanids erforderliche hohe Temperatur die glatte Bildung des Alkaliamids verhindere. Um eine glatte Cyanidsynthese aus obigen Materialien mit guter Ausbeute zu ermöglichen, ist es nach der angezogenen Patentschrift nöthig, den Process in zwei Operationen, in zwei Apparaten vor sich gehen zu lassen. Es hat sich nun ergeben, dass dieses unnöthig und dass die wichtige Cyanidsynthese aus Natrium, Ammoniak und Kohle in einem Apparat und in einer Operation ausführbar ist, wenn die in der Patentschrift 124 977<sup>1)</sup> niedergelegten Beobachtungen verworthen werden.

**Patentanspruch:** Ein Verfahren zur directen Darstellung von Cyanalkalien aus Alkalimetall, Ammoniak und Kohle, dadurch gekennzeichnet, dass man, um die anderenfalls eintretende Zersetzung von Amid zu vermeiden, intermediär ein Dialkalicyanamid bildet, indem man ausser dem Alkalimetall und der Kohle die zur Bildung des Cyanamids jeweils notwendige Menge Cyanid in dem Reactionsgefäss vorschlägt und bei einer nur wenig über dem Schmelzpunkt des Cyanids gelegenen Temperatur Ammoniak einleitet.

**Ofenfutter für Natron- und Sulfat-Schmelzöfen der Zellstofffabrikation.** (No. 126242.

Vom 1. Juli 1900 ab. Willi Schacht in Niederlössnitz b. Dresden.)

Das Ofenfutter wird hergestellt aus einem gestampften Beton, welcher aus gemahlenem, event. Magnesia-Eisen-Thonerdesalze-haltigem Ätzkalk und abgekochtem, wasserfreiem (destillirtem) Theer besteht. Dieses Ofenfutter ist von absoluter Haltbarkeit und ohne chemische Beeinträchtigung des Obenbetriebes bez. der Ofenbestandtheile und des Ofeninhaltes. Der Theer dient lediglich dazu, um den Ätzkalk vor schneller Zersetzung durch äussere Einflüsse zu schützen und um ein Bindemittel abzugeben, das die verfeinerten Kalksalze wieder in zusammenhängende, feste Formen bringt, denen

weder Fugen noch Lücken eigen sind. Der Ätzkalk selber erhält sich völlig unveränderlich gegen die hochehitzen Ofensalze und feuerflüssigen Natronverbindungen. Dieses betonirte Kalkfutter ist sowohl für horizontale Flammöfen als auch für Thurmöfen, sowie für Drehöfen anwendbar.

**Patentanspruch:** Ein Ofenfutter für Natron- und Sulfatschmelzöfen der Zellstofffabrikation, bestehend aus einer Mischung von event. Magnesia-Eisen-Thonerdesalze-haltigem Ätzkalk mit wasserfreiem Theer.

**Darstellung von Salicylglycolsäure.** (No. 125988. Vom 21. August 1900 ab. Knoll & Co. in Ludwigshafen a. Rh.)

Die Salicylglycolsäure krystallisirt aus Chloroform oder Benzol in schönen prismatischen oder blätterigen Krystallen. Charakteristisch für die Säure ist die Bildung schön krystallisirter saurer Alkalisalze. Die Salze der Salicylglycolsäure schmecken nicht süß wie salicylsaures Natron, sondern meist schwach bitter. Die Säure und ihre Salze sollen therapeutische Verwendung finden.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Salicylglycolsäure und ihren Salzen, darin bestehend, dass man einen Salicylglycolsäureester der Verseifung mittels Alkalien bei niederen Temperaturen unterwirft.

**Darstellung von Salicylglycolsäure.** (No. 125 989; Zusatz zum Patente 125 988 (siehe vorstehend). Vom 21. August 1900. Knoll & Co. in Ludwigshafen a. Rh.)

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Salicylglycolsäure, darin bestehend, dass man einen Salicylglycolsäureester anstatt mit Alkalien, wie im Hauptpatent beansprucht, mit Säuren verseift.

**Darstellung von 1,4-Nitroacetylamidoanthrachinon und 1,4-Nitroamidoanthrachinon.** (No. 125391. Vom 5. Juli 1900 ab. Farbfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Durch Nitriren der Acetylverbindung des  $\alpha$ -Amidoanthrachinons entsteht in glatter Weise 1,4-Nitroamidoanthrachinon bez. dessen Acetylderivat. In Folge der p-Stellung der Nitro- und Amidogruppe ist das so erhaltene Nitroamidoprodukt ein werthvolles Ausgangsmaterial zur Darstellung von wichtigen Farbstoffen, welche aus dem Amidoanthrachinon nicht darzustellen sind. Auch kann man davon ausgehend zu dem bisher unbekannten p-Diamidoanthrachinon gelangen.

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung von 1,4-Nitroacetylamidoanthrachinon, darin bestehend, dass man das Acetyl- $\alpha$ -Amidoanthrachinon nitriert. 2. Verfahren zur Darstellung von 1,4-Nitroamidoanthrachinon, darin bestehend, dass man die gemäss Anspruch 1 dargestellte Acetylverbindung verseift.

**Darstellung einer Schwefligsäureverbindung des  $\alpha$ -Isatinanilids.** (No. 125916. Vom 19. Januar 1901 ab. Joh. Rud. Geigy & Cie. in Basel.)

Wird in eine wässrig-alkoholische Lösung von  $\alpha$ -Isatinanilid Schwefeldioxyd eingeleitet, so ent-

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chemie 1901, 1168.

färbt sich die dunkelbraune Lösung schnell unter starker Erwärmung und scheidet eine zu gleichen Moleculen aus  $\alpha$ -Isatinanilid und schwefliger Säure ( $\text{H}_2\text{SO}_3$ ) bestehende Verbindung in Form eines gelblich weissen krystallinischen, in Wasser und Alkohol schwer löslichen Pulvers ab. Dieses Schwefligsäureadditionsproduct kann als Zwischenproduct zur Darstellung von künstlichem Indigo dienen.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung einer Schwefligsäureverbindung des  $\alpha$ -Isatinanilids, darin bestehend, dass man  $\alpha$ -Isatinanilid entweder als freie Base in einem geeigneten Lösungsmittel der Einwirkung von schwefliger Säure in Gegenwart von Wasser oder in Form seines Chlorhydrates der Einwirkung saurer schwefligsaurer Alkalien unterwirft.

**Gewinnung von Gallussäure.** (No. 126 042. Vom 5. September 1900 ab. Adolph Heine-  
mann in Boston, V. St. A.)

Bei der Fabrikation von Gallussäure ist bekanntlich die Gewinnung der nach dem Auskrystallisiren der Säure in der Mutterlauge noch verbliebenen Gallussäure in reinem Zustande mit Schwierigkeit verknüpft. Es wurde nun gefunden, dass man unter gewissen Bedingungen die Gallussäure der Mutterlaugen zum weitaus grössten Theil nahezu rein in Form ihres Bleisalzes abscheiden kann. Zu diesem Zweck muss man auf 1 Mol. der Säure 1 bis 1,25 Mol. Blei, am besten als essigsäures oder basisch essigsäures Blei, in ganz schwach essigsaurer Lösung verwenden und die Concentration so halten, dass nicht mehr als 2 Proc. freier Essigsäure entstehen können. Nach dem Auswaschen mit Wasser oder schwacher Essigsäure zersetzt man das Gallat mit verdünnter

Schwefelsäure und erhält so eine Lösung, aus der die Gallussäure rein auskrystallisiert. Bei Einhaltung der angegebenen Mengenverhältnisse ist die Quantität der sich der Fällung entziehenden Gallussäure gering; um den Rest der Säure zu gewinnen, stumpft man nunmehr die freie Säure nahezu ab und fällt mit einem Überschuss von Bleisalz (2—4 Mol. Blei auf 1 Mol. Gallussäure) in ganz schwach saurer Lösung.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Gewinnung von Gallussäure aus solche enthaltenden Mutterlaugen, gekennzeichnet durch die Fällung der Laugen mit Bleisalzen in schwach essigsaurer Lösung unter Verwendung von ca. 1—1,25 Mol. Blei auf 1 Mol. Gallussäure und Einhaltung solcher Concentration, dass nicht über 2 Proc. freie Essigsäure entstehen können.

**Darstellung von Camphidon und Camphidin.** (No. 126 196. Vom 18. September 1900 ab. C. F. Boehringer & Söhne in  
Waldhof-Mannheim.)

Durch elektrolytische Reduction von Camphersäureimid  $\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{NO}_2$  erhält man einen Camphidon genannten Körper  $\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{NO}$ . Die Reaction verläuft analog der Bildung von Pyrrolidon aus Succinimid, und wie hierbei durch weitergehende Reduction gleichzeitig etwas Pyrrolidin entsteht, so bildet sich auch aus Camphersäureimid neben dem Camphidon ein noch höher hydrirter Körper, das Camphidin. Diese neuen Producte sollen wegen ihrer campherartigen Wirkungen pharmaceutische Verwendung finden.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Camphidon und Camphidin durch elektrolytische Reduction des Camphersäureimids in saurer Lösung.

## Wirthschaftlich-gewerblicher Theil.

### Schlackencement in den Vereinigten Staaten von Amerika.

M. Die Production von Schlackencement wurde in den Vereinigten Staaten von Amerika zuerst i. J. 1897 unternommen. Das Erscheinen des neuen Artikels im Markte wurde anfangs mit grossem Misstrauen begrüsst; die stetig zunehmende gewaltige Steigerung der Nachfrage hat indess eine erhebliche Erhöhung der Production der neuen Art Cement zur Folge gehabt. Dieselbe stellte sich für:

	Im Werthe von Doll.
1897 auf ca. 35,000 Fass (à 400 Pfd.)	
1898 - - 157,662 - - -	235,721
1899 - - 244,751 - - -	360,800
1900 - - 493,150 - - -	715,067.

Die Production hat sich hiernach in dem vergangenen Jahre mehr als verdoppelt. Der bezahlte Preis stellte sich auf Doll. 7,99 pro 1 metric ton im Durchschnitt, gegenüber Doll. 8,10 im vorhergehenden Jahre. An der Production theiligen sich u. A. die Illinois Steel Co., die Knickerbocker Cement Co., die Standard Silica Cement Co. und die Maryland Cement Co.

Über die Eigenschaften des amerikanischen Schlackencements hielt William Kendrick Hatt, Professor der angewandten Mechanik an der Purdue-Universität zu Lafayette im Staate Indiana, in der am 15. Februar d. J. zu Indianapolis abgehaltenen Jahresversammlung der Indiana Engineering Society einen interessanten Vortrag. Der Redner definirte den Unterschied zwischen Portlandcement und Schlackencement, indem er ausführte, dass ein Cement, welches durch Calciniren einer Mischung von Schlackensand und Kalkstein gewonnen werde, als Portlandcement zu bezeichnen sei, während ein Cement, welches durch Vermahlung einer ohne Anwendung von Hitze hergestellten Mischung von pulverisirter granulirter Schlacke und gelöschtem Kalk producirt werde, sich als Schlackencement darstelle; der charakteristische Unterschied liegt in der Calcinirung des Productes zu einem Klinker. Das specifische Gewicht des Schlackencementes beträgt ungefähr 2,8, dasjenige von Portlandcement 3,10.

Der Vortrag enthielt auch die Resultate, welche an der Purdue-Universität durch praktische Untersuchungen von amerikanischem Schlacken-