

Eine einfache Betriebscontrole kann durch Bestimmung der specifischen Gewichte ausgeführt werden. Zuverlässig sind die Resultate allerdings nur, wenn Schwefelsäure und Kieselfluorwasserstoffsäure nicht als Verunreinigungen beigemengt sind. Letztere verändern das specifische Gewicht in empfindlicher Weise. Die Bestimmungen sind stets mit Platinaräometern auszuführen, wie sie zu diesem Zwecke im Handel sind. Nachstehende Tabelle giebt den Zusammenhang zwischen specifischem Gewicht und dem Concentrationsgrad wieder. Dieselbe wurde unter

Einhaltung aller in Betracht kommenden Vorsichtsmaassregeln ausgeführt und weicht von einer früher von C. Eckelt in dieser Zeitschrift<sup>1)</sup> veröffentlichten Tabelle bedeutend ab. Die angewandte Säure war chemisch rein, die verwendeten Glaspipetten waren gut paraffinirt und genau ausgemessen, ebenso die angewendeten Araometer; das verwendete Normalalkali war vollkommen carbonatfrei; die verwendeten Glaszyylinder, Bechergläser und Glasstäbe vollkommen dicht mit Paraffin überzogen.

## Patentbericht.

### Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

**Gewinnung eines Ammoniumnitrat-Natriumnitratgemisches.** (No. 127 187. Vom 6. März 1901 ab. Jean Vilhelm Skoglund in Brooklyn, V. St. A.)

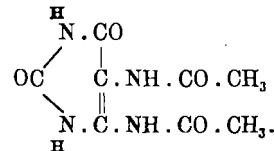
Die Erfindung bezieht sich auf die Gewinnung eines Ammoniumnitrat-Natriumnitratgemisches, bei welchem der Procentgehalt an Ammoniumnitrat beliebig hoch sein kann. Ein Gemisch derartiger Salze eignet sich unter Voraussetzung einer billigen Herstellungsweise vortheilhaft zur Erzeugung von Sprengstoffen.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Gewinnung eines Ammoniumnitrat-Natriumnitratgemisches aus Natriumnitrat und Ammoniumsulfat, dadurch gekennzeichnet, dass nach Beseitigung der Hauptmenge des durch die doppelte Umsetzung entstandenen Natriumsulfates die noch in der Lösung in Form von Natrium- und Ammoniumsulfat vorhandene Schwefelsäure mittels einer sie in Form eines un- oder schwerlöslichen Salzes niederschlagenden Verbindung entfernt und die Mutterlauge abgedampft oder der Krystallisation unterworfen wird, zu dem Zwecke, ein einen grösseren oder geringeren Procentgehalt an Ammoniumnitrat aufweisendes Salzgemisch von hoher Reinheit zu erzeugen.

**Darstellung von (4,5)-Diacetyldiaminouracil.** (No. 126 797. Vom 16. October 1900 ab. C. F. Boehringer & Söhne in Waldhof bei Mannheim.)

Durch Einwirkung von Essigsäureanhydrid auf Harnsäure gelangt man zum (8)-Methylxanthin (vergl. Patent 121 224<sup>1)</sup>). Es wurde nun weitergefunden, dass bei dieser Reaction intermediately das Diacetyl derivat eines benachbarten Diamins entsteht. Die Verbindung bildet sich aus der Harnsäure unter Aufspaltung des Fünfringes und gleichzeitiger CO<sub>2</sub>-Abspaltung und muss ihrer Entstehungsweise nach als (4, 5)-Diacetyldiaminouracil oder (4, 5)-Diacetyldiamino-(2, 6)-dioxyuridin bezeichnet werden; sie entsteht neben (8)-Methylxanthin, wenn man Harnsäure mit Essig-

säureanhydrid nur so lange kocht, bis eine Probe des schwerlöslichen Reactionsproductes beim kurzen Erwärmern nicht mehr ammoniakalische Silberlösung reducirt. Das Diacetyldiaminouracil soll als Ausgangsmaterial zur Darstellung pharmaceutischer Produkte Verwendung finden. Es besitzt der Analyse zufolge die Formel C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub> und seiner Bildungsweise entsprechend die Constitution



Es besitzt keinen Schmelzpunkt; es sintert von 300° ab zusammen unter Braunkärbung und zerersetzt sich allmählich bei höherer Temperatur.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von (4,5)-Diacetyldiaminouracil, darin bestehend, dass man Harnsäure mit Essigsäureanhydrid bei Gegenwart oder in Abwesenheit eines Condensationsmittels wie Pyridin so lange erhitzt, bis eine Probe des Reactionsproductes bei nur kurzem Erwärmen ammoniakalische Silberlösung nicht mehr reducirt, worauf man die Diacetylverbindung durch Auskochen mit Wasser aus dem Rohproduct isolirt.

**Darstellung von o,o-Dinitrodiphenyl und seinen Derivaten.** (No. 126 961. Vom 22. Januar 1901 ab. Dr. Fritz Ullmann in Genf, Schweiz.)

Lösungen von Diazoniumsalzen, dargestellt z. B. aus Anilin, p-Chlor- oder p-Bromanilin, reagiren selbst bei niedriger Temperatur sehr energisch auf Cuprohaloide unter Stickstoffentwicklung und Bildung der entsprechenden Halogenverbindung. Ganz anders verläuft die Reaction dagegen bei Verwendung von o-Nitroanilinderivaten. Hier bilden sich bei der Zersetzung der entsprechenden Diazolösung mittels Cuprochlorid in der Kälte hauptsächlich o,o-Dinitrodiphenylderivate, während das entsprechende Halogenderivat in untergeordneter Menge entsteht.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von o,o-Dinitrodiphenyl und seinen Derivaten, darin bestehend, dass man die wässrige Lösung

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chemie 1901, 660.

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chem. 1898, 298.

von o,o-Nitrodiazoverbindungen in der Kälte mit Cuprochlorid behandelt.

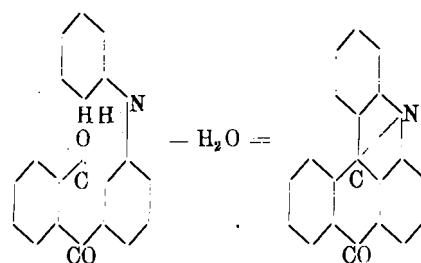
**Darstellung von Phenylglycin-o-carbonsäure.** (No. 127 178. Vom 25. November 1900 ab. Badische Anilin- und Soda-fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Es wurde gefunden, dass man die mit den bisher bekannten Verfahren verbundenen Übelstände vermeiden kann, wenn man die Anthranilsäure und Chloressigsäure in zweckmässig äquimolekularen Mengen unter Zusatz der für die Neutralisation derselben erforderlichen Menge einer Base aufeinander einwirken lässt. Einerseits verläuft die Reaction alsdann schon bei niedriger Temperatur in glatter Weise, so dass eine Zersetzung der gebildeten Phenylglycin-o-carbonsäure gänzlich vermieden werden kann. Andererseits veranlasst bei dieser Reaction die sich bildende Salzsäure das Entstehen des entsprechenden sauren Salzes der Phenylglycin-o-carbonsäure, welches durch die Eigenschaft ausgezeichnet ist, in kaltem Wasser nahezu unlöslich, in mässig warmem Wasser sehr wenig löslich zu sein und sich in Folge dessen fast vollständig auszuscheiden. Dadurch wird dasselbe aus der Flüssigkeit entfernt, und es kann eine weitere Einwirkung der Chloressigsäure und damit eine Bildung von Anthranilodiessigsäure nicht stattfinden.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung der Phenylglycin-o-carbonsäure in Form ihrer schwer löslichen sauren Salze, darin bestehend, dass man die neutralen Alkali- oder Erdalkalizalze der Anthranilsäure und der Chloressigsäure in wässriger Lösung, zweckmässig bei Temperaturen unter 100° C., auf einander einwirken lässt.

**Ueberführung von  $\alpha$ -Alphylidoanthrachinonen in acridinartige Substanzen.** (No. 126 444. Vom 10. Juni 1900 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

Es wurde gefunden, dass beim Behandeln von  $\alpha$ -Alphylidoanthrachinonen und deren Substitutionsprodukten mit wasserentziehenden Mitteln neue Verbindungen entstehen, welche sich von den Ausgangsmaterialien durch einen mehr oder weniger ausgeprägten stärkeren basischen Charakter unterscheiden und welche auf Grund ihrer Eigenschaften und Zusammensetzung wahrscheinlich Acridinderivate darstellen, deren Bildung auf einer unter Wasseraustritt erfolgenden inneren Condensation beruht. Die Entstehung des einfachsten Repräsentanten dieser Körperklasse, des Derivates aus  $\alpha$ -Monaquiloanthrachinon, wäre daher durch folgendes Schema auszudrücken:



Als geeignete Condensationsmittel werden beispielsweise genannt: Chlorzink, Phosphorsäure, Salzsäure, Schwefelsäure u. s. w. Bei Anwendung von Schwefelsäure ist deren Concentration selbstverständlich so zu wählen, dass keine Sulfirung eintritt. Beispielsweise ist eine Schwefelsäure von 60 bis 80 Proc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehalt zur Condensation vorzüglich geeignet. Die so erhaltenen neuen Producte sind zum grossen Theil durch hervorragendes Krystallisierungsvermögen ausgezeichnet. Sie besitzen eine grosse Reactionsfähigkeit und es lassen sich aus ihnen die verschiedensten neuen, zum Theil stark gefärbten Derivate erhalten, so dass diese Reactionsfähigkeit in Verbindung mit der leichten Herstellungsweise diese neuen vermutlichen Acridinderivate als technisch sehr werthvolle Ausgangsmaterialien für die Darstellung von Farbstoffen erscheinen lässt. Zum Theil sind die neuen Producte sogar schon direct als Farbstoffe verwendbar.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Überführung von  $\alpha$ -Alphylidoanthrachinonen in acridinartige Substanzen, welche aus ersteren durch Condensation unter Wasseraustritt sich bilden, darin bestehend, dass man  $\alpha$ -Alphylidoanthrachinone und deren Derivate mit solchen Mitteln behandelt, welche wasserentziehend, aber nicht sulfurirend wirken.

**Vacuumverdampfapparat.** (No. 126 792. Vom 15. September 1900 ab. Ber Klimker in Kischineff, Russland.)

Bekanntlich müssen die in der Weinsäure- etc. Fabrikation verwendeten Vacuumapparate aus Hartblei hergestellt sein. Da dieselben, um den Druck

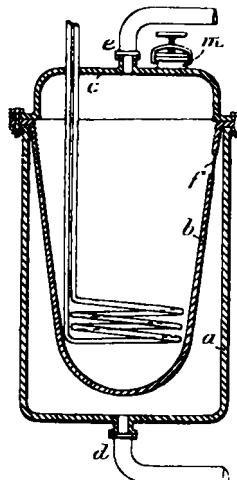


Fig. 1.

aushalten zu können, eine recht bedeutende Wanddicke (40 mm) besitzen müssen, so ist die Anlage einer oder zweier solcher Vacuumapparate für kleinere Betriebe in Folge der hohen Kosten kaum möglich. Außerdem erfordern dieselben häufige Reparaturen. Alle diese Übelstände kann man dadurch vermeiden, dass man den eigentlichen Verdampfer (Fig. 1) noch mit einem Mantel umgibt, der gleichfalls evakuiert wird. Da in Folge dessen im Verdampfer wie im Mantel gleicher Druck herrscht, so kann ein Eindrücken, eine Corrosion oder dergl. nicht stattfinden, auch wenn das Innengefäß aus

verhältnissmässig dünnem Material hergestellt wird. Bei einer derartigen Anordnung kann aber leicht in Folge nachlässiger Ventilstellung etc. eine Druckverschiedenheit im Verdampfer und Mantel auftreten, die eine Durchbrechung des Innengefäßes und sonstige Störungen zur Folge haben würde. Dies wird durch den Apparat des Erfinders vermieden.

**Patentanspruch:** Vacuumverdampfapparat mit Doppelmantel, bei welchem das Aussengefäß (*a*) dem gleichen Vacuum ausgesetzt wird wie das Innengefäß (*b*), dadurch gekennzeichnet, dass im oberen Theile des Innengefäßes (*b*) eine Sicherheitsplatte aus dünnem Material angebracht ist, zum Zweck, bei innerhalb der beiden Gefässe auftretenden Druckverschiedenheiten ein Zerreissen der Platte und damit einen Druckausgleich herbeizuführen.

### Klasse 23: Fett- und Oelindustrie.

Apparat zur Herstellung einer freie Kohlensäure enthaltenden sauren Harzseife.

(No. 125 994. Vom 26. Juni 1900 ab.

Dr. Charles Louis Culmann in Hamburg.)  
Bisher wurden zur Herstellung von Harzseife zwei Methoden angewendet, nämlich 1. Kochung in offenen Kesseln; diese Methode erfordert aber zur Erzielung eines brauchbaren Fabrikates eine unverhältnissmässig lange Zeitdauer; 2. Kochen in geschlossenen Gefässen unter verhältnissmässig hohem Druck und erhöhter Temperatur. Bei diesem

wodurch erreicht wird, dass die Vortheile der beiden oben genannten Verfahren vereinigt und in Bezug auf Zeitersparniß übertroffen werden, unter Vermeidung ihrer Mängel. Der hohe Kohlensäuregehalt bewirkt bei dem Verdünnen der Seife mit warmem Wasser eine theilweise Spaltung des neutralen Resinates unter Vermehrung des bereits vorhandenen freien Harzes.

**Patentanspruch:** Apparat zur Herstellung einer freie Kohlensäure enthaltenden, sauren Harzseife, dadurch gekennzeichnet, dass in einem offenen, beheizten Kochgefäß eine Schnecke angeordnet ist, über welche eine innere, im Scheitel mit Ablassrohr (*p*) und absperrbaren Auslassöffnungen (*n*) versehene Glocke (*t*) und eine zweite, über die Innenglocke gestreifte Aussenglocke (*q*) gestülpt ist, in welche das in der Innenglocke durch die Schnecke hochgetriebene Seifengemisch durch die Auslassöffnungen eintritt und wieder in das Kochgefäß zurückgelangt, wobei es die in der Innenglocke angesammelte Kohlensäure mitreisst und wieder aufnimmt.

### Klasse 39: Horn, Elfenbein, Kautschuk, Gutta-percha und andere plastische Massen.

Herstellung eines Kautschukersatzstoffes.

(No. 126 969. Vom 3. October 1900 ab.  
Carl Adolph Resen Steenstrup in Kopenhagen.)

Der Gegenstand vorliegender Erfindung besteht in einer Verbesserung des Verfahrens zur Verwerthung von altem Kautschuk und Kautschukabfällen, nach welchem diese mit Öl oder Ölabfall unter Zusatz von Oxydationsmitteln hoch erhitzt werden. Bisher hat man als solche Oxydationsmittel Silberglätté und Braunstein verwendet, ist dabei aber zu schlechten Ergebnissen gekommen, insfern das gewonnene Product brüchig und spröde wurde, besonders an der Oberfläche. Dieser Übelstand wird völlig vermieden und ein gleichmässiges weiches und genügend festes Erzeugniss gewonnen, wenn man während des Kochens unter intensivem Umrühren reichlich Luft zuführt.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung eines Kautschukersatzstoffes, dadurch gekennzeichnet, dass Kautschukabfälle in trocknenden Ölen gelöst und die Lösung unter Rühren und beständigem Durchleiten von Luft stark erhitzt wird.

### Klasse 40: Hüttenwesen, Legirungen (ausser Eisenhüttenwesen).

Elektrolytische Darstellung von reinem Eisen aus Eisenchlorür. (No. 126 839. Vom 2. December 1900 ab. Firma E. Merck in Darmstadt.)

Verfahren zur galvanischen Abscheidung von Eisen-niederschlägen sind schon seit geraumer Zeit bekannt. Allen aber hafteten Mängel an<sup>1)</sup>, von denen ein nicht geringer darin bestand, dass nur

<sup>1)</sup> Hicks & O'Shea, Zeitschr. f. Elektrochem. II, 406.

Winteler, Zeitschr. f. Elektrochem. IV, 338.

Horns, Zeitschr. f. Elektrochem. II, 648.

Haber, Zeitschr. f. Elektrochem. IV, 410.

Krämer, Chem. Centralbl. 1861, 273.

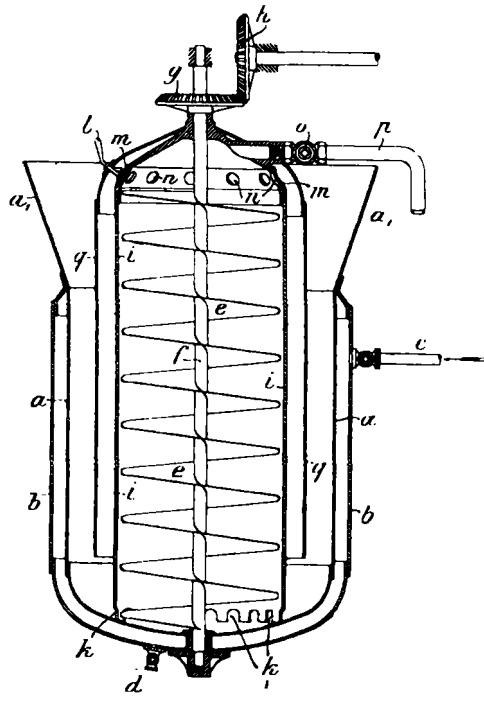


Fig. 2.

letzteren Verfahren wird wohl die Dauer der Herstellung der Seife bedeutend abgekürzt, dagegen wird durch die hohe Temperatur die Kohlensäure vollständig ausgetrieben. Die vorliegende Erfindung bezweckt durch Verwendung eines besonderen Apparates (Fig. 2) die Herstellung einer an freier Kohlensäure reichen, sauren Harzseife in äusserst kurzer Zeit,

unter grossem Zeitaufwand die Niederschläge in der gewünschten Form und Beschaffenheit erhalten werden konnten. Vor allen Dingen aber war es unmöglich, Eisenniederschläge von beliebiger Dicke zu erzeugen. Es hat sich nun aber herausgestellt, dass man doch zu denselben gelangen kann, wenn man auf die gleichzeitige Erfüllung dreier Bedingungen sein Augenmerk richtet: 1. rasche und kräftige Bewegung der Laugen oder der Kathode, 2. Einhaltung erhöhter Temperatur und 3. Anwendung von Eisenchlorür allein. Beispiel: In ein Elektrolysisgefäß, welches Anoden aus Eisen und eine bewegliche Kathode aus geeignetem Metall, oder auch eine feststehende Kathode und eine entsprechende Rühr- oder Kreislaufvorrichtung für den Elektrolyten enthält, wird eine Lösung von 100 kg Eisenchlorür in 100 kg Wasser eingefüllt. Man erwärmt nun den Elektrolyten auf ungefähr 70°, setzt die mechanischen Vorrichtungen in Bewegung und leitet sodann einen Strom von 3 bis 4 A/qdm Kathodenfläche ein. Sowie der Niederschlag die gewünschte Dicke erreicht hat, wird er mitsamt der Kathode rasch aus dem Bade entfernt und nach dem Ablösen der ersten gewaschen und getrocknet.

**Patentanspruch:** Verfahren zur elektrolytischen Darstellung von reinem Eisen aus Eisenchlorür, dadurch gekennzeichnet, dass man eine heiße Lösung von Eisenchlorür unter Bewegung des Elektrolyten oder der Kathode der Einwirkung des elektrischen Stromes unterwirft.

**Behandeln von Schwefelerzen.** (No. 126 832; Zusatz zum Patente 116 863<sup>1)</sup> vom 18. Juni 1898. James Swinburne in London.)

Das Patent 116 863 schützt ein Verfahren der Verarbeitung von Schwefelerzen, nach welchem die auf genügende Temperatur bei Luftabschluss erhitzen Erze unter Durchleitung von Chlor in Schwefel und Metallchloride zerlegt werden. Das nachstehend beschriebene Verfahren ist eine weitere Ausbildung des ersten. Dasselbe besteht darin, dass die vortheilhaft in zerkleinertem Zustande in einem geeigneten Tiegel oder dergl. erhitzen Erze bei Luftabschluss mit Chlorschwefelverbindungen behandelt werden. Die Ausführung dieses Verfahrens kann sich sowohl auf Erze allein beziehen, welche durch geeignete mechanische Hülfsmittel in ununterbrochener Bewegung erhalten werden, um ein Krustenbildnen derselben oder Backen zu vermeiden, oder aber auf Erze, welche zu demselben Zwecke in einem aus geeigneten Chloriden bestehenden Bade erhitzt werden können. Um ein gleichmässiges Erhitzen der Erze zu bewerkstelligen, ist es in der Praxis angezeigt, das Entwicklungsgefäß (Tiegel oder dergl.) in einem Bleibade zu erhitzen. Die Temperatur liegt oberhalb 600° C. Der zur Behandlung der Erze dienende Chlorschwefel wird vortheilhaft durch den Boden oder am Boden des Tiegels derart eingeführt, dass er die Masse, welche am zweckmässigsten auf Rothglühhitze erhitzt wird, vollkommen durchdringt,

wodurch das Chlor an die Metalle abgegeben wird und Metallchloride bildet, während der Schwefel überdestillirt und in einer entsprechenden Vorlage aufgefangen und condensirt wird. Der so erhaltene Schwefel ist verhältnissmässig rein und kann für gewerbliche Zwecke ohne Weiteres verwendet werden. Die gebildeten Metallchloride können dann, falls Edelmetalle oder gute Metalle vorhanden sind, durch Elektrolyse auf solche behandelt werden, oder andererseits durch die gleiche Arbeitsweise zur Wiedergewinnung des Chlors dienen.

**Patentanspruch:** Eine Ausbildung des in der Patentschrift 116 863 gekennzeichneten Verfahrens, darin bestehend, dass die Erze in einem geeigneten Tiegel oder dergl. auf geeignete Temperatur, vortheilhaft in einem aus leicht schmelzbaren Chloriden gebildeten Bade, bei Luftabschluss erhitzt und hierauf der Einwirkung von Chlorschwefelverbindungen ausgesetzt werden.

**Chloriren von gold- und silberhaltigen sulfidischen Mischerzen.** (No. 126 840. Vom 4. December 1900 ab. Engène Hildt in Paris.)

Vorliegendes Verfahren beruht auf der Einwirkung von Chlorsauerstoffverbindungen, welche man durch Zersetzung von Chloraten in geschlossenem Gefäß bei 50 bis 60° C. in Gegenwart einer angesäuerten Lösung von Chlormagnesinm bei mässigem Druck erhält, wobei die Masse in beständiger Bewegung gehalten wird. Alle Verfahren, welche sich von dem Plattner'schen ableiten, erfordern eine ziemlich lange Zeit, um das Gold anzugreifen, und lassen das Silber als unlösliches Chlorsilber zurück, welches nur durch eine besondere Behandlung ausgezogen werden kann. Diese Übelstände werden vermieden, wenn man eine Lösung von Chlormagnesium anwendet, deren Wirksamkeit in gesättigtem Zustand mehr als  $\frac{1}{3}$  mal grösser ist als die einer Chlornatriumlösung; so können beispielsweise 2 kg Silber und mehr in einem Cubikmeter bei 60° C. gelöst werden. Diese Flüssigkeit kann so lange gebraucht werden, bis sie mit Silber gesättigt ist, ist außerdem nach einer gewissen Anzahl von Arbeiten leicht zu regenerieren und liefert nicht nur Silber, sondern auch Kupfer, Zink, Blei etc., welche sich darin angesammelt haben. Durch die gleichzeitige Anwendung nascender Reagentien, einer bestimmten Temperatur und geeigneten Druckes, der abbeizenden Wirkung des Chlormagnesiums auf das mit Chlorsilber eingehüllte Gold und schliesslich einer laugsaamen und beständigen Bewegung der drehbaren geschlossenen Trommeln oder dergl. kann man aus äusserst complexen und allen Behandlungen widerstrebenden Erzen in zwei Stunden 85 bis 90 Proc. Gold und 40 bis 45 Proc. Silber gewinnen.

**Patentanspruch:** Verfahren zum Chloriren von gold- und silberhaltigen sulfidischen Mischerzen in geschlossenen, sich drehenden Behältern unter mässigem Druck mittels Chloraten, dadurch gekennzeichnet, dass die Chlorate in Verbindung mit einer angesäuerten heißen Chlormagnesiumlösung zur Verwendung kommen.

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chemie 1901, 42.