

Patentbericht.

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Darstellung reiner Kohlensäure neben Natriumbisulfit aus Natriumcarbonat. (No. 132 623. Vom 13. Juni 1900 ab. Henry Howard in Brookline (V. St. A.)

Die vorliegende Erfindung hat zum Gegenstand eine Art der fabrikatorischen Gewinnung von Kohlensäuregas, welche ermöglicht, dieses Product bei vollkommener Reinheit auf billige Weise neben Natriumbisulfit aus Natriumcarbonat mittels eines einfachen continuirlichen Proesses zu erhalten.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung reiner Kohlensäure neben Natriumbisulfit aus Natriumcarbonat, dadurch gekennzeichnet, dass man das event. gelöste Natriumcarbonat mit einer Natriumbisulfatlösung zersetzt, die durch Sättigen der bei dieser Zersetzung neben der reinen Kohlensäure entstehenden neutralen Sulfatlösung mit Schwefigsäuregas aus Schwefelöfen (Kiesöfen u.s.w.) erhalten wird, und dabei einen Theil der Bisulfatlösung je nach Erforderniss zur Verwendung zu irgend welchen Zwecken absondert.

Darstellung von Isocyanäureestern. (No. 133 760. Vom 8. October 1901 ab. Vereinigte Chininfabriken Zimmer & Co., G. m. b. H. in Frankfurt a. M.)

Die Gewinnung der Isocyanäureester in grösserem Maassstabe war seither sehr schwierig oder unmöglich, da die bekannten Methoden sich nicht zur fabrikatorischen Darstellung eignen. Es ist nun gelungen, in sehr einfacher Weise Amine quantitativ in Isocyanate überzuführen, indem man das trockene salzaure Amin mit der gleichmolekularen Menge Phosgen (oder besser einem kleinen Überschuss davon), welches in Benzol, Xylo oder dgl. gelöst ist, einige Stunden im Autoclav auf 120°, also auf verhältnismässig niedrige Temperatur erhitzt und dann destillirt. Die Isocyanate werden so fast völlig rein und in vorzüglicher Ausbeute erhalten. Nach nochmaliger Destillation sind sie gänzlich rein. Beispiel: 13 kg trockenes salzaures Anilin und 11 kg Phosgen, welche in 40 kg Benzol gelöst sind, werden im Autoclav 3 Stunden auf 120° erhitzt. Die Reaction geht nach der Gleichung

$$C_6H_5NH_2 \cdot HCl + COCl_2 = C_6H_5.NCO + 3HCl$$

vor sich.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Isocyanäureestern, darin bestehend, dass man die Salze primärer aromatischer Amine mit Phosgen in Gegenwart eines Verdünnungsmittels unter Druck erhitzt.

Darstellung von Acetylencarbonsäureestern der Reihen C₈ und C₉. (No. 133 631. Vom 8. Januar 1901 ab. Charles Moureu in Paris.)

An keinem der von den bekannten Acetylencarbonsäuren abgeleiteten Ester sind bisher Eigenschaften beobachtet worden, welche eine technische Verwendbarkeit dieser Verbindungen begründen

könnten. Es wurde nun gefunden, dass die Acetylencarbonsäuren der Reihen C₈ und C₉ (Patent 132 802)¹⁾ sich einerseits normal verestern lassen, und dass die Ester dieser Säuren andererseits Eigenschaften besitzen, welche sie als Riechstoffe für die Parfümerie technisch verwendbar machen. Die Ester der Acetylencarbonsäuren können endlich auch als Ausgangsmaterialien für die Darstellung von Estern der β-Ketonsäuren mit der gleichen Kohlenstoffanzahl dienen, welche ebenfalls in der Parfümerie zu verwenden sind.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Acetylencarbonsäureestern der Reihen C₈ und C₉, darin bestehend, dass man die gemäss Patent 132 802 darstellbaren Acetylencarbonsäuren oder deren Chloride auf Alkohole einwirken lässt, oder die Natriumverbindungen von Heptin (I) oder Oktin (I) mit den Estern der Chlorameisensäure zur Umsetzung bringt.

Darstellung von 5-Amidoacetylantranilsäure. (No. 133 679. Vom 31. October 1900 ab. Ferd. Adolf Pertsch in Avully.)

Die 5-Amidoacetylantranilsäure ist, wie Versuche gezeigt haben, ein äusserst werthvolles Ausgangsmaterial für die Darstellung von Azofarbstoffen. Diese Säure lässt sich leicht aus der bekannten, ohne Schwierigkeit aus Salicylsäure darstellbaren 5-Nitro-2-antranilsäure gewinnen, wenn man diese Säure acetylirt und darauf reducirt.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von 5-Amidoacetylantranilsäure, darin bestehend, dass 5-Nitroantranilsäure acetylirt und darauf reducirt wird.

Gewinnung von Ellagsäure aus solche enthaltenden Rohstoffen. (No. 133 458. Vom 11. September 1901 ab. Chemische Fabrik Dr. Adolf Heinemann in Eberswalde.)

Die Ellagsäure ist in den sie enthaltenden Gerbstoffmaterialien nur zum Theil in freier, in Wasser löslicher Form vorhanden, während ein Theil in gebundener Form zugegen ist und sich in dieser Form nicht in Wasser löst. Das unlösliche Ellagsäurederivat wird durch Erhitzen mit verdünnter Schwefelsäure aufgespalten, unter Bildung von freier Ellagsäure, welche nach der Filtration dem Rückstande entzogen werden kann. Die Wahrnehmung, dass in den Ellagsäure enthaltenden Gerbstoffmaterialien ein Theil der Säure in wasserunlöslicher, durch verdünnte Säuren aufspaltbarer Form vorhanden ist, ist neu und für die technische Darstellung der Säure sehr wesentlich, da sie eine erheblich grössere Ausbeute an Ellagsäure aus dem Rohstoff sichert, als bisher erzielt wurde.

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung von Ellagsäure aus dieselbe enthaltenden gerbstoffhaltigen Rohstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass man den bei der Extraction der Rohstoffe mit Wasser verbleibenden Rückstand mit ver-

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1902, 719.

dünnter Schwefelsäure erhitzt, filtrirt und aus dem Rückstande die freigewordene Ellagsäure abscheidet, zweckmässig durch Auskochen mit Natron-

lauge, Versetzen der Lösung mit Salmiak und Zerlegen des ausgeschiedenen Ammonsalzes durch Mineralsäure.

Wirtschaftlich-gewerblicher Theil.

Die Gold- und Silber-Production der Welt in den Jahren 1899—1901.

[Schluss von S. 793.]

M. Die Silber-Production der Welt ist im vergangenen Jahre erheblich zurückgegangen; sie belief sich auf insgesamt 174 851 391 Troy-Unzen (= 5 438 443,2 kg) gegenüber 180 093 364 Troy-Unzen (= 5 599 216,2 kg) im vorhergehenden Jahre; die Abnahme beträgt hiernach 5 241 973 Troy-Unzen (= 55 3718,8 kg) oder fast 3 Proc. Noch bedeutender ist der Rückgang in dem

Handelswerth des geförderten Edelmetalles; er sank von Doll. 110 451 012 i. J. 1900 auf Doll. 103 074 891 im vergangenen Jahre, d. h. um 7 376 121 Doll. oder um ca. 6 $\frac{2}{3}$ Proc. Es entspricht dies dem im Laufe des letzten Jahres eingetretenen Preissturz für Silber, so dass das Metall durchschnittlich loco New York i. J. 1901 mit nur 58,95 Cents pro 1 Unze bezahlt wurde, während im vorhergehenden Jahre es sich im Mittel auf 61,33 Cents hielt.

Auf die einzelnen Länder vertheilte sich die Production in nachstehender Weise:

Silber-Production der Welt.

Land	Mengen in Fein-Unzen		Handelswerth in Doll.	
	1900	1901	1900 61,33 Cts. pro Unze	1901 58,95 Cts. pro Unze
Nord-Amerika:				
Vereinigte Staaten	59 561 797	59 653 788	36 529 250	35 165 902
Canada	4 468 225	5 078 318	2 740 362	2 993 668
Mexico	55 804 420	55 152 340	34 224 851	32 512 301
Central-Amerika:	1 446 795	1 072 095	887 319	632 000
Süd-Amerika:				
Argentinien	383 561	383 561	235 238	226 109*
Bolivia	10 432 685	9 329 941	6 398 366	5 500 000*
Chile	5 772 791	5 772 789	3 540 453	3 403 059*
Columbia	2 800 000	2 520 000	1 717 240	1 485 540
Ecuador	81 000	84 818	49 677	50 000
Peru	6 590 955	6 655 257	4 042 433	3 923 274*
Europa:				
Österreich	1 272 279	1 272 279	780 289	750 008
Ungarn	649 511	649 511	389 345	382 887
Frankreich	452 268	452 268	277 376	266 612*
Deutschland	5 412 589	5 412 589	3 319 028	3 190 721*
Griechenland	1 011 856	1 011 856	620 571	596 489*
Italien	1 002 115	1 002 115	614 597	590 746*
Norwegen	147 895	147 895	90 704	87 184*
Russland	112 175	112 775	68 797	66 127*
Serbien	18 386	18 326	11 276	10 803*
Spanien	5 909 418	5 909 418	3 624 246	3 483 602
Schweden	61 955	61 955	37 997	36 522*
Türkei	429 280	65 363	268 233	38 581*
Gross-Britannien	190 850	167 000	117 048	98 447*
Asien:				
Holländisch-Ost-Indien	73 690	73 690*	45 194	43 440
Japan	1 895 398	1 895 398*	1 162 448	1 117 337
Australien:	14 063 244	10 848 420	8 624 988	6 395 144
Sonstige Länder:	48 226	48 226	29 577	28 429
Zusammen	180 093 364	174 851 391	110 451 012	103 074 891

Den grössten Ausfall weist Australien auf, die Production ist hier um 3 214 824 Fein-Unzen (= 99 991,4 kg) oder fast 28 Proc. der Menge nach und um 2 229 844 Doll. oder fast 26 Proc. dem Werthe nach zurückgegangen. Ebenso ist die Silber-Production in Bolivia um mehr als 1 Mill. Unzen gesunken. In Mexico beläuft sich die

Abnahme auf ca. 650 000 Fein-Unzen. Die grösste Zunahme hat die Silberförderung in Canada erfahren; sie stieg hier nämlich um mehr als 600 000 Fein-Unzen.

Auch in den Vereinigten Staaten von Amerika, welche auch in diesem Metalle die Führung beibehalten haben, ist die Production der