

Die Methode liefert bei dieser Art der Ausführung auf 1—3 Zehntelmilligramm Quecksilber genaue Resultate.

Außerdem geben die Verf. eine kritische Bemerkung der bisherigen für die Bestimmung des Quecksilbers im Harn empfohlenen Methoden. —
-br-

W. Herbig. Über die Einwirkung verdünnter Mineralsäuren auf Öle und über Fehlerquellen bei der üblichen Glycerinbestimmung. (Chem. Revue 9, 275; 10, 6.)

Die sonst vorgeschriebene Zersetzung von Türkischrotöl durch konzentrierte Salzsäure unter erhöhtem Druck läßt sich auch durch Kochen des Öls mit verdünnter Salz- oder Schwefelsäure am Rückflußkühler ersetzen. Hierbei ist jedoch zu beachten, daß die Verbindung zwischen Kochgefäß und Kugelrohr nicht mit Hülfe von Kautschuk oder Kork hergestellt werden darf, da die Säuredämpfe aus diesem organischen Stoffe aufnehmen, die sich dann in der sauren Flüssigkeit wiederfinden und auf alkalische Permanganatlösung einwirken. Es erscheint dann der Glyceringehalt höher, als der freigemachten Fettsäure entsprechen würde. Am besten setzt man das Kühlrohr mit Glasschliff in den Hals des Kochgefäßes ein. — Am Olivenöl wurde weiter die direkt verseifende Wirkung der verdünnten Salzsäure bei längerem Kochen nachgewiesen; die hierbei abgespaltene Glycerinmenge war aber viel geringer als bei Verwendung von Türkischrotöl. — Bei der Glycerinbestimmung in Seifen und Ölen sind die wasserlöslichen Fettsäuren, die mit dem Glycerin in Lösung gehen, zu berücksichtigen, da sie durch $KMnO_4$ ebenfalls oxydiert werden können; es läßt sich z. B. aus Lösungen von Essig-, Propion-, Butter-, Valerian- oder Capronsäure, die vorschriftsmäßig mit Chamäleonlösung gekocht worden waren, oxalsaurer Kalk fallen. Man sollte daher die Oxydation bei gewöhnlicher Temperatur ausführen, bei der keine Oxalsäure aus Fettsäure entsteht, Glycerin aber oxydiert wird. Ähnlich wie Glycerin verhalten sich übrigens auch Äther und wahrscheinlich die Paraffine.

Bo.

M. Dennstedt. Vereinfachte Elementaranalyse. (Z. anal. Chem. 41, 525.)

Der Verfasser hat im Jahre 1897 (diese Zeitschrift 462) eine einfache Methode für die Elementar-

analyse angegeben, welche die gleichzeitige Bestimmung von Kohlenstoff, Wasserstoff, Halogenen, Schwefel und Asche selbst in stickstoffhaltigen Substanzen gestattet. Nachdem diese Methode im Laufe der Jahre weitere Verbesserung und Vereinfachung erfahren hat, gibt Dennstedt in obiger Abhandlung eine einfache und kurze Anleitung, nach der jeder ohne Schwierigkeit zu arbeiten im stande ist. —
-br-

F. Bordas und S. de Raczkowski. Zur Bestimmung des Lecithins in der Milch. (Compt. rend. 134, 1592.)

100 ccm Milch läßt man unter Umrühren in ein Gemenge von 100 ccm 95-proz. Alkohol, 100 ccm Wasser und 10 Tropfen Essigsäure einfließen. Der Niederschlag wird abfiltriert und auf das Filter gebracht. Nach gutem Abtropfen verschließt man die Trichterröhre mittels eines Stückchens Gummischlauch und Klemme. Man gießt nun 50 ccm heißen absoluten Alkohol auf das Filter, bringt den Niederschlag durch Verrühren mit dem Alkohol in innigen Kontakt und läßt dann nach einiger Zeit den alkoholischen Auszug in eine Porzellanschale abfließen. Diese Operation wiederholt man noch zweimal mit je 50 ccm heißem Alkohol. Die drei alkoholischen Filtrate werden zur Trockne verdampft; den Trockenrückstand nimmt man mit einer geringen Menge einer Alkoholäthermischung (1 : 1) auf, filtriert und verdampft das Filtrat wiederum zur Trockene. Der Rückstand wird mit Kalilauge resp. Barytwasser verseift; man zerlegt die Seifenlösung mit sehr verdünnter Salpetersäure und filtriert die abgeschiedenen Fettsäuren ab. Das Filtrat, das die Glycerinphosphorsäure enthält, wird auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft. Den Trockenrückstand übergießt man mit 10 ccm konzentrierter Salpetersäure und führt alsdann die Bestimmung des Phosphors nach den Angaben von Marie (diese Zeitschrift 1900, 301) aus. Durch Multiplikation der gewogenen $Mg_2P_2O_7$ mit 1,5495 ergibt sich der Gehalt an Glycerinphosphorsäure in 100 ccm der angewandten Milch. Die übliche Umrechnung des $Mg_2P_2O_7$ auf Lecithin halten die Verfasser für untrüglich, da die Lecithine in ihrer Zusammensetzung sehr schwanken. So entspricht z. B. 1 Teil $Mg_2P_2O_7$ 7,12 Teilen des Lecithins der Oleomargarinsäure, jedoch nur 5,48 Teilen desjenigen der Oleobuttersäure. —
-br-

Patentbericht

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Apparat zur Darstellung von Schwefelsäure bez. Schwefelsäureanhydrid nach dem Kontaktverfahren. (No. 138 695. Vom 15. September 1900 ab. Aktiengesellschaft für Zinkindustrie vorm. Wilh. Grillo in Oberhausen (Rhld.) und Dr. Max Schroeder in Düsseldorf.)

Um die durch zu starken Wärmeverlust an den Wänden der Kesselapparate hervorgerufenen Übelstände zu beseitigen und eine annähernd voll-

kommen und gleichmäßige Umsetzung der Gase in den Kesselapparaten zu erzielen, werden diese Apparate gemäß vorliegender Erfindung dahin verbessert, daß in ihrem Innern die Strömungsrichtung der Gase selbsttätig eine wiederholte zwangsweise Änderung derartig erfährt, daß das gleichmäßige Emporströmen derselben Gasteile an den Kesselwänden verhindert wird. Die zwangsweise Ableitung der Gase von den Wänden wird bei kleineren Kesselapparaten (Fig. 1) dadurch erreicht, daß ein oder mehrere Zwischenböden a in angemessenen Abständen angeordnet werden, die mit einem oder wenigen Löchern b versehen sind,

durch welche sämtliche Gase hindurchströmen müssen, nachdem sie bereits einen Teil der Kontaktmasse passiert haben. Es werden demnach diejenigen Gase, welche bisher an den Seitenwänden durch die Kontaktmasse emporströmten, mit den im Innern aufsteigenden Gasen vollständig gemischt und verteilen sich mit gleichmäßiger Temperatur in der jeweiligen, darüber befindlichen Kontaktmassenfüllung, in welche ihnen ein unbehinderter Eintritt durch Roste oder Siebe *c*,

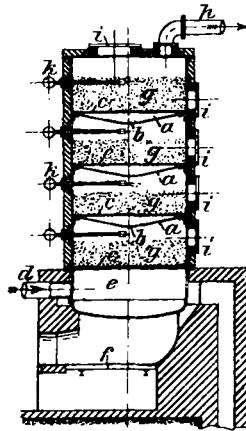


Fig. 1.

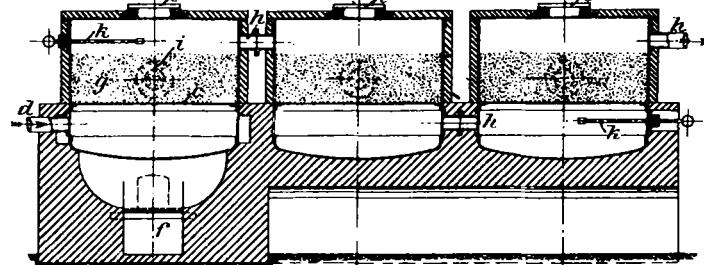


Fig. 2.

die sich über den gewölbten Zwischenböden befinden, offen steht. Wendet man beispielsweise Gase von etwa 6 Volumenprozenten SO_3 an mit einer Eintrittstemperatur von 260 bis 280° C., so steigt die Temperatur im unteren Teile des Apparates durch die Reaktion auf etwa 500 bis 520° C. Durch den steten Wärmeverlust geht die Temperatur beim Vordringen der Gase im Apparat allmählich zurück, kann aber durch guten Wärmeschutz derart zusammengehalten werden, daß beim Austritt immer noch 350 bis 400° C. vorhanden sind. Da letztere Temperaturen noch innerhalb der günstigen Reaktionszone liegen, so ist eine höhere Vorwärmung in der Regel nicht erforderlich. Der Eintritt der in einem Rohrsystem vorgewärmten SO_3 -Gase in den Apparat (Fig. 1) erfolgt im regelmäßigen Strome durch den Stutzen *d*. Durch eine Feuerung *f* ist die Möglichkeit gegeben, eine etwa unzureichende Vorwärmung der Gase vor dem Eintritt in die Kontaktmasse *g* noch durch direkte Heizung zu ergänzen. Die zusammengelegten Gase verlassen den Kesselapparat durch den Stutzen *h* und werden nach den SO_3 -Absorptionsapparaten weitergeführt. Das Einsetzen der zerlegbaren Roste und die Einfüllung und Entleerung der Kontaktmasse geschieht durch die Stutzen *i*. Die Pyrometer *k* dienen zur Beobachtung der Temperatur. Der in Fig. 1 dargestellte Apparat kann, wenn die Verarbeitung eines großen Gasquantums in Betracht kommt, derart geändert werden, daß an Stelle des einen Raumes mit inneren Zwischenwänden (Fig. 1) eine Reihe von einfachen Teilapparaten angewendet wird, welche hinter einander oder auch im Kreise angeordnet sind und die nach einander von den Reaktionsgasen durchströmt werden (Fig. 2).

Patentansprüche: 1. Apparat zur Darstellung von Schwefelsäure bez. Schwefelsäureanhydrid nach

dem Kontaktverfahren, und zwar ohne äußere Regulierung der Reaktionstemperatur, bestehend aus einem Kessel oder einer Kammer, in welcher die Kontaktmasse in mehreren völlig von einander getrennten Schichten angeordnet ist, derart, daß der zwischen je zwei Schichten befindliche Raum noch durch eine in der Mitte mit einer oder mehreren schmalen Öffnungen versehene Scheidewand in zwei nach einander angeordnete Räume (Gassäume) geteilt ist, zum Zweck einer innigen Durchmischung der Reaktionsgase bei ihrem zwangswiseinen Übertritt aus dem einen in den anderen Gasraum durch die schmale Öffnung der Scheidewand. 2. Die Zergliederung des durch Anspruch 1 geschützten Apparates in mehrere getrennte, mit

Kontaktmasse gefüllte Teilapparate in der Weise, daß die zwischen je zwei auf einander folgenden Kontaktmassenschichten liegenden Gassäume über und unter bez. vor und hinter der Masse durch schmale Rohre behufs Mischung der Gase mit einander verbunden sind.

Herstellung von Bleihydroxyd und schwerlöslichen Bleisalzen auf elektrolytischem Wege. (No. 139068. Vom 21. Oktober 1900 ab. Dr. Wilhelm Hartmann in Mülheim a. Rh.)

Man hat bis jetzt bei der elektrolytischen Darstellung von Bleiweiß als Kathode eine solche von Metall und als Anode Platten aus Blei verwendet. Als Elektrolyt nahm man essigsaurer, daneben auch chlorsaures oder salpetersaurer Natron. Diese Verfahren leiden jedoch an dem Mangel, daß sich im Verlauf der Elektrolyse neben dem gefällten Hydroxyd bez. Bleiweiß schwammiges Blei an der Kathode abscheidet, welches anfangs an derselben festhaftet, bei stärkerem Anwachsen aber abfällt und das gebildete Bleihydroxyd bez. Bleiweiß verunreinigt. Daneben besteht noch der fernere Nachteil, daß die Ausbeute durch den bedeutenden Prozentsatz an Metall vermindert wird. Es ist nun gefunden worden, daß diese kathodische Metallfällung vermieden werden kann, so daß es möglich ist, einheitlich reines Bleihydroxyd darzustellen. Dies wird dadurch erreicht, daß nicht, wie dies die anderen Verfahren vorschreiben, eine Kathode aus Metall verwendet wird, sondern eine aus Metalloxyd. Bei Ausführung des Verfahrens hat es sich als sehr vorteilhaft erwiesen, als Kathode Kupferoxyd zu verwenden; als Anode muß man metallische Bleiplatten nehmen, als Elektrolyt vorteilhaft essigsaurer Natron in ungefähr 5-prozentiger Lösung (wasserhaltiges Salz).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Bleihydroxyd auf elektrolytischem Wege aus metallischen Bleianoden, dadurch gekennzeichnet, daß man, um die kathodische Abscheidung von schwammigem Metall und die dadurch hervorgerufene Verunreinigung des gebildeten Hydroxyds durch Metallschwamm zu vermeiden, die Kathode aus einem Metalloxyd, z. B. Kupferoxyd, herstellt. 2. Das Verfahren nach Anspruch 1 dahin weiter ausgebildet, daß man zur Darstellung von schwerlöslichen Bleisalzen, z. B. Bleiweiß, Gase oder Säuren in entsprechender Menge einleitet oder zufügt und also z. B. zur Darstellung von Bleiweiß die nötige Menge Kohlensäure einleitet.

Darstellung einer löslichen Eisenarsenverbindung. (No. 138 754. Vom 2. Juli 1901 ab. Dr. Leopold Spiegel in Charlottenburg.)

Vorliegende Erfindung betrifft die Darstellung des glycerinarsensauren Eisenoxyduls, das sich ähnlich verhält wie gewisse natürliche Arsen-eisenwässer. Das Salz löst sich in warmem Wasser, wird daraus beim Erkalten zum Teil in gallertartigen Flocken ausgeschieden und verbleibt, wenn die Lösung unter Abschluß von Sauerstoff eingedampft wird, als fester graugrüner Rückstand. Es reagiert sauer gegen Lackmus.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung einer löslichen Eisenarsenverbindung, dadurch gekennzeichnet, daß man frisch gefalltes Eisenoxydulhydrat oder Eisenoxydulcarbonat mit Glycerin-arsensäurelösung bei Abschluß der atmosphärischen Luft behandelt.

Darstellung von Wismutoxyjodidagaricinat. (No. 138 713. Vom 8. Februar 1902 ab. J. D. Riedel in Berlin.)

Das Wismutoxyjodidagaricinat, ein hellgraues amorphes, in Wasser unlösliches Pulver, das durch verdünnte Säuren und Alkalien leicht zersetzt wird, vereinigt antihidrotische mit adstringierender und antiseptischer Wirkung und eignet sich infolgedessen zur gleichzeitigen Behandlung der Nachschweiße und der Magen- und Darmaffektionen der Phthisiker.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Wismutoxyjodidagaricinat, darin bestehend, daß man 1. auf einfach-basisch agaricinsaures Wismut die monoäquimolekulare Menge Jodwasserstoff in freiem Zustande oder in statu nascendi, 2. auf Wismutoxyjodid in freiem Zustand oder in statu nascendi die monoäquimolekulare Menge von Agaricinsäure bez. Alkaliagaricinaten einwirken läßt.

Darstellung von jononhaltigen Veilchenreiechstoffen. (No. 138 939; Zusatz zum Patente 73089 vom 25. April 1893. Haarmann & Reimer, Chemische Fabrik zu Holzminden, G. m. b. H. in Holzminden.)

Es wurde gefunden, daß man die Darstellung jononhaltiger Riechstoffe gegenüber dem Beispiel der Patentschrift 73089 unter Erzielung größerer Ausbeute dadurch vereinfachen und billiger gestalten kann, daß man durch Steigerung der Säurewirkung vermittelst Erhöhung der Konzentration

der Schwefelsäure und Verlängerung der Einwirkungsdauer eine vollständige Umlagerung des Zwischenproduktes in einer Operation bewirkt. Es wurde weiter gefunden, daß die Veilchenreiechstoffe, welche man durch diese Abänderung an dem Verfahren der Patentschrift 73089 erhält, sich von dem Jonon dieser Patentschrift durch höheren Siedepunkt und höheres spezifisches Gewicht unterscheiden.

Patentanspruch: Weiterbildung des durch Patent 73089 geschützten Verfahrens zur Darstellung eines Jonon genannten Riechstoffs, darin bestehend, daß das aus citralhaltigen Ölen, z. B. Lemongrasöl, zu erhaltende rohe Pseudojonon mit Natriumbisulfitlösung so lange gekocht wird, bis das rohe, mit Wasserdämpfen übergetriebene Reaktionsprodukt ein spezifisches Gewicht von 0,940 bis 0,950 zeigt.

Klasse 38: Holzbearbeitung und -Konservierung.

Imprägnieren von Holz, Steinen u. dgl. (No. 138 933. Vom 28. Januar 1902 ab. Curt Wassermann in Berlin.)

Die bisherigen Imprägnierverfahren gingen darauf hinaus, die Zellen, Poren und Hohlräume mit der Imprägnierflüssigkeit zu füllen, während im Gegensatz hierzu gemäß vorliegender Erfindung das Bestreben besteht, nicht die Zellen, Poren und Hohlräume zu füllen, sondern nur die Wandungen derselben mit der Imprägnierflüssigkeit zu imprägnieren bez. zu überziehen, die Zellen, Hohlräume u. dgl. selbst aber mehr oder weniger leer zu lassen. Dieses neue Verfahren hat mehrfache Vorteile gegenüber den bisher verwendeten Verfahren. Es ist viel weniger Imprägnierflüssigkeit als bisher notwendig. Weiter aber erhält man ein besseres Produkt, da ein nach vorliegendem Verfahren imprägniertes Produkt rascher austrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zum Imprägnieren, dadurch gekennzeichnet, daß man die zu imprägnierenden Stoffe, ehe man sie mit der Imprägnierflüssigkeit behandelt, einem starken Luft- oder Gasdruck aussetzt, welcher auch bei der darauf folgenden Behandlung mit der Imprägnierflüssigkeit aufrecht gehalten oder noch weiter gesteigert wird, so daß die Zellen, Poren und Hohlräume während der Imprägnierarbeit stetig mit stark gespannten Gasen durchsetzt sind, aber nach beendeter Imprägnierung zufolge der Aufhebung des Druckes und eventueller Anwendung des Vakuums von dem Überschuß der Imprägnierflüssigkeit befreit werden.

Klasse 40: Hüttenwesen, Legierungen (ausser Eisenhüttenwesen).

Vorrichtung zum Verdichten von mit Gasen gemischten Metalldämpfen mittels eines indifferenten gasförmigen Kühlmittels. (No. 137 347. Vom 21. Oktober 1900 ab. Gustaf de Laval in Stockholm.)

Durch den Einlaß 1 (Fig. 3) des Verdichtungsraumes 2 strömen die heißen Dämpfe ein, welche aus Metallen, wie Zink, Blei, Silber, Gold und

aus von dem Gewinnungsverfahren herrührendem Kohlenoxydgas bestehen. 3 bezeichnet den Einlaß des die Verdichtung bewirkenden kalten Kohlen-

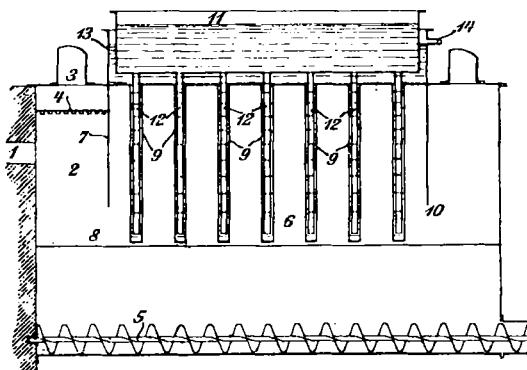


Fig. 3.

oxydgases, welches mit geeignetem Druck und in geeigneter Menge eingepréßt wird. Wenn das einströmende kalte Kohlenoxydgas den heißen Metalldämpfen begegnet, wird es mit denselben innig

gemischt und kühlit sie bis zur Verdichtungstemperatur ab, sodaß auf dem Boden des Verdichtungsraumes 2 ein feines Pulver aus Metall angesammelt wird. Die Abkühlung des während der Verdichtung erhitzen Kohlenoxydgases erfolgt in einem Raum 6, in welchem eine Anzahl von Kühlröhren 9 von der Decke des Raumes hineinhängt, durch welche das Kohlenoxydgas abgekühlt wird, sodaß dasselbe, wenn erwünscht, wieder von neuem verwendet werden kann. Die Abkühlung der Kühlröhren 9 wird durch kreisendes Wasser von einem Behälter 11 bewerkstelligt, von welchem Röhren 12 zum Boden der Kühlröhren 9 heruntergehen.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Verdichten von mit Gasen gemischten Metalldämpfen mittels eines indifferenten gasförmigen Kühlmittels, dadurch gekennzeichnet, daß an die Verdichtungskammer (2) ein Kühlraum (6) angeschlossen ist, in welchem das bei der Verdichtung der Metalldämpfe erhitzte Kühlmittel beim Hindurchstreichen durch Berührung mit Kühlröhren (9) zwecks Wiederverwendung auf die erforderliche Temperatur abgekühlt wird.

Wirtschaftlich-gewerblicher Teil.

Der Chemikalien-Markt in den Vereinigten Staaten von Amerika im Jahre 1902.

[Schluß von S. 169.]

P. Kali-Artikel. Während im Jahre 1901 die Einfuhr von chlorsaurem Kali fast auf die Hälfte des vorhergehenden Jahres zurückgegangen war, ist sie im vergangenen Jahre wiederum fast auf das Doppelte gestiegen; bis Ende November wurden 1113371 Pfd. (im Werte von Doll. 55878) gegenüber 674215 Pfd. (im Werte von Doll. 47002) in dem gleichen Zeitraume des Vorjahres importiert. Diese großen Einfuhrten verbunden mit der zunehmenden heimischen Produktion führten zu einer ungemein scharfen Konkurrenz, die in dem stetigen Fallen der Preise ihren Ausdruck fand. Zu Anfang des Jahres wurde der heimische Artikel noch zu Doll. 8,00—8,75 pro 100 Pfund f. o. b. Fabrik für prompte Lieferung und zu Doll. 7,50—7,75 für längere Kontrakte quotiert, in dem letzten Vierteljahr stellte er sich dagegen nur auf Doll. 7,375—7,75 für prompte Lieferung und Doll. 6,50—7,25 für Kontrakte. Der ausländische Artikel erfuhr infolge der auf dem europäischen Markte herrschenden unsicheren Verhältnisse eine noch größere Reduktion. In den ersten Monaten hielten sich die Quotierungen loco New York auf Doll. 10,00—10,75 pro 100 Pfd. für spot, während Lieferungen zu Doll. 7,50—7,75 übernommen wurden. Späterhin sanken die Quotierungen indessen auf Doll. 7,50—8,00 für sofortige Verschiffungen und Doll. 6,75—7,25 für spätere Lieferungen. Es sind dies die niedrigsten Preise, die für den ausländischen Artikel wohl je verzeichnet worden sind. — Der Verbrauch an Düngemittelsalzen hat auch im vorigen Jahre wiederum erheblich zugenommen. Die Einfuhr von Chlorid ist zwar

bis Ende November von 113206168 Pfd. (im Werte von Doll. 1805450) auf 103561092 Pfd. (im Werte von Doll. 1567192 zurückgegangen, diejenige von Nitrat ist indessen von 8629206 Pfd. (im Werte von Doll. 224764) auf 10144535 Pfd. (im Werte von Doll. 288778) gestiegen. Während hiernach der durchschnittliche Einfahrpreis für das Chlorid von Doll. 1,60 pro 100 Pfd. auf Doll. 1,51 gefallen ist, ist derjenige von Nitrat von Doll. 26,05 auf Doll. 28,47 hinaufgegangen. Die Abnahme der Einfuhr von Chlorid erklärt sich durch die großen Lagerbestände zu Anfang des letzten Jahres. Das wichtigste Ereignis war der Abschluß eines Handelsabkommens zwischen dem deutschen Kali-Syndikat und der Virginia-Carolina Chemical Co., dem in den Südstaaten operierenden Düngemittel-Trust, welch letzterer in Verhandlungen betreffend den Ankauf einer deutschen Kali-Mine getreten war; um diese Kundschaft nicht zu verlieren, sah sich das Syndikat veranlaßt, dem Trust günstigere Kaufbedingungen zu bewilligen, wie sie auch die Agricultural Chemical Co., der nördliche Düngemittel-Trust, genießt. Im übrigen sind die letztyährigen Quotierungen dieselben geblieben wie im Vorjahr und zwar lauteten sie: für Kaliumchlorid 80—85 Proz. Doll. 1,83 pro 100 Pfd., 95 Proz. Doll. 1,86; Kaliumsulfat 90 Proz. Doll. 2,11, 96 Proz. Doll. 2,13—2,14; Doppeldängesalz 48 bis 53 Proz. Doll. 1,12; Düngesalz 20 Proz. 64 bis 66 Cents pro 100 Pfund; Kainit, 12,4 Proz. Kali enthaltend, Doll. 9,05 pro 1 long ton; Sylvinit 38 $\frac{1}{2}$ —39 $\frac{1}{2}$, Cents pro Unit Kaliumsulfat.

Auf dem Markt für Cyankalium herrschten verhältnismäßig niedrige Preise, da die europäischen Lager sich infolge umfangreicher Produktion, welcher die durch die südafrikanischen Verhältnisse beschränkte Konsumption nicht entsprach, sehr