

Flüssigkeit ein, wird in dieser kondensiert und steigt, durch eine lose eingelegte perforierte Porzellanplatte feinstens zerteilt, in Tropfenform hoch. Der sich oben sammelnde und mit extrahierter Substanz beladene Äther wird durch das schräge Überlaufrohr dem Kolben wieder zugeführt, so daß nach genügend langer Fortführung dieses Kreisprozesses die gesamte ätherlösliche Substanz in den Rundkolben übergegangen ist.

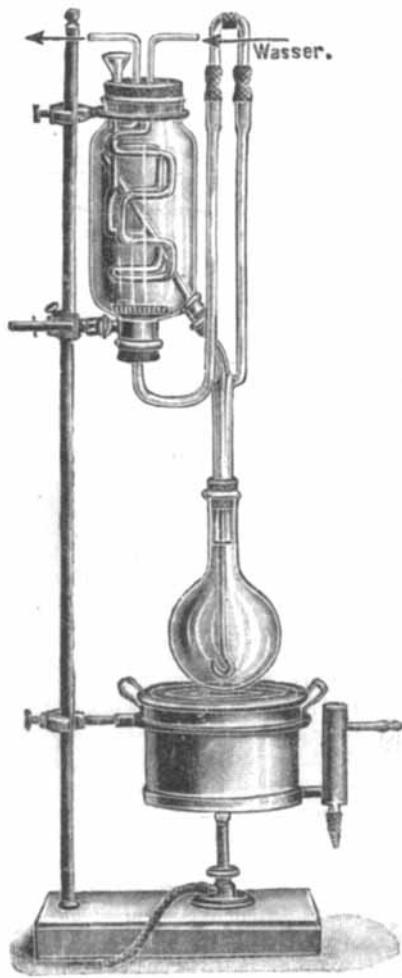


Fig. 1.

Die bisher zur Ausführung dieses Extraktionsverfahrens (welches in der Technik alle andern verdrängt hat) für den Laboratoriumsgebrauch konstruierten Apparate zeigten die folgenden schwerwiegenden Mängel.

1. Sie gestatteten weder die Anwendung jedes beliebigen Kolbens noch ein leichtes Abnehmen bez. Auswechseln desselben.

2. Das Einleiten des Ätherdampfes geschah vermittelst eines mit dem Deckelstopfen des Extraktionsgefäßes sowie mit dem Steigrohr für den Ätherdampf fest verbundenen Spiralrohres. Der Deckelstopfen konnte daher ohne Lösung der Rohrverbindung und Unterbrechung der Extraktion nicht geöffnet werden. Das Spiralrohr selbst verstopfte sich leicht. Unterhalb desselben blieb infolge der Krümmung des Gefäß-

bodens eine „tote“ Flüssigkeitsschicht, die sich der Extraktion entzog.

Alle diese Übelstände vermeidet der neue Apparat. Er gestattet die Anwendung und das mühelose Auswechseln jedes beliebigen Kolbens und extrahiert quantitativ, da der Ätherdampf dem tiefsten Punkte der Flüssigkeit zugeführt wird. Ein Verstopfen des hierzu dienenden weiten Rohres ist so gut wie ausgeschlossen. Der Deckelstopfen trägt nunmehr das Kühlrohr und kann ohne Unterbrechung der Extraktion samt diesem vorübergehend herausgehoben werden, wodurch die Länge jederzeit zugänglich ist. Weder hierzu noch zum Abnehmen des Kolbens bedarf es eines Lösen der Röhrenverbindung. Da bei dieser die Schenkel des verbindenden Rohres ca. 2 cm tief in die zu verbindenden Röhren eintauchen, können die übergeschobenen Schlauchstücke nie mit flüssigem Äther in Berührung kommen. Es ist somit jede Verunreinigung des Extractes völlig ausgeschlossen, was den Apparat ganz besonders für analytische Zwecke brauchbar erscheinen läßt. Das schräge Überlaufrohr läßt sich durch Verschieben für jede gewünschte Überlaufhöhe darstellen. Der Apparat arbeitet nach richtiger Einstellung der Heizung ohne jede Aufsicht und liefert auch von den schwerst löslichen Substanzen in kürzester Zeit einen quantitativen Auszug in jeder, auch der kleinsten gewünschten Athermenge¹⁾.

Zur Nutzbarmachung des atmosphärischen Stickstoffs.

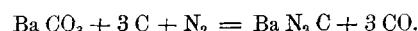
Von Dr. F. Rothe.

Die in Heft 22, S. 520 und Heft 23, S. 533 und 536 dieser Zeitschrift veröffentlichten Ausführungen der Cyanidgesellschaft m. b. H. von Erlwein und von Frank über dieses Thema enthalten in der Schilderung der historischen Entwicklung der in Rede stehenden Verfahren bezüglich der Mitwirkung meiner Person unvollkommene und lückenhafte Angaben, die mich veranlassen, an dieser Stelle ausdrücklich die geistige Urheberschaft der Hauptreaktionen für mich zu beanspruchen.

Ich habe im Frühjahr 1898 allein, ohne jede Mitwirkung von Frank und Caro, erkannt: 1. daß durch Einwirkung von reinem Stickstoff auf die Carbide der Erdalkalien bei entsprechender Temperatur unter Abscheidung von Kohlenstoff Dimetallcyanamid entsteht, gemäß der Reaktion:



und 2. daß auch die Aufnahme des Stickstoffs durch ein Carbonat- resp. Oxyd-Gemisch der Erdalkalien mit Kohle bei entsprechender Temperatur nicht unter Cyanid-, sondern unter Dimetallcyanamid-Bildung erfolgt, entsprechend der Reaktion z. B.



¹⁾ Der Apparat wird von der Firma Max Kaehler & Martini, Berlin W gefertigt.

Zur Wahrung der rein wissenschaftlichen Priorität der durch mich erfolgten Erkenntnis obiger Reaktionen gebe ich nachstehend eine kurze Entwicklung der durch die Geschäftsakten der betr. Firmen belegten tatsächlichen Verhältnisse:

Auf Grund des von Frank und Caro 1896 genommenen Patentes zur Erzeugung von Cyaniden aus Carbiden (D. R. P. No. 88 363) errichtete die Dynamit-Aktien-Gesellschaft vorm. Alfred Nobel & Co. in Hamburg eine Versuchsanlage zur praktischen Erprobung des Verfahrens. Diese unter Leitung von Frank und Caro angestellten Versuche ergaben ein praktisch unbrauchbares Resultat; das Verfahren arbeitete mit Stickstoff bei Gegenwart von Wasserdampf.

Die Versuche waren dem Aufgeben nahe, als ich im Frühjahr 1897 von Dr. Frank für die Angelegenheit gewonnen wurde.

Ich hatte im Winter 1895/96 bei der Firma A. Beringer, Charlottenburg, mich eingehend mit der Stickstoff-Aufnahme durch Carbide beschäftigt, das Resultat meiner Arbeiten war die Patentanmeldung von A. Beringer (B. 20 334, Kl. 12, 1897) zur Erzeugung von Cyaniden aus Carbiden. Das Verfahren verwendete reinen trockenen Stickstoff.

Auf Anregung des Herrn Kommerzienrats Emil Beringer, Charlottenburg, setzte Herr Dr. Frank sich im Frühjahr 1897 zwecks weiterer Leitung der Hamburger Versuche mit mir in Verbindung; ich übernahm dieselben vom Juli 1897 ab mit dem Erfolge, den in den zitierten Veröffentlichungen „Blutlaugensalz - Verfahren“ genannten Prozeß durchzuführen.

Im Anschluß an diese Arbeiten gelang mir im Frühjahr 1898 die wissenschaftliche Aufklärung der Stickstoff-Bindung durch Carbide bez. Mischungen von Metall-Carbonat- oder Oxyd mit Kohle: „das Entstehen der neutralen Salze des Cyanamids“; die hierauf nachgesuchten Patente (ihrem wesentlichen Inhalten nach die nachherigen

D. R. P. No. 108 971 und 116 087) gingen aus geschäftlichen Gründen in den Besitz des Herrn Dr. Frank über, der die Verfahren seit Spätsommer 1898 mit Anderen dann weiter verfolgte und ausarbeitete.

Hamburg, den 10. Juni 1903.

Zu vorstehenden Mitteilungen des Herrn Dr. Rothe habe ich nur zu bemerken, daß Herr Dr. Rothe von mir für die Weiterführung der verschiedenen Arbeiten in der bereits seit dem Sommer 1896 in Billwärder betriebenen Versuchsfabrik für Darstellung von Cyaniden aus Carbiden in der Zeit vom 1. Juli 1897 bis 1. Juli 1898 engagiert war.

Hier Dr. Rothe ist während dieser ganzen Zeit in ständigem, teils persönlichen, teils brieflichen Verkehr mit mir gewesen, und war ihm ein bestimmter Arbeitsweg vorgeschrieben.

Allerdings hat Herr Dr. Rothe trotz des in üblicher Weise zwischen uns geschlossenen Anstellungsvertrages sich für befugt gehalten, mehrere von ihm bei der Ausführung der erwähnten Arbeiten gefundene Tatsachen zu Patentanmeldungen auf seinen eigenen Namen zu benutzen; er hat aber dies ungewöhnliche Vorgehen nachher durch Rückübertragung der Patente an mich korrigieren müssen.

Trotz dieses Zwischenfalles ist die Mitarbeiterschaft des Herrn Dr. Rothe in den von Herrn Dr. Erlwein, Heft 28, S. 284 dieser Zeitschrift gemachten Mitteilungen über Cyanamid in loyaler Weise erwähnt.

Mit der erst 1901, also viel später begonnenen Herstellung und Verwendung des Calciumcyanamids als Pflanzendüngemittel hat Herr Dr. Rothe überhaupt nichts zu tun, und war ich schon deshalb nicht in der Lage, ihn in meinem Berichte zu zitieren.

Charlottenburg, den 1. Juli 1903.

Dr. Adolph Frank.

Patentbericht.

Klasse 8: Bleicherei, Wäscherei, Färberei, Druckerei und Appretur.

Verfahren zum Färben mit den nach dem Verfahren des Patents 139 633 erhaltenen Farbstoffen der Anthracenreihe. (No. 142 963; Zusatz zum Patent 139 834¹⁾) vom 6. Februar 1901. Badische Anilin- und Soda-fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Nach dem Hauptpatent 139 834 kann der nach Patent 129 845 erhältliche blaue Farbstoff auf der Faser fixiert werden, wenn man ihn mit alkali-schen Kupungsmitteln küpft und aus der Küpe auf die Faser auffärbt. Es hat sich nun herausgestellt, daß sich auch das nach dem Verfahren des Patents 139 633 aus dem gleichen Ausgangsmaterial erhältliche Farbstoffgemisch, welches neben dem blauen Farbstoff des Patents 129 845 größere oder

geringere Mengen eines gelben Farbstoffs enthält, in gleicher Weise auf der Faser fixieren läßt.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens des Patents 139 834, darin bestehend, daß man an Stelle des dort verwendeten blauen Farbstoffs hier das nach dem Verfahren des Patents 139 633 entstehende Farbstoffgemisch verwendet.

Ätzen gefärbter Gewebe durch Zinkstaub und neutrales Kaliumsulfit. (No. 143 048.)

Vom 5. November 1901 ab. Neue Augsburger Kattunfabrik in Augsburg.)

Die auf der Faser aus diaziertem p-Nitranilin oder aus diaziertem α -Naphtylamin durch Kombination mit β -Naphthol dargestellten Farben konnten bisher nicht in befriedigender Weise weiß geätzt werden. Es hat sich nun gezeigt, daß man dieses seit langer Zeit angestrebte Ziel erreichen kann durch Anwendung einer aus Zinkstaub und neutralem Kaliumsulfit dargestellten Druckfarbe; durch

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1903, 262.