

Patentbericht.

Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Destillation von festen oder flüssigen Stoffen. (No. 122334. Vom 1. August 1899 ab. Moses Waissbein in St. Petersburg.)

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Destillationsverfahren, bei welchem zum Abtreiben der flüchtigen Stoffe des Destillationsgutes nicht verdichtbare Gase verwendet werden. Gegenstand der Erfindung ist die Ausführung eines derartigen Verfahrens in der Weise, dass die zur Destillation erforderliche Wärmemenge an das Destillationsgut ausschliesslich durch die vorher entsprechend hoch erhitzten Gase abgegeben wird. Die Erfindung ist für die trockene oder fractionirte Destillation von festen, halbfesten oder flüssigen Stoffen anwendbar. Bei Ausführung der Erfindung werden zweckmässig solche Gase verwendet, die durch Destillation des Destillationsgutes selbst erhalten werden. *A* (Fig. 2) ist ein Erhitzer, in welchem

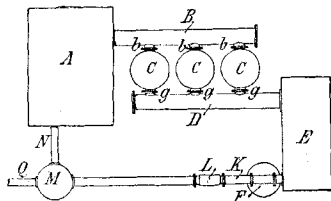


Fig. 2.

die nicht verdichtbaren Gase erhitzt werden; *B* ist eine Leitung für die Zuführung dieser erhitzten Gase zu den Retorten oder Öfen *C*; *D* ist ein Canal oder Rohr für die Hinleitung des Destillates zum Kühlapparat *E*. *F* ist ein Sammelbehälter, *K* eine die nicht verdichtbaren, bereits gekühlten und im Kühlapparat vom Wasser befreiten Gase zu einem Ventilator *L* führende Leitung. *M* ist ein Gasbehälter, *N* eine die Gase zum Erhitzer *A* führende Leitung, *Q* eine den Gasüberschuss zur Feuerung des Apparates *A* oder zu einem Motor, zu Beleuchtungsbrennern oder dergl. führende Leitung. Der Vorgang bei Ausführung des Verfahrens ist beispielsweise bei trockener Destillation von Holz oder dergl. folgender: Man heizt den Erhitzer *A*, öffnet geeignet angebrachte Klappen oder Schieber *b*, durch welche die Hauptleitung *B* mit den Retorten *C* in Verbindung gesetzt wird, sowie die Klappen *g*, wodurch die Verbindung dieser Retorten mit dem Rohr *D* hergestellt wird; alsdann setzt man den Ventilator *L* in Gang, wodurch eine Bewegung der Gase in einem geschlossenen Kreisläufe in der Weise hergestellt wird, dass das im Erhitzer *A* erhitzte Gas durch die Leitung *B* und durch die Klappen *b* in die Retorten *C* gelangt, wo es seine Wärme an die behandelten Stoffe abgibt, dann mit den Destillationsproducten beladen durch die Klappen *g* und durch das Rohr *D* zum Kühler *E* streicht. Die Condensationsproducte nehmen ihren Weg zum Sammelbehälter, während die nicht verdichtbaren Stoffe durch den Ventilator *L* in den Gasbehälter *M* getrieben werden, wo sie theils durch

die Leitung *Q* zum Feuerherd gelangen, theils durch das Rohr *N* in den Heizapparat zurückkehren u. s. w.

Patentanspruch: Verfahren zur Destillation von festen oder flüssigen Stoffen, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillation durch die Hitze der nicht condensirbaren gasförmigen Producte der Destillation selbst unter gänzlicher Vermeidung einer äusseren Erhitzung der Destillirblasen erfolgt, wobei diese Gase vorher auf die erforderliche Temperatur erhitzt werden.

Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung hochconcentrirter Schwefelsäure. (No. 122267. Vom 9. September 1900 ab. L. Kessler in Clermont-Ferrand (Frankr.))

Vorliegende Erfindung bezweckt, den letzten Theil der Concentration mittels strahlender Wärme auszuführen, und zwar in der Art, dass die Wärme unmittelbar auf die Oberfläche der Säure aufgestrahlt wird. Die Erfindung besteht ihrem Wesen nach darin, die Säure in geeignet dicker Schicht mit zweckdienlicher Geschwindigkeit durch eine offene Wanne und die Feuergase an der Oberseite einer Decke entlang zu leiten, unterhalb welcher die Wanne in geringem Abstände angeordnet ist. Die Brenngase *a* (Fig. 3—5) streichen über die Brücke *b*

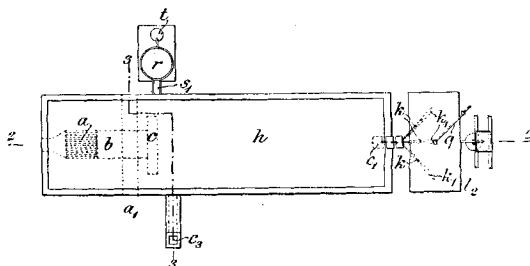


Fig. 3.

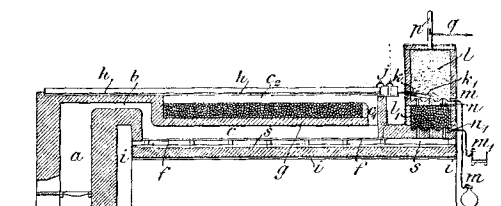


Fig. 4.

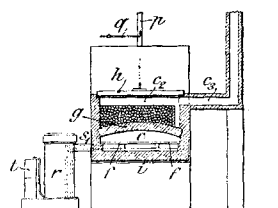


Fig. 5.

weg, durch einen langen niedrigen Canal *c* mit gewölbter Decke *g* nach hinten, wo sie durch einen aufsteigenden Canal *c*¹ in einen wieder nach vorn leitenden Canal *c*² übertreten, der vorn durch Zug *c*³ in die Esse mündet. Die Sohle *f* des

Canales c ist aus einem hitze- und säurefesten Material, am besten aus Gusseisenplatten, gebaut und bildet die Decke eines niedrigen Raumes, in welchem eine mit Blei ummantelte offene Wanne s aus einem Material angeordnet ist, welches heisser Schwefelsäure jeden Grades widersteht, z. B. aus Lavasteinen, natürlichem oder künstlichem Sandstein, Granit u. s. w., unter Anwendung eines mit Alkalisilicat und Asbest hergestellten Bindemittels. Die Wanne ruht auf einer aus Eisenguss hergestellten Sohle i . Die Decke des Canales c^2 ist ebenfalls aus Gusseisen hergestellt und trägt eine Wanne h aus Blei, in welche die einzudampfende Säure behufs Vorconcentration auf 60 bis 62° B. am vorderen Ende eingeleitet wird; am hinteren Ende ist sie durch eine Hebovorrichtung j mit einer Anzahl von Röhren k in Verbindung, welche die vorconcentrirte Säure in eine nach Art des Gloverthurmes mit Bimssteinstücken oder säurefesten Ziegeln ausgesetzte Kammer l^1 aus säurefestem Material treten lässt, deren Boden mit Abflussöffnungen n^1 versehen, um welche herum der Boden aufgewulstet ist; in der Ebene der grössten Bodentiefe geht ein Abzugsrohr m^1 aus Blei ab; nur wenn dieses Rohr geschlossen ist, kann die Säure aus l^1 durch die Bodenöffnungen in die Wanne s abfliessen, die sich bis unter die Kammer l^1 erstreckt. Auf die Kammer l^1 kann eine zweite ähnliche säurefeste und mit Koks von Reiskorngrösse gefüllte Kammer l angeordnet sein, welche durch ebenfalls umwulstete Bodenöffnungen n mit Kammer l^1 in Verbindung steht; auch vom Boden dieser Kammer geht ein Abzugsrohr m ab; sie ist ferner dicht mittels säurefesten Deckels geschlossen, der ein Abzugsrohr p für Dämpfe trägt, in welches zur Förderung des Abzuges bez. zur Verhinderung des Eindringens von Luft unter dem Essenzuge ein Dampfstrahlrohr q hineinragt. In diesem Falle treten die Röhren k in die Kammer l ein, wo sie in weitere Röhren k^1 münden, welche die Säure bis über die Bodenöffnungen n leiten. An der Ofenseite steht die Hochconcentrationswanne s durch ein seitlich abgehendes säurefestes Rohr s^1 (Lava und Bleifutter) über einen aus Blei hergestellten und mit hydraulischem Verschluss versehenen Kühler r mit bleiernem Sammelgefäss t für die fertig concentrirte Säure in Verbindung. Das Rohr s^1 ist mit einem Schieber oder anderer Stauvorrichtung versehen, mittels welcher die Wanne s mit der Säure bis nahe an die eiserne Bestrahlungsdecke f heran gefüllt gehalten wird. Je geringer der Abstand zwischen Säureoberfläche und Decke f ist, um so kräftiger verläuft die Verdampfung; der zweckmässigste Abstand ist 2 bis 6 cm. Die Feuergase ziehen durch die Canäle c^1 c^2 nach der Esse, wobei sie die Bestrahlungsdecke f auf Rothgluth erhitzen. Die Schwefelsäure fliesst vorn in die Vorconcentrationswanne h ein, aus welcher sie auf 60 bis 62° B. concentrirt über Hebovorrichtung j und Kammer l^1 in die Hochconcentrationswanne s an deren hinterem Ende einfliesst. Die in letzterer in Folge der kräftigen Bestrahlung mittels der rothglühenden Decke f entwickelten sauren Dämpfe treten in die Kammer l^1 , wo sie Wärme an die ihnen aus der Wanne h entgegenrieselnde Säure abgeben, deren Zufluss mittels der Hebovorrichtung nach den An-

gaben eines durch den Deckel des Kühlers r in das Abflussrohr s^1 vor dessen Stauvorrichtung eingeführten Thermometers bemessen wird. Die durch die Kammer l^1 streichenden sauren Dämpfe verdichten sich zum grossen Theile; die aus ihnen verdichtete Säure fliesst mit der hereingekommenen Säure nach der Wanne s zurück, während die verbliebenen Dämpfe nach der Kammer l streichen, wo sich der restliche Säuregehalt abscheidet; die noch übrigen entsäuerten Dämpfe ziehen durch Rohr p ab. Die in Kammer l verdichtete Säure kann durch Rohr m abgezogen und nach der Wanne h zurückgeleitet werden, oder man lässt sie durch Schluss des Rohres m in die Kammer l^1 übertreten. Will man die Rohre m m^1 nicht benutzen, so ersetzt man die mit umwulsteten Öffnungen versehenen Kammerböden durch säurefeste Roste, deren Stäbe zur Stützung der Kammerfüllung hinreichend eng gestellt sind. Wo es vortheilhaft erscheint, kann man die Säure auch unmittelbar aus der Vorconcentrationswanne h in die Hochconcentrationswanne s leiten. Die Vorrichtung lässt mancherlei Abänderung zu. So z. B. wird es in gewissen Fällen vortheilhaft sein, die Feuerung a seitwärts nach a^1 zu verlegen, so dass die von ihr in der Zeichnung eingenommene Vorderseite für die Reinigung der Bestrahlungsdecke f verfügbar bleibt. Wenn man die Vorrichtung mit Kohle befeuert, lässt sich eine erhebliche Brennstoffersparniss dadurch erzielen, dass man die aus dem Canal c^2 noch heiss austretenden Gase durch einen säurefesten Rost in eine Art kleinen Gloverthurmes leitet, über dessen Quarz-, Bimsstein- oder Lavafüllung die einzudampfende Säure rieselt; oben ist dieser Thurm mit der Esse oder mit der Atmosphäre verbunden; in seinem Abströmrohr wird zur Regelung des Zuges ein Dampfstrahlrohr angeordnet. Hochconcentrationswanne s und Bestrahlungsdecke f können, wie in Fig. 6, auch nach Art einer Cascade gebaut werden.



Fig. 6.

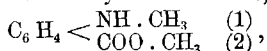
Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung hochconcentrirter Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, dass die Hochconcentration der vorconcentrirten Säure durch Oberflächenbestrahlung vermittelt einer auf der Oberseite von Feuergasen bestrichenen Decke bewirkt wird, unterhalb welcher die Säure in geringem Abstände durch eine offene Wanne geleitet wird. 2. Die Verbindung des Raumes zwischen der Hochconcentrationspfanne (s) und der Bestrahlungsdecke (f) bei einer zur Ausführung des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens dienenden Vorrichtung mit über dem einen Ende der Pfanne angeordneten Condensationskammern (l l^1), welche die aus der Concentrationspfanne entweichenden sauren Dämpfe behufs Condensation der Säure durchstreichen, wobei zweckmässig die Füllung der Condensationskammern von der zu concentrirenden Säure vor deren Eintritt in die Pfanne berieselt wird, zum Zwecke, die Wärme der aus der Pfanne abziehenden Dämpfe für die Concentration der Säure nutzbar zu machen.

Apparat zur Elektrolyse von Flüssigkeiten, insbesondere zur Herstellung von Bleichflüssigkeit. (No. 121 525. Vom 16. Januar 1900 ab. Dr. Paul Schoop in Zürich.)

Patentanspruch: Ein Apparat zur Elektrolyse von Flüssigkeiten, insbesondere zur Herstellung von Bleichflüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass die Elektroden in parallel und nahe bei einander liegenden, schmalen, langgestreckten Rinnen aus nicht leitendem und widerstandsfähigem Material (Ebonit, Glas etc.) angeordnet sind, zum Zweck, den an dem einen Ende jeder Rinne continuirlich zufließenden Elektrolyten in Form von Flüssigkeitsfäden der Elektrolyse zu unterwerfen.

Herstellung von Methylanthranilsäuremethylester. (No. 122 568. Vom 20. Juli 1900 ab. Schimmel & Co. in Leipzig.)

Es hat sich gezeigt, dass ein sehr wichtiger Bestandtheil des Mandarinöls der bisher unbekannte Methyl ester der Methylanthranilsäure,



ist. Weiter wurde gefunden, dass dieser Ester auch anderen Mischungen einen eigenthümlichen, mit Vortheil in der Parfümerie zu verwendenden Geruch zu verleihen vermag. Der Methylanthranilsäuremethylester besitzt bei 13 mm Druck den Siedepunkt 130 bis 131° und zeigt das specifische Gewicht 1,120 bei 15°. Die Lösung des Methylanthranilsäuremethylesters besitzt blaue Fluorescenz. Mandarinöl enthält ca. 1,5 Proc. des Esters.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Methylanthranilsäuremethylester, dadurch gekennzeichnet, dass Salzsäure oder Schwefelsäure auf eine Mischung von Methylanthranilsäure und Methylalkohol einwirkt oder dass Halogenmethyl auf anthranilsäure oder methylanthranilsäure Salze bez. auf Anthranilsäuremethylester einwirkt.

Darstellung von Jonon. (No. 122466; Zusatz zum Patente 73089 vom 25. April 1893. Haarmann & Reimer in Holzminden.)

Patentanspruch: Die Condensation des Citrals mit Aceton zu Pseudojonon, in dem durch das Patent 73089 geschützten Verfahren der Darstellung von Jonon in der Weise abgeändert, dass man die durch Schütteln von Citral bez. citralhaltigen ätherischen Ölen mit einer Lösung von Alkalisulfit unter allmählichem Hinzufügen von Säuren bez. Einleiten von Kohlensäure bez. Zusatz eines sauren Salzes erhaltene, noch schwach alkalische Lösung von citralhydrosulfonsauren Alkalisalzen mit Aceton erwärmt und aus den so erhaltenen pseudojononhydrosulfonsauren Alkalisalzen das Pseudojonon durch Erwärmen der Lösung mit Alkalilauge abscheidet.

Herstellung von Phenylglycin-o-carbonsäure-Estern. (No. 122687. Vom 30. März 1899 ab. Chemische Fabrik von Heyden, Actien-Gesellschaft in Radebeul b. Dresden.)

Die sauren Ester der Phenylglycin-o-carbonsäure besitzen besondere technische Bedeutung als Ausgangsproducte für die Herstellung von Indigo. In

viel glatterer Reaction als auf dem bisherigen Wege erhält man die Mono-Ester dadurch, dass man Chloressigsäure-Ester mit Anthranilsäure nach folgender Gleichung in Reaction bringt. z. B.



Auch die bisher unbekannte Reihe der Mono-Ester von der Formel z. B.



eignet sich als Ausgangsproduct für Indigo. Man stellt dieselben her durch Einwirkung von Anthranilsäure-Estern auf Chloressigsäure.

Patentanspruch: Neuerung bei dem Verfahren zur Herstellung von sauren Phenylglycino-carbonsäure-Estern, dadurch charakterisirt, dass man Anthranilsäure mit Chloressigsäure-Estern oder Anthranilsäure-Ester mit Chloressigsäure behandelt.

Klasse 23: Fett- und Oelindustrie.

Darstellung synthetischer Blumengerüche unter Verwendung von Anthranilsäuremethylester. (No. 122 290. Vom 29. Mai 1898 ab. Dr. Ernst Erdmann und Dr. Hugo Erdmann in Halle a. S.)

Der reine Anthranilsäuremethylester ist eine feste Verbindung vom Schmelzpunkt 23,5° bis 24,5°. Ihre hervorragenden Eigenschaften als Riechstoff entwickelt diese Substanz erst durch Verdünnung oder durch Mischung mit wohlriechenden, ätherischen Ölen. Ein Zusatz dieses Bouquetstoffes zu anderen Riechstoffen, zum Zweck der Darstellung synthetischer Blumengerüche, ist von ähnlicher Wirkung, wie der Zusatz von etwas Moschus, insofern dadurch der Geruch anhaftender wird und weniger schnell verfliegt.

Patentanspruch: Darstellung synthetischer Blumengerüche durch Mischen von Anthranilsäuremethylester mit Limonen, Citral, Linalool, Rhodinol, Benzylalkohol oder anderen Riechstoffen.

Herstellung eiweisshaltiger Seife. (No. 122 354; Zusatz zum Patente 112 456¹⁾ vom 27. Mai 1897. Compagnie Ray mit beschränkter Haftung in Nürnberg.)

Patentanspruch: Eine Ausführungsform des durch das Patent 112 456 geschützten Verfahrens zur Herstellung einer eiweisshaltigen Seife, dadurch gekennzeichnet, dass das mit Formaldehyd behandelte Albumin fertiger, fein vertheilter (gehobelter oder pulverisirter) Seifenmasse hinzugesetzt und die Masse zweckmässig in der bei der Herstellung pilirter Seifen üblichen Weise verarbeitet wird.

Klasse 53: Nahrungs- und Genussmittel.

Herstellung von Milchcasein in leichter, trockner und poröser Form. (No. 122458. Vom 15. October 1899 ab. John Augustus Just in Syracuse, New York.)

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren, gelöstes Milchcasein in ausserordentlich leichte, trockne, poröse und haltbare Form zu bringen. Es beruht auf der Entdeckung, dass Casein in diese Form gebracht werden kann, ohne dass die

¹⁾ Zeitschr. angew. Chemie 1900, 725.

Gefahr einer Zersetzung besteht, wenn seine Lösungen schnell in sehr dünnen Schichten auf Flächen, die auf eine hohe Temperatur erhitzt sind, eingedampft werden. Das Verfahren wird unter dem gewöhnlichen Atmosphärendruck ausgeführt. Um ein Product von der besten Beschaffenheit zu erhalten, muss das Cascin, welches angewendet wird, möglichst frei von Milchzucker und Fett sein.

Patentanspruch: Ein Verfahren zur Herstellung von Milchcasein in leichter, trockner, poröser Form, darin bestehend, dass eine dünne, möglichst gleichmässige Schicht einer verdünnten, wässerigen Lösung von Casein über eine passende Fläche, die über 95° C. erhitzt ist, vertheilt und auf derselben eingetrocknet wird, welches Verfahren unter gewöhnlichem Atmosphärendruck ausgeführt wird.

Darstellung von albumose- und asche-freiem Pepton. (No. 122167. Vom 8. August 1900 ab. Chemische Fabrik von Heyden, Actien-Gesellschaft in Radebeul b. Dresden.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von albumose- und aschefreiem Pepton, dadurch gekennzeichnet, dass man Rohpeptonlösungen mit Ammoniumsulfat, Zinksulfat oder einem anderen albumosefällenden Mittel sättigt, mittels concentrirter Schwefelsäure und Ferrisalzen die letzten Albumosereste entfernt und hierauf aus dem Filtrat durch Ferrisalze unter Abstumpfen der Säure einen Eisenpeptonatniederschlag ausfällt, aus welchem nach dem Abfiltriren und Auswaschen das Pepton durch Umsetzung gewonnen wird.

**Klasse 78: Sprengstoffe,
sowie Sprengen mittels Explosivstoffen,
Zündwaarenherstellung.**

Herstellung von an allen Reibflächen sich entzündenden, phosphorfreien Zündhölzern. (No. 122804. Vom 12. December 1899 ab. Sören Lemvig Fog und Aage Georg Kirschner in Kopenhagen.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von an allen Reibflächen sich entzündenden phosphorfreien Zündhölzern, gekennzeichnet durch die gemeinsame Anwendung eines oder mehrerer doppelchromsaurer Salze eines einwerthigen Metalles mit einem oder mehreren chlorsauren Salzen eines zwei- oder mehrwerthigen Metalles als Zündmassebestandtheile. 2. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Hölzchen mit den chlorsauren Salzen mehrwerthiger Metalle imprägnirt und an dem imprägnirten Ende eine Zündmasse aufträgt, welche das doppelchromsaure Salz eines einwerthigen Metalles sowie geeignete Mengen von chlorsaurem Kali, Schwefel, Kupferoxyd und ein Bindemittel enthält. 3. Eine weitere Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die chlorsauren Salze mehrwerthiger Metalle und die doppelchromsauren Salze einwerthiger Metalle mit chlorsaurem Kali und den sonst üblichen Substanzen zu einer Zündmasse vereinigt und diese Masse in Form eines Köpfchens auf paraffinirte Hölzchen aufträgt.

Wirthschaftlich-gewerblicher Theil.

**Die Gold- und Silberproduction der Welt
in den Jahren 1898—1900.**

[Schluss von S. 838.]

Die Production von Silber ist von 177 836 582 Troy-Unzen i. J. 1899 auf 182 632 653 Troy-Unzen im vergangenen Jahre, d. h. also um 4 796 071 Unzen gestiegen. Der Werth zeigt eine verhältnissmässig grössere Steigerung, nämlich von Doll. 105 900 116 auf Doll. 112 205 742,

also um Doll. 6 305 626. Es erklärt sich dies durch die während des letzten Jahres eingetretene Erhöhung des Handelswerthes dieses Edel-Metalles, der für 1899 mit 59,58 Cts., für 1900 mit 61,41 Cts. pro 1 Unze im Durchschnitt angegeben wird.

Auf die einzelnen Länder vertheilte sich die Production während der letzten beiden Jahre, wie folgt:

Silber-Production der Welt.

Land	Mengen in Troy-Unzen		Handelswerth in Doll.	
	1899	1900	1899	1900
Nord-Amerika:				
Vereinigte Staaten	57 126 834	59 561 797	34 036 168	36 576 900
Canada	3 078 837	4 446 505	1 834 371	2 730 599
Mexico	55 032 838	55 804 420	32 788 565	34 269 494
Central-Amerika: . . .	1 446 795	1 446 795	862 001	888 477
Süd-Amerika:				
Argentinien	383 561	383 561	228 526	235 545
Bolivia	10 432 685	10 432 685	6 215 784	6 406 712
Chili	5 772 791	5 772 791	3 439 430	3 545 071
Columbia	3 521 563	2 800 000	2 098 147	1 719 480
Ecuador	81 000	81 000	4 826	49 742
Peru	6 526 653	6 590 955	3 888 580	4 047 505