

stets bis auf wenige Sekunden gleich bleiben muß. Man macht 2—3 Kontrollversuche schnell hintereinander, wobei das Luftbad aber stets herausgenommen und auf Zimmertemperatur abgekühlt werden muß, ehe man das neue Probierröhrchen einführt. Die einzelnen Resultate dürfen nur wenige Zehntelgrade voneinander abweichen.

Die gesamte Bestimmung vom Einschmelzen des Pechs ab inkl. Vorbereitung der Probierröhrchen, einem Vorversuch und 3 Hauptversuchen dauert nur etwa 1 Stunde, abgesehen vom Anheizen des Paraffinbades.

Bei sehr harten oberhalb 80° schmelzenden Pechen und ähnlichen Substanzen wird man statt des Wasserbades ein Paraffinbad und entsprechend höher zeigende Thermometer anwenden. Der Vorversuch wird bei solchen Pechen bei 120 bzw. 150° ausgeführt.

Beleganalysen und experimentelle Bestätigung der Methode.

Die folgenden Schmelzpunktsbestimmungen sind in Nr. I—V inkl. mit einem und demselben mittelweichen Pech einer Koksteerdestillation ausgeführt, Nr. VI mit einem mittelharten Pech derselben Provenienz. Versuch I, II und VI bilden Beleganalysen, sind also genau — obwohl nicht mit besonderer Sorgfalt — nach obiger Methode ausgeführt und zeigen daher z. T. größere Abweichungen, als bei sehr sorgfältiger Ausführung der Fall ist. Die anderen Versuche zeigen Variationen derjenigen Bedingungen, welche nach unseren einleitenden Ausführungen das Resultat hauptsächlich beeinflussen.

I. Vorversuche.

Das Wasserbad ist kurz vor dem Einhängen des montierten Luftbades zum Sieden erhitzt worden, seine Temperatur fiel während des Versuches von 98 auf 94°.

Durchschnitt

Zeitdauer 4,7 5,0 4,9 5,0 = 4,9 Min.
vorläuf. Schmelzp. 64,9 64,2 64,2 64,2 = 64,4°

II. Hauptversuch.

Die Temperatur des Wasserbades ist konstant 10° höher als der bei vorstehenden Vorversuchen gefundene vorläufige Schmelzpunkt, also 74° (mit zulässigen Abweichungen von $\pm 1/2$ °).

Zeitdauer	8,3	8,6	8,8	8,9	Durchschn.
Schmelzpunkt	61,7	60,9	61,3	61,5	
Zeitdauer	8,7	9,1	8,3	8,4	

$= 8,6$ Min.
 $61,4^{\circ}$

III. Einfluß der Quecksilberbelastung.

1. bei 5 g Quecksilber (cet. paribus)
Zeitdauer 8,2 8,2 8,3 8,4 = 8,3 Min.
Schmelzpunkt 62,1 62,8 62,6 63,0 = 62,6°

2. bei 10 g Quecksilber (also normal)
Zeitdauer 9,0 8,9 9,0 8,6 = 8,9 Min.
Schmelzpunkt 60,8 61,6 60,7 61,2 = 61,1°

3. bei 20 g Quecksilber
Zeitdauer 6,6 6,5 7,0 6,9 = 6,9 Min.
Schmelzpunkt 55,6 55,7 55,7 55,8 = 55,7°

IV. Einfluß der Dicke (Höhe) des Pechstopfens.

1. 5 mm Pechschicht

Zeitdauer 7,0 7,4 7,4 7,3 = 7,3 Min.
Schmelzpunkt 59,1 59,8 59,7 58,9 = 59,4°

2. 7½ mm Pechschicht

Zeitdauer 8,0 8,2 8,2 8,3 = 8,2 Min.
Schmelzpunkt 60,2 60,7 59,9 60,4 = 60,3°

3. 10 mm Pechschicht (also normal, vgl. III, 2),

Zeitdauer 9,0 8,9 9,0 8,6 = 8,9 Min.
Schmelzpunkt 60,8 61,6 60,7 61,2 = 61,1°

V. Einfluß der Wasserbadtemperatur bzw. der Geschwindigkeit der Wärmesteigerung.

1. bei konstant 94° Wasserbad-Temperatur

Zeitdauer 5,2 5,6 5,6 5,5 = 5,5 Min.
Schmelzpunkt 63,8 63,9 64,1 63,9 = 63,9°

2. bei konstant 84° Wasserbad-Temperatur

Zeitdauer 5,9 6,0 6,0 6,0 = 6,0 Min.
Schmelzpunkt 62,5 62,8 62,5 62,6 = 62,6°

3. bei konstant 74° Wasserbad-Temperatur (also normal, vgl. III, 2)

Zeitdauer 9,0 8,9 9,0 8,6 = 8,9 Min.
Schmelzpunkt 60,8 61,6 60,7 61,2 = 61,1°

4. bei konstant 64° Wasserbad-Temperatur

Zeitdauer 13,1 12,9 13,2 12,6 = 13,0 Min.
Schmelzpunkt 58,5 58,7 58,5 58,8 = 58,6°

5. bei konstant 40° Wasserbad-Temperatur

schmolz dasselbe Pech cet. par. nach 6 Stunden.

VI. Beleganalyse mit mittelhartem Pech.

Vorversuch: Zeitdauer 7,6 Min., Schmpkt. 76,0°

Hauptversuche bei 86° Wasserbad

Zeitdauer: 9,5 9,4 9,6 9,8 = 9,6 Min.
Schmelzpunkt.: 75,5 75,4 75,6 75,9 = 75,6°

Anmerkung. Der Apparat ist zum D. R. G. M. angemeldet und mit oder ohne Paraffin-Einschmelzbad von C. Gerhardt in Bonn zu beziehen.

Zur Geschichte der Schwefelsäure-Fabrikation.

(Eingeg. 30. 3. 1905.)

Auf die Entgegnung der Badischen Anilin- und Soda-Fabrik bemerken wir folgendes:

Das wesentliche, den springenden Punkt unserer Entgegnung hat die B. A. u. S.-F. mit keinem Wort berührt, nämlich den Fehler der Nichtpatententnahme ihres im Geheimen betriebenen Verfahrens, wodurch die Tentelewische Gesellschaft zum Schutze ihrer Interessen gezwungen wurde, das öffentlich zum Verkauf Angebotene zu erwerben.

Zu den einzelnen Punkten der Entgegnung der B. A. u. S.-F. bemerken wir in Kürze:

Zu 1. Die Tentelewische Gesellschaft hat es nie bestritten noch verheimlicht, daß sie die auch ihr speziell angebotenen Erfahrungen D a u b s kaufte, nachdem sie der B. A. u. S.-F. den Vorschlag gemacht hatte, ihre Interessen in Rußland gemeinsam zu betreiben, aber abschlägig beschieden worden war. Ebenso wenig hat sie Grund

gehabt zu verheimlichen, daß sie Versuchsapparate des nicht patentierten Verfahrens aufgestellt hatte, die freilich unbefriedigende Resultate gaben. Daraus folgt aber sicher noch nicht, daß sie kein auf Grund eigener Erfahrungen ausgearbeitetes Verfahren besitzt.

Zu 2., 3. und 4. Nicht um die B. A. u. S.-F. um die Früchte ihrer Arbeit zu bringen, hat die Tentelew'sche Gesellschaft gegen die Erteilung der Patente an dieselbe in Rußland protestiert, sondern lediglich zur Wahrung berechtigter Interessen, da nach ihrer Überzeugung diese verspätete Anmeldung nach der erfolgten öffentlichen Bekanntmachung durch Daub nicht gerechtfertigt war. Außerdem protestierte sie auf Grund der in ihrer Fabrik gesammelten Erfahrungen, die sich nicht wegstreiten lassen, da die Tentelew'sche Fabrik bekanntlich seit 1886 zum ersten Male Schwefelsäureanhydrid herstellte und seit 1888 nach dem Kontaktverfahren arbeitet.

Der Protest der Tentelew'schen Gesellschaft war vergeblich, die B. A. u. S.-F. erhielt ihre Patente, wir ebenso das unselige, wonach wir jetzt arbeiten.

Zu 5. Die B. A. u. S.-F. teilt mit, daß sie sämtlichen in Betracht kommenden Interessenten von dem Sachverhalt Kenntnis gegeben habe. Hierzu wäre zu bemerken, daß die Tentelew'sche Gesellschaft erst Mitteilung erhielt, nachdem sie ihrerseits die B. A. u. S.-F. von dem Angebot Daubs in Kenntnis gesetzt hatte. Soweit uns bekannt, protestierte die B. A. u. S.-F. nicht öffentlich, und müssen wir dies auch jetzt noch annehmen bis zum Antritt des Gegenbeweises.

Zu 6. Wir haben nachgewiesen, aus den eigenen Briefen der B. A. u. S.-F., daß dasjenige, was Daub verkaufte, nicht geeignet war, ihr Verfahren zu entwerten und nicht von solchen Leuten (Daub) mit Erfolg ausgeschlagnutzt und anderweit in Betrieb gesetzt werden könnte, ferner, daß zurzeit der Patentmeldung der B. A. u. S.-F. „die fabrikatorisch wichtigen Apparate und Verfahren bei uns nicht in Anwendung waren“, und schließlich, daß durch die erfolgte Patentierung der sämtlichen Erfindungen der B. A. u. S.-F. unser Ankauf gegenstandslos geworden war.

Wenn somit 1. das Angekauft nichts taugte, 2. auf der Tentelew'schen Fabrik nicht in Anwendung war, 3. der Ankauf durch erfolgten Patentschutz gegenstandslos geworden war, die Tentelew'sche Gesellschaft trotzdem ihr Patent erteilt bekam, so war dies nur ermöglicht worden durch Versuche, welche im Laufe 16jähriger Tätig-

keit (1886—1902) selbständig durchgeführt wurden und zur Aufstellung eigenartiger, von ihr konstruierter Apparate führten.

Gegen die Sorge der B. A. u. S.-F. um „eine wahrheitsgetreue geschichtliche Überlieferung“, die deren Verdienste auf dem Gebiete der Schwefelsäurefabrikation mit Recht anerkennen wird, ist nichts einzuwenden. Diese Verdienste berechtigen aber nicht dazu, daß andere technischen Unternehmungen die Früchte ihrer eigenen langjährigen, mit großen Geldopfern verbundenen Arbeiten aufgeben und ihre Interessen denjenigen der B. A. u. S.-F. unterordnen sollen, sowie die erzielten Erfolge, wie im Falle der Tentelew'schen Gesellschaft, als nicht auf Grund eigener Erfahrungen beruhend, hinzustellen. Wir weisen die Behauptungen der B. A. u. S.-F. als unzutreffend zurück.

St. Petersburg, 14./27. 3. 1905.

Direktion
der Tentelew'schen Chemischen Fabrik.

Erwiderung.

(Eingeg. d. 13. 4. 1905.)

Nachdem die Tentelew'sche Gesellschaft nicht bestreiten kann und nicht bestreitet, daß sie uns veruntreutes Gut in Kenntnis dieses Umstandes aufgekauft und verwertet hat, ist die Angelegenheit für uns erledigt. Die Gründe, weshalb wir dieselbe der Öffentlichkeit übergeben, haben wir mitgeteilt. Die Absicht der Tentelew'schen Gesellschaft, die Aufmerksamkeit von dem einzigen springenden Punkt abzulenken, geht aus obiger Erklärung so deutlich hervor, daß wir darauf verzichten, die Diskussion noch fortzusetzen. Die Unrichtigkeit der Behauptung, daß die Tentelew'sche Gesellschaft bei sich ein auf Grund 16jähriger eigener Erfahrungen ausgearbeitetes Kontaktverfahren eingeführt habe, ist dargetan, und so möge nur noch zum Schluß darauf hingewiesen werden, daß das in Deutschland von der Tentelew'schen Gesellschaft nachgesuchte Patent auf den von ihr angeblich benutzten Kontaktapparat versagt wurde, weil der letztere sich nur als eine Nachbildung des in unserem Patente 113 932 beschriebenen Apparats darstellte.

Ludwigshafen a./Rh. d. 12./4. 1905.

Badische Anilin- und Soda-Fabrik.

Anm. d. Red. Nachdem nunmehr beide Parteien ihre Ansichten über die Geschichte des Anhydridverfahrens in Rußland mehrfach und ausführlich dargelegt, halten wir diese Frage für den redaktionellen Teil der Zeitschrift für angewandte Chemie für erledigt. Prof. Dr. B. Rassow.

Referate.

I. 2. Pharmazeutische Chemie.

. Untersuchung der Kawawurzel auf Glykosidgehalt.

(Riedels Berichte 1905, 52—53. Berlin.) Verf. hat 2 Glykoside aus der Kawawurzel eliminiert. Das eine in einer Ausbeute von 6,7%, das andere zu 0,2%.

Glykosid I ist schneeweiss, nicht völlig frei von anorganischer Substanz, leicht löslich in Wasser, ohne typischen Geschmack, gegen Lackmus von schwach saurer Reaktion. Eisenchlorid erzeugt keine Färbung. Der F. seiner Benzoylverbindung liegt dem des Glykosepentabenoats