

## Patentbericht.

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

Herstellung von Indigoküpen mittels fein vertheilten Indigos. (No. 121450. Vom 24. October 1899 ab. Badische Anilin- und Soda-fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Bekanntlich muss trockener Naturindigo vor seinem Gebrauch in der Küpe in sogen. Indigomühlen oft tagelang gemahlen werden, um in der Küpe leicht und vollkommen löslich zu werden. Auch synthetischer Indigo kann bei seiner Darstellung sich so grosskristallinisch ausscheiden, dass seine leichte Löslichkeit in der Küpe beeinträchtigt ist. Es hat sich nun gezeigt, dass man derartigen in der Küpe schwer löslichen Indigo irgend welcher Herkunft dadurch leicht löslich machen und in Folge dessen zur Herstellung von Indigoküpen verwenden kann, dass man ihn mit Schwefelsäure von solcher Concentration behandelt, dass zwar eine Sulfirung des Indigos noch nicht eintritt, wohl aber noch ein Sulfat desselben gebildet wird. Dieser Anforderung entspricht z. B. eine Schwefelsäure von 60° Bé. Das so gebildete, in schwarzbraunen Nadeln abgeschiedene Sulfat, welches seither kaum bekannt ist, wird durch Eintragen in Wasser wieder zersetzt, und der regenerirte Indigo fällt dabei derart fein vertheilt aus, dass er zur Herstellung aller Küpenarten, besonders aber der sehr mild wirkenden Gährungsküpe außerordentlich leicht löslich geworden ist.

*Patentanspruch:* Verfahren zur Herstellung von Indigoküpen mittels Indigos, welcher in den Zustand sehr feiner Vertheilung gebracht worden ist, indem Indigo mit Schwefelsäure von solcher Concentration behandelt wird, dass sich ohne Eintreten von Sulfirung das Sulfat bildet, welches sodann mit Wasser zersetzt wird.

Verfahren, die Wirkung des Verbleichens blauer, grüner oder violetter bis blau-schwarzer Farbstoffe auszugleichen. (No. 121504. Vom 18. December 1899 ab. Henry Edward Aykroyd in Ilkley und Paul Krais in Bradford.)

*Patentanspruch:* Verfahren, die Wirkung des Verbleichens blauer, grüner oder violetter bis blau-schwarzer organischer Farben auszugleichen, darin bestehend, dass man das gefärbte Material mit einem Ferrocyanid oder anderen Substanzen, welche unter der Einwirkung des Lichtes Berliner Blau erzeugen, imprägnirt, zum Zwecke, die durch das Licht bewirkte Bleichung des ursprünglichen Farbstoffes auszugleichen.

Verfahren zum Aetzen gefärbter Gewebe durch Aluminiumpulver und Bisulfit. (No. 121338. Vom 30. August 1900 ab. Kalle & Co. in Biebrich a. Rh.)

Werden die mit geeigneten Farbstoffen gefärbten oder bedruckten Gewebe mit einer Ätzfarbe bedruckt, welche neben dem Verdickungsmittel aus Aluminiumstaub und Bisulfit — vornehmlich Kaliumbisulfit — besteht, und hierauf in der üblichen

Weise gedämpft, so erhält man auf dem gefärbten Grunde ein tadelloses Weiss. Diese neue Ätzfarbe bietet gegenüber den bekannten Oxydations- und Reductionssätzen wesentliche Vortheile, indem sie weder auf die Faser noch auf die Walzen oder Rakel der Druckmaschine irgend welchen schädlichen Einfluss ausübt. Wird der Ätzfarbe irgend ein nicht ätzbarer Farbstoff zugesetzt und sonst wie beschrieben verfahren, so erhält man ein buntes Muster.

*Patentanspruch:* Verfahren zum Ätzen auf der Faser fixirter ätzbarer Farbstoffe, darin bestehend, dass man die gefärbten Gewebe mit einer Ätzfarbe bedruckt, die als ätzendes Agens Aluminiumpulver und Bisulfit — vornehmlich Kaliumbisulfit — enthält, bedruckt und hierauf dämpft.

### Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Darstellung von Cyanalkalien bez. Ferrocyanalkalien. (No. 121555. Vom 24. April 1900 ab. Dr. Jacob Grossmann in Harpurhey-Manchester.)

Schmilzt man ein Gemenge von Schwefelleber und Kohle, und trägt man Ammoniumsulfat in die Schmelze ein, so bildet sich unter starker bis zur Explosion gehender Reaction Rhodankalium. Dieses Verfahren wurde im Jahre 1863 von Fleck ausgearbeitet; es soll sich aber im grossen Maassstabe nicht bewährt haben. Ganz anders dagegen verläuft die Reaction, wenn man Ammoniakgas über ein auf Rothgluth erhitzen Gemisch von Kaliumsulfid und Kohlenstoff oder von Schwefelleber und Kohlenstoff leitet. Es bildet sich dann im Wesentlichen nur Cyankalium. Sulfocyanid tritt nur in ganz untergeordneten Mengen auf. Der grösste Theil des Schwefels entweicht dabei als Schwefelwasserstoff bez. Ammoniumsulfid.

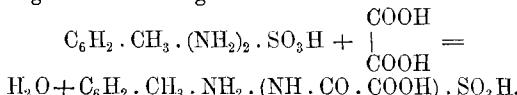
*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von Cyanalkalien, dadurch gekennzeichnet, dass man Ammoniakgas als solches oder Ammoniak, gemischt mit flüchtigen, nicht oxydirenden Ammoniakverbindungen oder mit Kohlenoxyd, Wasserstoff, Kohlenwasserstoffen oder anderen nicht oxydirenden Gasen, auf ein Gemisch von Kohlenstoff und Alkaliumsulfid, Schwefelleber oder diese bildenden Substanzen bei Rothgluth einwirken lässt. 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man dem Reactionsgemische entweder am Anfange oder am Schlusse der Reaction Eisen in fein vertheilter Form oder in Gestalt geeigneter Eisenverbindungen zusetzt, zum Zwecke, die gebildeten Cyanide in Ferrocyanide umzuwandeln.

Darstellung von m-Amidotolyloxaminsulfosäuren. (No. 121746. Vom 24. Juli 1900 ab. Schoellkopf, Hartford & Hanna Co. in Buffalo (V. St. A.)

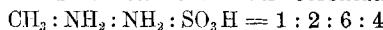
Erhitzt man m-Tolylendiaminsulfosäure, erhalten durch Sulfiren von m-Tolylendiaminsulfat mittels rauchender Schwefelsäure, von der wahrscheinlichen Constitution:



mit einem Überschuss von Oxalsäure in wässriger Lösung, so nimmt eine Amidogruppe den Rest der Oxalsäure auf unter Bildung einer bisher unbekannten m-Amidotolyloxaminsulfosäure gemäß folgender Gleichung:



Diese m-Amidotolyloxaminsulfosäure wird mit dem Buchstaben „A“ bezeichnet. Erhitzt man in gleicher Weise die sogenannte Schwanert'sche Toluylendiaminsulfosäure von der Constitution:



mit wässriger Oxalsäure, so entsteht eine von ersterer verschiedene Säure, welche als m-Amidotolyloxaminsulfosäure „B“ bezeichnet wird. Die Bildung beider Säuren vollzieht sich quantitativ schon bei einer Temperatur von 85 bis 90°. Beide Säuren sind in Wasser schwer löslich. Salpetrige Säure liefert mit beiden Säuren Diazoverbindungen, welche bei gewöhnlicher Temperatur sehr beständig sind. Die neuen Säuren sollen zur Darstellung von Farbstoffen Verwendung finden.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von zwei m-Amidotolyloxaminsulfosäuren, dadurch gekennzeichnet, dass die m-Toluylendiaminsulfosäure, aus m-Toluylendiaminsulfat durch Sulfiren erhalten, und die Schwanert'sche m-Toluylendiaminsulfosäure mit Oxalsäure in wässriger Lösung erhitzt werden.

#### Darstellung neuer Basen aus Anhydroformaldehydanilin und seinen Homologen. (No. 121 506. Vom 26. August 1900 ab. Dr. Ernst Erdmann in Halle a. S.)

Übergiesst man Anhydroformaldehydanilin mit Eisessig, so tritt nach kurzer Zeit eine kräftige Erwärmung ein, während die Substanz allmählich mit gelbrother Farbe in Lösung geht. Sorgt man durch Kühlung dafür, dass die Temperatur nicht über 25° steigt, so betheiligt sich der Eisessig nicht an der Reaction. Aus der gelbrothen Lösung fällt Wasser eine gelbe, amorphe Base, welche in kochendem Wasser erweicht, beim Erkalten spröde wird und nach wiederholtem Auskochen mit Wasser und mit Alkohol, Trocknen und Pulverisiren ein gelbliches Pulver darstellt, welches im Schmelzröhren nach vorherigem Erweichen bei ca. 120° schmilzt. Dieses neue Product hat dieselbe Zusammensetzung, wie sie dem Anhydroformaldehydanilin zukommt. Erfinder nennt dasselbe i-Anhydroformaldehydanilin. Es unterscheidet sich durch vollständig andere Eigenschaften von der ursprünglichen Substanz. unlöslich in Alkohol und Äther, löst es sich leicht mit gelber Farbe in verdünnter Salzsäure, ohne dabei Formaldehyd abzuspalten, liefert beim Erhitzen mit Essigsäureanhydrid eine Acetylverbindung ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{N}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O})_x$ ) und giebt bei energischer Reduction ein Gemenge aus etwa gleichen Theilen Anilin und p-Toluidin. Ebenso wie Anhydroformaldehydanilin reagiren seine Homologen mit Eisessig, nämlich die Anhydroformaldehydverbindungen der verschiedenen Toluidine und Xylidine.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung

neuer Basen, welche die Eigenschaft haben, mit substantiven Farbstoffen Lacke zu bilden, darin bestehend, dass man Anhydroformaldehydanilin, die Anhydroformaldehydtoluidine oder Anhydroformaldehydxylidine bei einer 25° nicht übersteigenden Temperatur mit Eisessig behandelt und auf die entstandenen Umwandlungsproducte in saurer Lösung Formaldehyd in molecularer Menge einwirken lässt.

#### Darstellung von Phenylglycin-o-carbonsäure. (No. 121 287. Vom 21. Juli 1900 ab. Dr. Daniel Vorländer und Dr. Rudolf Freiherr von Schilling in Halle a. S.)

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Phenylglycin-o-carbonsäure aus o-Tolylglycin, darin bestehend, dass man dieses am Stickstoff nitrosirt, das entstandene Nitroso-o-tolylglycin oxydirt und aus der so erhaltenen Nitrosophenylglycin-o-carbonsäure das Nitrosyl durch Reduktionsmittel oder alkoholische Salzsäure abspaltet.

#### Bearbeitung von Kleber und kleberhaltigem Material. (No. 121 437. Vom 13. November 1898 ab. Dr. Leopold Sarason in Berlin.)

Es wurde gefunden, dass, wenn man Kleber der Einwirkung von Formaldehyd in Gasform oder Lösung, von Polymeren des Formaldehyds oder von solchen Substanzen, welche Formaldehyd frei werden lassen, aussetzt oder ihn mit Formaldehyd versetzt (circa 1 Proc.), der so behandelte Kleber in der Art umgewandelt wird, dass er nach dem Trocknen neue Eigenschaften zeigt, welche ihm vorher nicht eigen waren, und von denen am meisten hervorzuheben sind völlige Geruch- und Geschmacklosigkeit, völlige Widerstandsfähigkeit gegen Nässe, selbst bei hohen Temperaturen, Fäulnisbeständigkeit, Unlöslichkeit in seinen sonstigen Lösungsmitteln, grössere mechanische Widerstandsfähigkeit. Die oben gekennzeichnete Beeinflussung des Klebers durch Formaldehyd eröffnet für die gewerbliche Verwerthung von Kleber und kleberhaltigen Stoffen ganz neue Aussichten, welche wegen des schlechten Geruchs und Geschmacks, der Widerstandsfähigkeit gegen Wasser und andere Einflüsse dem Kleber bislang verschlossen waren.

**Patentanspruch:** Verfahren der Bearbeitung von Kleber und kleberhaltigem Material, zum Zweck, den Kleber geruch- und geschmacklos und widerstandsfähiger gegen hohe Temperatur, Lösungsmittel, Fäulnis, mechanische Angriffe zu machen, gekennzeichnet durch die Behandlung mit Formaldehyd.

#### Klasse 23: Fett- und Oelindustrie.

##### Herstellung neutraler Fette, Öle und Mineralöle. (No. 121 689. Vom 15. September 1900 ab. Elektricitäts-Aktiengesellschaft vorm. Schuckert & Co. in Nürnberg.)

Wie der Erfinder beobachtet hat, eignet sich für die Neutralisation der Öle am besten das Ammoniumcarbonat oder -bicarbonat, welches entweder in das heisse Öl unter Umrühren eingestreut oder noch besser dem kalten Öl beigegeben wird. Beim Erhitzen des Öls geht das auf dem Boden des Kessels befindliche kohlensaure Ammoniak in den gasförmigen Zustand über, durchdringt das Öl

und neutralisiert es ohne Hinterlassung eines Rückstandes. In Folge der Kohlensäureentwicklung färben sich die Öle beim Erhitzen nicht so dunkel, wie bei der bereits vorgeschlagenen Anwendung von Ammoniak für sich.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung neutraler Fette, Öle und Mineralöle durch Behandlung mit Ammoniumcarbonat.

**Reinigen von Mineralölrückständen.** (No. 121 690. Vom 29. August 1900 ab. C. Daeschner in Deuben-Dresden.)

Bei dem Versuche, Mineralölrückstände anderer als russischer Provenienz auf Mineralschmieröl, ohne Anwendung des bisher befolgten Raffinationsverfahrens, mittels Schwefelsäure auf solche Reinheit zu bringen, dass dieselben in erster Linie vollkommen benzinlöslich werden und den Anforderungen deutscher Bahnverwaltungen entsprechen, ging der Erfinder von der Beobachtung aus, dass solche in bahntechnischer Auffassung unreine, asphaltöse, pechige oder verharzende Rückstände mit Wasser, hauptsächlich aber mit alkalischem Wasser, ziemlich beständige Emulsionen eingehen, dagegen sich mit verdünnten und selbst mit concentrirten Laugen mit mehr oder weniger rother Farbe und grüner Fluorescenz nach der Mischung und in der Wärme absetzen. Die Entfernung der mit Alkali in Form von Seifen löslich gemachten Verunreinigungen bietet nun im Wege der Wasserwäsche für den technischen Betrieb, schon wegen der Menge des benötigten Wassers, grosse Schwierigkeiten; sie wird aber durch Alkoholzusatz bedeutend erleichtert, so dass es nahe lag, das Alkali anstatt in wässriger Lösung, wie bisher, gleich von Beginn der Operation an in alkoholischer Lösung anzuwenden. Für die alkoholische Lösung wurde als besonders zweckmäßig eine Mischung befunden, welche besteht aus: 3 Volumtheilen 70-proc. Alkohols und 1 Volumtheil Natronlauge von 38° B. vom spec. Gew. 1,010 bei 15° C. Das Verfahren kann in folgender Weise zur Erzielung eines benzinlöslichen Mineralölrückstandes passende Anwendung finden: In einem doppelwandigen, mit Wasserdampf oder heißem Wasser heizbaren, cylindrischen Kessel, welcher konischen Boden und Ablasshahn sowie trichterförmigen Deckel und Abzugsrohr besitzt, werden 3 bis 4 Th. Mineralölückstände mit ungefähr 1 Th. vorgenannter alkoholischer Natronlauge mittels Rührgebläse oder Rührwerk in der Kälte tüchtig emulgirt, alsdann auf etwa 70° C. erhitzt und auf dieser Temperatur so lange erhalten, bis sich die alkoholische Natronlauge durch den Bodenhahn (zweckmäßig in eine mit diesem verbundene Spiritusblase) als dunkelrot bis schwarz gefärbte, im auffallenden Lichte grüne, klebrige und charakteristisch riechende Flüssigkeit abziehen lässt. Als dann wird der Cylinderinhalt auf ca. 100° weiter erhitzt und durch Einströmen von überhitztem Wasserdampf von den letzten Alkoholanteilen, welche behufs Wiedergewinnung des Alkohols eine mit dem cylindrischen Deckel verbundene Kühlung passiren, befreit. An Stelle des überhitzten Dampfes kann auch ein heißer Luftstrom Verwendung finden. Die alkoholische Natronlauge wird in der Spiritusblase vom Alkohol

befreit und, wenn dies geschehen ist, erkalten gelassen, wobei sich das von der Natronlauge aufgenommene Harz, genannt „Seifenharz“, an der Oberfläche ausscheidet, so dass die Natronlauge an dem Bodenhahn abgezogen und wiedergewonnen werden kann.

**Patentanspruch:** Verfahren zum Reinigen von Mineralölrückständen, dadurch gekennzeichnet, dass man den Mineralölrückständen behufs Abscheidung der harzigen Bestandtheile alkoholische Alkalilauge zusetzt und diese Mischung alsdann auf etwa 70° C. so lange erhitzt, bis sich die Lauge von dem Öl getrennt hat.

### Klasse 53: Nahrungs- und Genussmittel.

**Auswaschen von Hefe mit verdünnter Essigsäure zwecks Herstellung von Nährpräparaten.** (No. 121 579. Vom 17. November 1897 ab. Jean Peeters in Schaerbeek b. Brüssel.)

Für die Herstellung von Nährpräparaten aus Hefe ist es nothwendig, die Hefe einer Waschung zu unterwerfen, insbesondere um die hauptsächlich bitter schmeckenden Stoffe, die in der Hefe enthalten sind, zu entfernen. Das vorliegende Verfahren besteht darin, dass die Hefe mit Wasser ausgewaschen wird, dem Essigsäure zugesetzt ist. Vortheilhaft setzt man  $\frac{1}{1000}$  Essigsäure hinzu. Im Allgemeinen wird eine viermalige Waschung unter Absetzenlassen und Entfernen der Waschflüssigkeit genügen, um die Hefe für die spätere Herstellung von Nährpräparaten geeignet zu machen. Die Vortheile der Anwendung des Essigsäurezusatzes zum Waschwasser vor anorganischen (Schwefelsäure oder Salzsäure) oder organischen (z. B. Milchsäure, Citronensäure, Weinsäure) Säuren bestehen darin, dass der Absatz der Hefe auf das geringste Maass gebracht wird, so dass er ein geringeres Volumen besitzt. Die Essigsäure hat weiter die Vorzüge, der Hefe keinerlei specifischen Geschmack zu geben, die Unreinigkeiten schnell aufzunehmen und festzuhalten, sowie keine Zersetzung der Hefe zu veranlassen.

**Patentanspruch:** Verfahren zum Auswaschen von Hefe zwecks Herstellung von Nährpräparaten, gekennzeichnet durch die Anwendung verdünnter Essigsäure.

### Klasse 89: Zucker- und Stärkegewinnung

**Gewinnung von Glucose mittels Mucedineen oder Schimmelpilze.** (No. 120 835. Von 6. Juli 1900 ab. Léon Charles Alber Calmette in Lille (Nord.)

**Patentanspruch:** Verfahren zur Gewinnung von Glucose mittels Mucedineen, darin bestehend, dass man, um die sonst durch Gährung entstehenden Verluste zu verhindern, eine Würze oder Maische in Gegenwart von Mucedineen eine Temperatur von etwa 35 bis 38° C. aussetzt und darauf den Inhalt des Würze- oder Maischgefäßes möglichst schnell durch Berieselung des Gefäßes auf 10 bis 15° abkühlt oder aber auf etwa 55° erhitzt wodurch in beiden Fällen die Mucedineen in die Entwicklung gehemmt werden, ohne die Nachwirkung der verzuckernden Fermente (Dextrinase Maltase, Diastase) zu beeinträchtigen.