

kül Hydrochinon mit zwei Molekülen Brom. Die Bromhydrochinone zeigen übrigens im Ganzen das Verhalten der Hydrochinone selbst. — Wird Bromanil mit Bromwasserstoffsäure erhitzt, so tritt freies Brom auf und entsteht das Tetrabromhydrochinon.

Wie typisch für das Glaubersalz bekannt ist, können bei höherer Temperatur inmitten wässriger Lösungen an Krystallwasser ärmere Salze entstehen. Die HH. Merz u. Weith haben nun beobachtet, dass eine überhitzte Kupfervitriollösung nicht farblos wird, sondern im Paraffinbad gegen 200° grünes, krystallinisches Salz absetzt, welchem nach den Analysen des Herrn Steinmann, die Formel $6 \text{CuO} \cdot 2 \text{SO}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ zukommt. — Aehnliche Zersetzungsverhältnisse zeigen c. p. auch andere Metallsalzlösungen. Wismuth- und Antimontrichlorür liefern zwischen 200—250° mit der etwa zehnfachen Wassermenge brillante Krystallisationen. Nähere Mittheilungen werden vorbehalten.

Herr Wahl beabsichtigt im Anschluss an die im Universitätslaboratorium ausgeführten Perhalogenirungen und zunächst an frühere eigene Versuche höhere Paraffine erschöpfend zu bromiren. Da das normale Hexan relativ leicht in Perbrombenzol übergeht, so könnte wohl geeignetes Dodekan Perbromdiphenyl liefern. Als eine eventl. taugliche Substanz erscheint das Dihexyl aus dem Jodür des Methylbutylcarbinoljodürs. Das Jodür reagirt leicht mit Natrium, wobei eine Mischung von Hexan und Dodekan (ungefähr im Verhältniss von 3:2) entsteht. Letzteres hat die allgemeinen Eigenschaften der Paraffine, siedet bei 198° (corr.) und wird von Brom leicht angegriffen. Ein sehr ähnlicher und vielleicht derselbe Kohlenwasserstoff ist übrigens schon von Schorlemmer als Nebenprodukt aus dem β -Hexyljodür durch Zink und Salzsäure erhalten worden (Ann. Chem. Pharm. 161, 375).

55. Rud. Biedermann: Bericht über Patente.

F. W. Dupré u. C. N. Hake in Stassfurt. Verfahren zur Herstellung von Kaliumsulfat direct aus Schönit. (D. P. No. 8021, v. 21. Jan. 1879). Da bei der Fällung einer Schönitlösung ($\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{MgSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) mit Kalk ein dicker Brei entsteht, welcher die Gewinnung der in ihm enthaltenen Kaliumsulfatlösung praktisch unmöglich macht, so mischen die Erfinder feingemahlene Schönit (100 Th.) trocken mit gelöschtem oder ungelöschtem Kalk (14 Th.) Der Krystallwassergehalt des Schönit (6 aq.) ist für die Zersetzung zu Gyps, Kaliumsulfat und Magnesia ausreichend. Die erhaltene plastische Masse wird entweder calcinirt oder mehrere Tage sich

selbst überlassen und ist dann zur Auslaugung völlig geeignet. Die erhaltenen Laugen werden wiederholt zum Auslaugen benutzt, so dass der Verbrauch an Wasser auf ein Minimum beschränkt, die Löslichkeit des Gypses verringert und ein etwaiger Gehalt an Bittersalz sofort wieder entfernt wird.

Gustav Löwig in Dresden und Friedrich Löwig in Goldschmieden. Verfahren zur Reinigung von Thonerde, welche in der Zuckerfabrikation oder sonst zur Klärung von Flüssigkeiten benutzt worden ist und zur Gewinnung der in ihr enthaltenen Stoffe. (D. P. No. 6713, v. 13. Oct. 1878. — 1) Die colloidale Thonerde wird in äquivalentem Verhältniss mit gemahlenem Kalk oder Kalkmilch gemischt. Die Masse wird zur Zerstörung der organischen Stoffe erhitzt. Für die meisten Fälle ist die Verbrennung des ausgeschiedenen Kohlenstoffs nicht nöthig. Das Calciumaluminat wird dann gelöst und die Thonerde ausgefällt.

2) Die Thonerde wird mit Chlormagnesium gemischt und erhitzt. Die entweichende Salzsäure zerstört die organischen Stoffe, das Magnesiumaluminat wird in bekannter Weise behandelt.

3) Man löst die Thonerde in Salzsäure und dampft die Chloraluminiumlösung so weit ein, dass die in ihr befindlichen organischen Stoffe zerstört werden. Vor zu starkem Glühen muss man sich hüten, damit sich keine unlösliche Thonerde bilde.

4) Die Chloraluminiumlösung (nach 3) wird mit Chlormagnesium versetzt und abgedampft. Es bildet sich Magnesiumaluminat. Die entweichende Salzsäure wird condensirt.

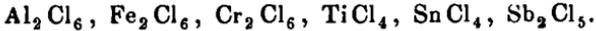
5) In ähnlicher Weise wird Verfahren 3) und 1) combinirt.

6) Die Thonerde wird in kaustischen Alkalien gelöst, filtrirt und als Aluminat einer alkalischen Erde gefällt. Oder die Alkalilösung wird eingedampft, die Masse zur Zerstörung der organ. Substanz geblüht, wieder gelöst und wie oben weiter behandelt.

Die in der gebrauchten Thonerde enthaltenen fremden Stoffe (zumal die eiweissartigen) kann man am besten nach den Verfahren 3) und 4) gewinnen und zu Dungzwecken oder zur Darstellung von Ammoniak benutzen.

Ad. Herran in Paris und Alfr. Chaudé in Yerres. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen durch Einwirkung von Nitrobenzol bzw. Nitrotoluol auf Gemenge von Anilin oder einem Homologen desselben und Metalldoppelchloriden. (D. P. No. 7991, v. 28. Dec. 1878.) — Bringt man zu dem Gemisch von Metallchloriden und Anilin Nitrobenzol (oder Homologe) oder Binitrobenzol und erwärmt das Gemisch je nach der Natur der angewendeten Körper auf 140 bis 210°, so bilden sich Farbstoffe. Die Homologen des Anilins liefern rothe, in heissem Wasser lösliche, und graue, un-

lösliche Farbstoffe. Man kann Doppelchloride verwenden, welche folgende Metallchloride enthalten:



Den folgenden Stoffen geben Erfinder den Vorzug: Aluminiummagnesiumchlorid, Aluminiummanganchlorid, Aluminiumzinkchlorid, Aluminiumnatriumchlorid, Aluminiumcalciumchlorid, Aluminiumferrochlorid, Ferriferrochlorid, Ferrimanganchlorid, Ferrimagnesiumchlorid, Ferrizinkchlorid, Ferricalciumchlorid. So wird ein blauer Farbstoff gebildet, wenn man ein Gemisch von 2 Th. Anilin und 1 bis $1\frac{1}{2}$ Th. Aluminiumzinkchlorid bis nahe zum Siedepunkte des Anilins erhitzt, darauf 1 bis $1\frac{1}{4}$ Th. Nitrobenzol zusetzt und die Erwärmung mehrere Stunden hindurch fortsetzt. Nach dem Erkalten löst man die Masse in conc. Schwefelsäure, fällt den Farbstoff mit Wasser und löst denselben in Alkali.

Einen rothen und einen grauen Farbstoff erhält man durch Erwärmen von 2 Th. Toluidin mit 1 bis $1\frac{1}{2}$ Th. Doppelchlorid und Zusatz von $1\frac{1}{4}$ Th. Nitrobenzol oder $1\frac{1}{2}$ Th. Nitrotoluol, bis die Masse dickflüssig ist. Kochendes Wasser löst den rothen Farbstoff, den grauen macht man durch Ueberführung in die Sulfosäure wasserlöslich.

Meister, Lucius u. Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen durch Einwirkung gechlorter Chinone auf secundäre und tertiäre aromatische Monamine. (D. P. No. 8251, v. 24. Juni 1879.) I. Violette Farbstoffe. Zur Darstellung derselben werden hauptsächlich mono- und dimethylirte Basen der Benzolreihe und das rohe Chloranil, wie es nach der Vorschrift von Graebe (Ann. d. Chem. u. Pharm. Bd. 146, S. 1) erhalten wird, verwendet. Z. B. in 2 Th. Dimethylanilin wird nach und nach unter Umrühren 1 Th. Chloranil eingetragen und längere Zeit auf $60-70^\circ$ C. erwärmt. Die kupferglänzende Schmelze wird durch Auskochen mit Wasser von überschüssigem Dimethylanilin befreit und der Farbstoff alsdann durch Auflösen in 3 Th. Spiritus und Fällen der Lösung mit Wasser rein erhalten. Er ist getrocknet und zerrieben ein metallglänzendes Pulver und färbt in alkoholischer Lösung Wolle und Seide violett. Durch Ueberführung in die Sulfosäure wird er wasserlöslich gemacht.

II. Blaue Farbstoffe. Man lässt Chloranil auf Methyl-diphenylamin und dessen Homologe wirken. Z. B. 2 Th. Methyl-diphenylamin und 1 Th. Chloranil erbitzt man bis zum Zähflüssigwerden im Wasserbade und dann so lange auf $120-130^\circ$, bis eine Probe nach dem Erkalten sich pulvern lässt. Die Schmelze wird zur Entfernung des überschüssigen Methyl-diphenylamins mit Salzsäure gewaschen, dann in 10 Th. Alkohol gelöst und mit 10 Th. Wasser gefällt. Der nach dem Abfiltriren getrocknete Farbstoff bildet ein violettes Pulver, löst sich in Alkohol mit rein blauer Farbe und färbt Seide und Wolle

bedeutend reiner wie Triphenylrosanilin. Aus diesem Farbstoff lassen sich auch je nach der Einwirkung von Schwefelsäure Alkali-, Seide- und Baumwollenblaus herstellen.

III. Grüne Farbstoffe. Diese bilden sich bei der Einwirkung von Chloranil auf das benzylirte Diphenylamin und dessen Homologe. Z. B. 3 Th. Benzylidiphenylamin werden auf dem Wasserbade auf 60° C. erwärmt, unter Umrühren wird nach und nach 1 Th. Chloranil eingetragen und die Masse so lange bei 60—80° erhalten, bis eine erkaltete Probe sich brechen lässt. Die violettschwarze Schmelze wird in 50 Th. Alkohol gelöst und nach dem Filtriren mit 2.5 Th. Wasser und 1 Th. Salzsäure von 1.2 spec. Gew. versetzt. Der ausfallende Farbstoff ist, getrocknet und zerkleinert, ein dunkelgrünes, alkohollösliches Pulver, das jedoch nur sehr unbefriedigend färbt. Dagegen giebt es sehr leicht Sulfo Säuren, die sich, wie die wasserlöslichen Anilinblaus, färben lassen und wie diese je nach dem Grade der Einwirkung der Schwefelsäure als Alkaligrün oder wasserlösliches Grün erhalten werden.

Joh. Zeltner in Nürnberg. Bereitung von Ultramarin-roth aus Ultramarinviolet. (D. P. No. 8327, v. 14. August 1878.) In einem Kasten aus Stein, der ringsum von Feuer umspielt werden kann, befinden sich auf dem Boden irdene Pfannen, die mittelst eines Rohres mit Salzsäure angefüllt werden können. Der Kasten wird mit dünnen irdenen Plättchen angefüllt, auf welche eine 1 cm dicke Schicht Ultramarinviolet gelegt wird. Man erhitzt bis auf nahezu 100° und giebt alsdann Salzsäure ein. Durch die Reaction, bei welcher dem Ultramarinviolet Salzsäure entzogen wird, steigt die Temperatur auf 130°, welche man durch erneuten Salzsäurezusatz, und wenn nöthig durch Feuer so lange unterhält, bis das Violet in lebhaftes Roth übergegangen ist.

A. Riebeck in Halle a. S. Verfahren zur Erzeugung von Leuchtgas durch Einführung eines porösen, mit Gasöl getränkten Körpers zugleich mit der Steinkohle in die Retorte. (D. P. No. 8455, v. 25. Juli 1879.) Eine Lage Sägemehl wird mit doppelt soviel Gasöl bebraunt, die Füllmulde mit Schichten von 40 pCt. Steinkohle, 30 pCt. getränktem Sägemehl und 30 pCt. Steinkohle gefüllt. Die Füllmulde wird in die Retorte geschoben.

Carl Kurtz in Köln. Neuerungen an dem Verfahren und den Apparaten zur Nitrirung von Glycerin bei ununterbrochener Ableitung des entstandenen Nitroglycerins aus dem Mischgefäß und unter Anwendung von comprimierter Luft zum Mischen und Kühlen. (D. P. No. 8463, v. 22. Mai 1879, Zus. zu D. P. No. 6208; vgl. d. Ber. XII, 1734.) Glycerin, das durch Einblasen von comprimierter, kalter Luft eine emulsionsartige Beschaffenheit erlangt hat, wird in das Säuregemisch gebracht. Durch Einfüh-

rung kalter Luft in das Reactionsgefäss kann die Temperatur des Inhalts regulirt werden. Das abgeheberte und mit Wasser und Alkali gewaschene Nitroglycerin wird unter Einleiten kalter Luft durch fractionirte Krystallisation gereinigt.

W. Lesemeister in Köln. Apparat zur Conservirung von Bieren durch natürliche Ausscheidung der Gährungsfermente und Imprägnirung mit Kohlensäure. (D. P. No. 8331, v. 25. März 1879.) Das Bier wird in einem kupfernen Kessel auf 100° C. erhitzt, wodurch die Gährungsfermente getödtet werden, und darauf mittelst einer Pumpe durch eine Kühlschlange nach einem Reservoir gedrückt, wo beim Erkalten die dem Biere noch anhaftenden Hefentheilchen und Fermente sich absetzen. Die bei dem Erhitzen entwichene Kohlensäure wird mittelst eines besonderen Apparates dem Biere wieder zugeführt.

Otto Bourgau in Schöningen. Verfahren zur Reinigung des Kesselspeisewassers mittelst Schwefelbarium. (D. P. No. 8492, vom 25. März 1879). Der Erfinder benutzt rohes Schwefelbarium zur Reinigung des Speisewassers. Dasselbe wird in heissem Wasser unter tüchtigem Umrühren gelöst und der unlösliche Rückstand drei- bis viermal mit heissem Wasser ausgewaschen, so dass sämtliches Schwefelbarium gelöst ist. Durch diesen Zusatz wird die Schwefelsäure vollständig ausgefällt und mit dem schwefelsauren Baryt scheidet sich kohlenaurer Kalk aus, wobei sich Schwefelwasserstoff entwickelt. Ein Rest von Kohlensäure oder Calciumbicarbonat wird durch Kalkmilch entfernt. Die Lösung des Schwefelbariums reagirt alkalisch und vermag Eisen nicht anzugreifen. Die Entstehung von corrosivem Chlormagnesium oder Chlorammonium, wie diese durch Chlorbariumzusatz nach dem de Haën'schen Verfahren stattfindet, wenn das Kesselwasser Magnesiumsulfat oder Ammoniaksalze (Brüdenwässer der Zuckerfabriken) enthält, wird nach diesem Verfahren vermieden.

J. A. Sieglitz u. Co. in Leipzig. Verfahren, von Natur weisse Felle oder Felle mit weissen Haarspitzen in verschiedenen Abstufungen braun zu färben, so dass die oberen Spitzen der Haare weiss bleiben. (D. P. No. 6095, v. 1. Dec. 1878). Als Reservage für die Haarspitzen wird ein Brei aus 10 Th. Gummiarabicum, 5 Th. Bleizucker, 10 Th. fettem weichem Thon und 10 Th. basisch essigsauerm Kupferoxyd aufgestrichen. Dann wird das Haar mittelst einer Lösung von Bleioxyd in Kalkmilch durch das infolge des Schwefelgehaltes des Haares entstehende Schwefelblei dunkel gefärbt. Eventuell folgt noch Behandlung mit Schwefelammonium. Auch eine Gallusextractlösung mit unterschwefligsaurem

Silber oder salpetersaurem Wismuth wird zum Dunkelfärben empfohlen. Schliesslich wird die Reservage abgewaschen.

Benrath u. Franck in Gelbe Mühle bei Düren. Thierisch geleimtes Pauspapier. (D. P. No. 5881, v. 26. Nov. 1878.) Das Pauspapier wird durch Leitwalzen einen $5\frac{1}{2}$ m langen Weg durch schwache Leimlösung gezogen, gepresst und ohne Anwendung von Dampf an der Luft getrocknet.

W. Kelbe in Karlsruhe. Verfahren zur Reinigung des Harzöls. (D. P. No. 7369, v. 9. Oct. 1878). Das Produkt der trocknen Destillation des Colophoniums, das sogen. „Harzöl“, enthält noch grosse Mengen (ca. 20 pCt.) unzersetzten Colophoniums, es hat einen unangenehmen, dem Holztheer ähnlichen Geruch, und besitzt in hohem Grade die Eigenschaft, blau zu fluoresciren. Der Erfinder reinigt dasselbe, indem er das Colophonium mit Aetznatron verseift, so dass es durch Wasser ausgewaschen werden kann. Ein geringer Ueberschuss von Aetznatron dient dazu, die bei der trockenen Destillation gebildeten Phenole aufzunehmen. Die leichter flüssigen Bestandtheile werden durch längeres gelindes Erhitzen des gewaschenen Oels an der Luft verdampft und durch die oxydirende Wirkung der Luft wird der das Fluoresciren verursachende Stoff entfernt.

Das rohe Oel wird zu dem Zweck in einem mit einem Rührwerk versehenen Kessel, der davon nur etwa zu 2 Fünftel gefüllt werden darf, auf ungefähr 120° C. erhitzt. Dann werden unter Umrühren auf je 100 Pfund Oel 8 l Natronlauge von 1.215 spec. Gewicht zugesetzt. Der Kesselinhalt wird dann etwa eine halbe Stunde lang zum gelinden Sieden erhitzt, unter Ersatz des verdampfenden Wassers. Darauf werden auf je 100 Pfund Oel unter Umrühren 50 l Wasser zugesetzt und die Flüssigkeit auf eine genau innezuhaltende Temperatur von 50 bis 60° C. gebracht. Durch Salzlösungen (auch durch überschüssige Natronlauge) wird die Harzseife ausgefällt. Haben sich Oel und Lauge möglichst vollständig von einander getrennt, so wird die letztere abgelassen und das Oel noch zweimal mit je 25 l warmen Wassers nachgewaschen. Dasselbe ist jetzt trübe von suspendirtem Wasser, riecht noch stark und zeigt noch die Eigenschaft des rohen Oeles, blau zu fluoresciren. Um es von allen diesen Eigenschaften zu befreien, wird es in flache (eiserne) Gefässe gebracht und in diesen einige Tage bei 60° bis 80° C. der Luft ausgesetzt. Das Wasser und die leichter flüssigen Oele verdampfen, während die das Fluoresciren verursachende Substanz verschwindet.

Die Seifenlauge und die Waschwasser werden in einem Reservoir gesammelt und hier mit Kohlensäure gesättigt. Das dadurch in Klumpen sich abscheidende Harz kann wieder wie frisches Harz der Destillation unterworfen werden, um so wieder rohes Harzöl zu liefern.

Die überstehende, wässrige Lösung liefert beim Eindampfen kohlen-saures Natron.

Jul. W. Klinghammer in Braunschweig. Darstellung von trockenem Melassekalk mit möglichst wenig Kalk. (D. P. No. 8311, v. 19. Januar 1879.) Die auf 100° erwärmte Melasse wird mit nur soviel Aetzkalkpulver versetzt, dass sich gerade Calciumsacharat bilden kann. Um dabei die Lösungen der in der Melasse enthaltenen Salze und Zuckerkali aufzusaugen, werden indifferente Stoffe wie Pulver von Mergelkalk, Ziegelsteinen, Sägespännen, Sand und dergl. zugesetzt.

Nächste Sitzung: Montag, 9. Februar 1880 im Saale der
Bauakademie am Schinkelplatz.