

265. Rud. Biedermann: Bericht über Patente.

Dem in der vorigen Nummer der Berichte beschriebenen Apparat von Pechiney zur Bereitung von Ammoniaksoda reihen sich noch folgende beiden Patente an:

Alfred Rangod Pechiney in Salindres. Calcination von Natriumbicarbonat im Ammoniaksodaverfahren. (Engl. P. 2099 vom 24. Mai 1880.) Die Erfindung besteht wesentlich darin, das Bicarbonat mittelst Kohlensäuregas zu erhitzen, welches von einer vorhergehenden Operation herrührt und in einem besonderen Apparate erhitzt worden ist. Der Apparat besteht aus vier gemauerten Kammern, die von einer eisernen Hülle umgeben sind. Diese ruht so auf einem centralen Zapfen, dass der Apparat gedreht werden kann. Der Zapfen ist auf dem Kolben einer hydraulischen Presse befestigt, so dass das Ganze um einige Zoll gehoben werden kann. Im Boden jeder Kammer ist eine Oeffnung. In einer der vier normalen Stellungen des Apparats sind drei dieser Oeffnungen in Verbindung mit entsprechenden Canälen in dem Mauerwerk, die ihrerseits wieder mit den Gaszuleitungsröhren in Verbindung gesetzt werden können. Das erhitze Kohlensäuregas kann nur unten in die erste Kammer *A* eintreten, geht von dem oberen Ende derselben in den entsprechenden Canal, der dasselbe unten in Kammer *B* einleitet u. s. w. Aus der dritten Kammer *C* und deren zugehörigem Canal passirt das Gas in eine Austrittsröhre und einen damit verbundenen Kühlapparat. Unterdessen wird die Kammer *D* entleert und wieder chargirt. Wenn der Inhalt von *A* genügend calcinirt ist, so wird der Apparat gehoben und ihm eine Viertelumdrehung ertheilt. Die Kammer *A* wird dadurch isolirt und der Gasstrom gelangt zuerst nach *B*. — Das Bicarbonat wird durch eine verschliessbare Oeffnung am oberen Ende der Kammern eingefüllt und fällt auf einen Rost. Durch seitliche Thüren wird der Inhalt hinausgeschafft. Da die Temperatur zu hoch ist, um Wasser als hydraulische Dichtung der Kammern anzuwenden, so wird dazu Paraffin oder eine leicht schmelzbare Legirung angewendet. — Nachdem das Wasser aus den austretenden Gasen in dem Kühlapparat abgeschieden ist, kommen diese in einen Sammelbehälter, von wo ein Theil derselben in den Ammoniaksodaapparat gepumpt wird, ein anderer Theil in einen Lufterhitzungsapparat und weiter zu der Calcination.

Alfred Rangod Pechiney in Salindres. Trennung von Flüssigkeiten und Niederschlägen. (Engl. P. 2100 vom 24. Mai 1880.) Der Apparat dient hauptsächlich zur Filtrirung des Natriumbicarbonats in dem Ammoniaksodaverfahren. Das Auspressen der

Flüssigkeit aus dem Niederschlage wird mittelst hydraulischen Druckes in Filtrircylindern bewirkt. Diese werden durch einen ringförmigen Kolben gehalten, beziehungsweise gehoben, während der nöthige Druck auf ihren Inhalt durch einen centralen cylindrischen Kolben ausgeübt wird. Beide Kolben werden durch besondere hydraulische Pressen bewegt. Die einzelnen Filtrircylinder sind so angeordnet, dass sie um einen Pfeiler gedreht werden können, damit sie ausgeschaltet, entleert und wieder gefüllt werden.

William Chadwick, Thomas Chadwick, James Chadwick in Manchester und Josiah Wickliffe Kynaston in St. Helens. (D. P. 14185 vom 31. August 1880. Zusatz - Patent zu No. 11137 vom 10. October 1879, vgl. diese Berichte XIII, Seite 2246 und 1894). Um das Eisen vollständig aus den Lösungen von schwefelsaurer Thonerde zu entfernen, kann dasselbe durch Zusatz von Ferrocyancaesium in Berliner Blau übergeführt werden. Dies setzt sich aber ausserordentlich langsam ab. Wenn man das vorhandene Arsen erst nach dem Zusatz des Ferrocyanids durch Schwefelwasserstoff fällt, so wird zwar das Berliner Blau mit dem Schwefelarsen vollständig niedergeschlagen, kann dann aber nicht weiter verwertbet werden. Die Erf. erreichen die vollständige Abscheidung nun auch durch Zusatz einer geringen Menge eines Metallsalzes, namentlich Zink- oder Kupfervitriol, zu der blauen Flüssigkeit. Diese Körper sollen nur physikalisch wirken, namentlich keine Zersetzung des Ferrocyanids herbeiführen. Aus dem Niederschlag kann durch Behandlung mit Kalk wiederum Ferrocyancaesium gewonnen werden. Kupfersulfat eignet sich am besten, weil die in der Lösung davon zurückgebliebenen Spuren bei der nachherigen Behandlung mit Schwefelwasserstoff zur Ausfällung des Arsens entfernt werden.

Friedrich Georg Sponnagel, in Firma van Baerle und Sponnagel in Berlin. Neuerungen im Verfahren zur Darstellung von Wasserglas. (D. P. 14182 vom 10. August 1880). Aus einer concentrirten wässrigen Lösung von Wasserglas wird dieses in einem hermetisch verschliessbaren, mit Rührwerk versehenen Gefässe mittelst Aether gefällt. Das Silicat wird nach dem Pressen und Trocknen pulverförmig oder in festen Blöcken versendet.

Wil. Conrad in Würzburg. Verfahren zur Darstellung blauer Farbstoffe aus Sulfonsäuren, welche durch Einwirkung von schwefligsaurem Ammoniak auf Nitrosoderivate der tertiären aromatischen Monamine gebildet werden. (D. P. 14014 vom 20. Januar 1880). Bei der Einwirkung von schwefligsaurem Ammoniak auf Nitrosodimethylanilin entsteht die Sulfosäure der reducirten Basis, welche bei der Behandlung mit Schwefelwasserstoff und Eisenchlorid nach Lauth

(Ber. chem. Ges. 1876, 1035) einen blauen Farbstoff liefert. — Nach dem Verfahren des Erfinders werden 10kg Nitrosodimethylanilin in 50kg Spiritus gelöst. Die siedende Lösung wird allmählig mit 50kg einer wässerigen Lösung von Ammoniumsulfid (1.24 Vol.-Gew.) versetzt. Nach Beendigung der Reaktion und Abdestillation des Alkohols enthält die Lösung neben schwefelsaurem und schwefligsaurem Ammoniak das Ammoniumsulfid einer Sulfosäure, welche beim Erhitzen mit Mineralsäuren in schwefelwasserstofffreier Lösung in Schwefelsäure und Paramidodimethylanilin, in schwefelwasserstoffhaltiger in den blauen Farbstoff übergeht. Die wässrige Lösung des Ammoniaksalzes wird mit 80kg Salzsäure versetzt. Nachdem die schweflige Säure, von noch vorhandenem schwefligsaurem Ammoniak herrührend, entwichen ist, wird die stark saure Lösung mit Wasser verdünnt, etwa auf das siebenfache Volumen, und darauf wird unter Erwärmen in dieselbe Schwefelnatrium eingetragen (ca. 6kg), bis ein Ueberschuss von Schwefelwasserstoff am Geruch bemerklich wird. — In die erkaltete farblose, saure, schwefelwasserstoffhaltige Lösung lässt man zur Erzeugung des blauen Farbstoffs eine Auflösung von 26kg Eisenchlorid in 200 l Wasser einfließen. Der Farbstoff bildet sich sofort. Aus der wässrigen Lösung wird derselbe als Chlorzinkverbindung abgeschieden.

Christ. Timmermann in Braunschweig und Rich. Graetzel in Hannover. Verfahren und Apparat zur Darstellung von Eupittonsäure aus Holztheer. (D. P. 13787 vom 12. Novbr. 1880; Zusatz zum D. P. 9328 vom 31. Decbr. 1878, vgl. diese Berichte XIII, Seite 1150.) Der Theil des Holztheeröles, welcher schwerer ist als Wasser, wird mit 25 pCt. Alkali in Form einer 6- bis 10procentigen Lösung erwärmt. Nach Abheben der indifferenten Oele und Filtriren der alkalischen Lösung wird diese noch warm mit 25 pCt. (in Bezug auf die angewendete Lauge) Kochsalz versetzt. Es scheidet sich dann der Pyrogallussäure-Dimethyläther und Methylpyrogallussäure-Dimethyläther krystallinisch aus. Nach dem Auspressen wird der Niederschlag wieder in Wasser gelöst und zur Trockne verdampft. Die Masse wird dann auf Trockenhornden ausgebreitet, bei 30 bis 40° längere Zeit hindurch getrocknet und pulverisirt. Das Pulver wird in einer offenen Schale auf 160 bis 220° erhitzt, wobei durch ein Rührwerk reichlicher Luftzutritt bewirkt wird, bis die Masse blau geworden ist. Oder das Pulver kommt in eine Trommel, die in einem Feuerungsabzuge, wo eine Temperatur von 160 bis 220° herrscht, sich dreht. Die Rauchgase müssen durch die Drahtgitterböden der Trommel streichen. — Aus der blauen Masse wird dann das eupittonsaurer Alkali durch Wasser gelöst. Aus der filtrirten Lösung wird die Eupittonsäure mittelst Salzsäure gefällt.

Durch wiederholtes Lösen, Aussalzen des Natronsalzes und Fällen wird dieselbe gereinigt.

A. Domeyer und J. Marzell in London. Darstellung von reinem künstlichen Alizarin. (Engl. P. 2784 vom 7. Juli 1880.) Die Schmelze der Anthrachinonsulfosäure wird mit Wasser behandelt und das Alkali mit schwefliger Säure neutralisirt. Nach der Trennung von dem gefällten Alizarin wird die Bisulfidlösung durch Kalk (oder Baryt oder Strontian) wieder kaustificirt. Die alkalische Lauge wird von dem schwefligsauren Kalk abgezogen und eingedampft. Bei einer Concentration von 36° B. setzt sich noch etwas Sulfit und Unreinigkeiten ab. Dann setzt man die Concentration fort. Durch Zersetzung des schwefligsauren Kalks mit Säuren wird wieder schweflige Säure dargestellt.

Emil Jacobsen in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Benzoësäure, Benzoësäureäther und Benzaldehyd neben organischen Säurechloriden, Säure - Anhydriden etc. aus Benzotrichlorid bezw. Dichlorid mittelst gewisser Metalle, Metalloxyde und Metallsalze. (D. P. 13128 vom 25. Mai 1880; Zusatz-Patent zu No. 11494 vom 7. December 1879, vgl. diese Berichte XIII, S. 2013.) In dem beschriebenen Verfahren können die dort angeführten Metallverbindungen durch Oxyde, Sulfide, Hydroxyde und beliebige andere Salze der dort genannten Metalle ersetzt werden. Wie die Alkohole der Fettreihe, so bilden sich auch die Alkohole der aromatischen Reihe zu dieser Reaction her.

Thomas Henry Gray in London. Neuerungen in der Behandlung von Oelen für die Zwecke der Lack und Firnisbereitung. (D. P. 12825 vom 10. Januar 1880). In mehrere mit Leinöl oder anderen trocknenden Oelen gefüllte Behälter wird Luft geleitet, welche, von einer Druckpumpe kommend, in einem Schlangrohr erhitzt worden ist. Das Oel wird zunächst einige Stunden hindurch auf 120° erhitzt, dann einige Stunden hindurch auf 205°. Wenn die scharfen Dämpfe vollständig abgetrieben sind, so verdickt sich das Oel plötzlich und bildet eine helle gelatinöse Masse. Durch Dreiweghähne tritt die Luft entweder in den Behälter oder ins Freie.

E. Porion und L. Mehay in Wardrecques, Frankreich. Fabrication von Alkohol. (Engl. P. 2736 vom 3. Juli 1880.) Die Verzuckerung der stärkemehlhaltigen Stoffe wird durch Salzsäure bewirkt. Bei diesem Verfahren war bisher der Futterwerth der Rückstände sehr herabgedrückt infolge des Gehalts der Salzsäure an Schwefelsäure und der Neutralisirung mittelst unreiner Soda. Die Salzsäure wird deshalb vor ihrer Anwendung mit Chlorbarium behandelt und nach ihrer Anwendung mit sulfatfreier Soda gesättigt. Die Würze soll eine beträchtliche Dichtigkeit besitzen und wird vor der Gährung mit etwas

Schwefelsäure versetzt, die im Destillationsrückstande bleiben oder durch Kalk entfernt werden kann. Die festen organischen Stoffe werden durch Filtration von der Flüssigkeit getrennt; aus dieser wird vorher oder nachher phosphorsaurer Kalk gefällt. Die aus der Filterpresse erhaltenen, von Chlorcalcium ausgewaschenen Kuchen bilden einen concentrirten Futterstoff. Wenn das Rohmaterial sehr öleereich war, so werden die getrockneten Kuchen gepulvert und in der Oelpresse ausgepresst.

Gustav Wassmus in Berlin. Verfahren der Spiritusfabrikation aus Kartoffeln unter Anwendung von Salzsäure und Erzeugung einer für das Vieh genießbaren Schlempe. (D. P. 13637 vom 17. October 1880.) Die Maische wird in Hochdruck-Dämpfapparaten bereitet, welche einem Druck von drei Atmosphären widerstehen können. Die Kartoffeln werden erst gedämpft, bis kein Condensationswasser mehr abfließt. Dann wird verdünnte Salzsäure zugelassen. Bei einem Stärkegehalt von 20 bis 24 pCt. kommt auf 100 kg Kartoffeln 1.1 bis 1.3 kg 20 procentige Salzsäure. Dann lässt man Dampf einströmen bis der Druck drei Atmosphären erreicht. Durch Probenehmen und Jodreaction überzeugt man sich von dem Ende der Verzuckerung. Die Salzsäure in der Maische wird dann mit Soda neutralisirt. Gährung derselben und Destillation bieten nichts besonderes. Die Maische findet auch zur Bereitung von Kunsthefe Verwendung.

Adolf Wünsche in Egel. Darstellung von Essigsäure. (D. P. 13165 vom 11. Mai 1880.) Das Verfahren besteht darin, dass man Wasserdampf von beliebigem Gehalt an Essigsäure einen Columnenapparat passiren lässt, an dessen Ende durch Condensation ein Rücklauf erzeugt wird. Der Dampf giebt dann seine Essigsäure fast vollständig an das Condensationsprodukt ab. Der mit dem Wasserdampf aus dem Apparate entweichende Theil der Essigsäure kann durch einen basischen Körper dem Dampfe vollends entzogen werden.

Carl Gustav Björkman in London. Explosivstoff. (Engl. P. 2483 vom 19. Juni 1880.) Glycerin wird mit $\frac{1}{3}$ seines Gewichts an einem Kohlehydrat z. B. Glucose, gemischt und dann nitriert. Die erhaltene Flüssigkeit wird mit sauerstoffhaltigen und brennbaren Körpern gemischt, so dass ein Pulver entsteht. Als Beispiel wird angeführt: 60 Th. Nitrokörper, 18 Th. Braunstein, 10 Th. Ferrocyankalium, 2 Th. Schwefelantimon, 10 Th. Sägemehl oder Cokspulver. Der Explosivstoff soll nicht gefrieren und gefahrlos zu transportiren sein.

S. J. Mackie in London. Explosivstoff. (Engl. P. 4230 vom 18. October 1880.) Trocknes Natriumnitrat wird mit vertheilter Schiessbaumwolle in einer Mühle zusammengemahlen. Die Masse wird in Formen gepresst. Bei Anfertigung der Patrone wird eine

geschlitzte Metallröhre darin angebracht, welche dazu dient, die Zündmasse später aufzunehmen.

John Pearson, James Whitestone und Rich. Russel Gubbins in London. [Herstellung von Schmirgelscheiben. (D. P. 12924 vom 11. Mai 1880.) Es wird ein Bindemittel aus 77 Leim und 23 Tannin mit Methylalkohol bereitet. Mit dieser Masse werden 600 Tb. Schmirgelpulver bei 105° C. gemengt und in Formen comprimirt.

Sam. Jaroslowski in Berlin. Apparat zur Wegschaffung übelriechender Dämpfe, welche beim Kochen thierischer Abfälle entstehen. (D. P. 13426 vom 29. Juli 1880.) Vom Kochgefäß aus geht ein Rohr, welches die Dämpfe ableitet. Dasselbe mündet wie ein Injector an einem Ende in eine Düse aus, welche von einer Hülse umgeben ist. Diese, welche an der Mündung eine Verengung hat, steht mit einer Wasserleitung in Verbindung. Treten nun die Dämpfe mit hoher Spannung aus, so wird viel Wasser mitgerissen und die sofortige Condensation und Absorption der übelriechenden Dämpfe bewirkt. Bei geringerer Spannung derselben genügt für diese Wirkung der gewöhnliche hydrostatische Druck.

R. C. Anderson in London. Galvanische Batterie. (Engl. P. 4267 vom 20. Oktober 1880.) Dieselbe enthält Kohle- und Zinkelemente. Letztere tauchen in Chlormagnesiumlösung, erstere in Kalium-Chromchlorid.

Nächste Sitzung: Montag, 27. Juni 1881 im Saale der
Bauakademie am Schinkelplatz.