

## 290. Rud. Biedermann: Bericht über Patente.

Hubert Grouven in Leipzig. Verfahren und Apparate zur Darstellung von schwefelsaurem Ammoniak aus dem Stickstoff der Bruchmoore oder Grünlandmoore. (D. P. 13718 vom 1. Juli 1880. Zusatz zum D. P. 2709 vom 13. März 1878, vergl. diese Berichte XI, Seite 2034.) Der in dem Patente No. 2709 beschriebene „Cinirofen“ hat eine neue Form erhalten. Die 7 m langen Retorten sind horizontal angeordnet. Dieselben werden mit dem Moor in 80 mm hoher Schicht angefüllt. Den zur Veraschung nöthigen Wasserdampf liefert die Moormasse selbst. Der Wasserdampf aus einer frisch gefüllten Retorte muss sämtliche anderen Retorten durchstreichen, ehe er den Ofen verlässt. In der vierten bis achten Retorte findet die Wasserzersetzung, beziehungsweise Oxydation des Torfes statt. Die zuletzt von dem Wasserdampf durchströmte Retorte hat immer die älteste Füllung. Durch Schliessung geeigneter Drosselklappen kann eine jede Retorte aus dem Zusammenhang mit den übrigen und dem gemeinsamen Sammelkasten ausgeschlossen werden. In der Hinterwand jeder Retorte befindet sich ein 20 mm weites Loch, durch welches eine genau eingepasste Eisenstange sich bewegt, so dass man die glühende Moormasse umrühren kann, ohne dass Luft eintritt. Die Temperatur in den Retorten wird mittelst der im Pat. No. 2709 beschriebenen Pyrometerkörner (Antimonkupferlegierungen) controlirt. Nachdem die Gase den Ammoniumofen passirt und im weiteren Verlaufe der Fabrikation ihren Ammoniakgehalt entlassen haben, gelangen sie wieder im Cinirofen zur Verbrennung. Ihre Menge ist so gross, dass nur ein geringer Zuschuss von Coks erforderlich ist. Der aus dem Cinirofen kommende Strom der glühenden Dämpfe und Gase ergiesst sich zunächst in den im unteren Ofentheile befindlichen, überall geschlossenen Gassammelkasten des „Ammoniumofens“, um von dort sich durch neun Stöpselöffnungen in neun vertical hängende Retorten zu vertheilen. Die Füllung der Retorten, die „Contactmasse“ (dieselbe besteht aus Moor, Wiesenkreide und Töpferthon und ist in die Form von Drainröhren gebracht, vgl. P. No. 2709), ruht auf eisernen Rosten, die leicht entfernt werden können. Wird der konische Metallstopfen bei der Verbindung einer Retorte mit dem Gassammelkasten fest eingedrückt und ebenso der konische Metallstopfen in dem Auslassrohre, so ist die Retorte von den übrigen isolirt, und die Contactmasse kann durch Zutritt von Luft und Wasserdampf regenerirt oder ganz entfernt werden. Der Ofen ist auf fünf Säulen von 2 m Höhe montirt, so dass die unteren Oeffnungen leicht beherrscht werden können. Statt mit Contactmasse können die Retorten auch mit anderen

feuerfesten Mineralien, Kalk, Thonstein, Bimstein, Asbest u. s. w. gefüllt sein. Zur Herstellung der besser wirkenden Contactmasse sollen die Materialien, Kreide, Cement, Thon und Moor in feuchtem Zustande verwendet werden.

Bindschedler & Busch in Basel. Verfahren zur Herstellung von Farbstoffen durch Einwirkung der Halogene auf die Azoderivate des Resorcins. (D. P. 14622 vom 30. December 1880.) Die Azoderivate des Resorcins werden durch direktes Azotiren des Resorcins durch mit salpetriger Säure gesättigte Schwefelsäure hergestellt oder durch Einwirkung von Nitrosoverbindungen der Phenole auf Resorcin erhalten. Bei letzterem Verfahren löst man 10 kg Resorcin in 90 L Alkohol, versetzt mit so viel Natronlauge, als zur Bildung von Mononatriumresorcin nöthig ist, und fügt 10 kg Amylnitrit hinzu. Die sich abscheidende Nitrosonatriumverbindung wird trocken mit dem halben Gewichte Resorcin gemischt, in 10 Gewichtstheile concentrirter Schwefelsäure eingetragen und auf 100° erwärmt; die Reactionsmasse wird mit Wasser ausgefällt. Das Nitrosoresorcin kann durch Nitrosophenol ersetzt werden. Aus den Azoderivaten werden in alkalischer Lösung Brom (u. s. w.)-Derivate dargestellt. Beim Ansäuern wird die Farbsubstanz ausgeschieden und dann in die Kali- oder Natronsalze übergeführt. Das Bromeinwirkungsproduct bildet einen blauvioletten bis blauen Farbstoff mit prachtvoller Fluorescenz.

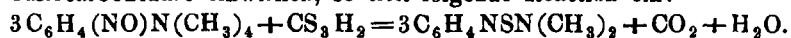
Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a./R. Verfahren zur Umwandlung der Naphtole in ihre entsprechenden primären, secundären und tertiären Monamine. (D. P. 14612 vom 22. Februar.) Durch directe Einwirkung von Ammonjak oder substituirten Ammoniaken auf das Alpha- und Betanaphtol entstehen Alpha- und Betanaphtylamin oder deren Substitutionsproducte. — Von praktischer Bedeutung ist das Verfahren für die Darstellung der Betaverbindungen, welche sich bisher nach keiner gewerblich ausführbaren Methode herstellen liessen. Aus diesem Grunde sind auch die Azofarbstoffe des Betanaphtylamins und deren Derivate bis jetzt unbekannt geblieben.

Zur Darstellung von Betanaphtylamin aus Betanaphtol dienen drei mit einander gasdicht verbundene eiserne Autoclaven. In dem ersten Kessel befindet sich die berechnete Menge starker Ammonflüssigkeit. Das aus derselben durch Erhitzen ausgetriebene Ammoniak wird in dem zweiten Druckgefäss durch Aetzkalk getrocknet und tritt zu dem im dritten Autoclaven befindlichen auf 150 bis 160° erhitzten Betanaphtol. Die Umwandlung erfolgt langsam und giebt sich durch die allmälige Abnahme des Druckes zu erkennen. Nach 60 bis 70stündigem Erhitzen ist etwa die Hälfte des Naphtols umgewandelt; man unterbricht hier

zweckmässig die Operation, entfernt das unangegriffene Naphtol durch Behandlung mit Natronlauge und entzieht dem ungelösten Rückstand das Betanaphtylamin durch verdünnte Salzsäure. Ungelöst bleibt Betadinaphtylamin, dessen Menge mit erhöhter Temperatur und längerem Operationsgang zunimmt.

Einfacher ist folgendes Verfahren: 10 k Betnaptol, 4 k kaustisches Natron, 4 k Chlorammonium werden sorgfältig gemischt und in einem eisernen Autoclaven während 60 bis 70 Stunden auf 150 bis 160° erhitzt. Die fernere Aufarbeitung ist wie vorstehend angegeben. Methylamin, Anilin und andere substituirte Ammoniake wirken wie Ammoniak.

Dr. Wilh. Majert in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung eines blauen Farbstoffes. (D. P. 14581 vom 3. August 1880.) Lässt man auf Nitrosodimethylanilin in salzsaurer Lösung Sulfocarbonsäure einwirken, so tritt folgende Reaction ein:



Behandelt man die Lösung des entstandenen Productes mit einem Oxydationsmittel, nachdem erstere zuvor mit Chlorzink und Kochsalz versetzt ist, so scheidet sich ein blauer Farbstoff in Flocken ab, während ein rother, schwefelhaltiger Farbstoff in Lösung bleibt. Behandelt man die Lösung des letzteren mit einem Reductionsmittel, z. B. Zink und Salzsäure, bis zur Entfärbung, so scheidet sich nach erneutem Zufügen eines Oxydationsmittels wieder blauer Farbstoff ab.

Zu einer Lösung von 15 Theilen Nitrosodimethylanilin in 40 Theilen Salzsäure und 300 Theilen Wasser, setzt man irgend ein sulfokohlensaures Salz so lange hinzu, bis die Flüssigkeit, welche sich vorübergehend rosa färbt, wieder farblos geworden ist. Die farblose Flüssigkeit versetzt man darauf mit 15 Theilen Chlorzink und 100 Theilen Kochsalz und fügt irgend ein leicht Sauerstoff abgebendes Oxydationsmittel hinzu. Die vom blauen Farbstoff getrennte rothe Flüssigkeit wird bis zur Entfärbung mit Zink behandelt und darauf wie vorher oxydirt.

Wilhelm Michaelis in Berlin. Verfahren zur Prüfung der Cemente und Cementmörtel auf ihre Zuverlässigkeit, Erhärtungsfähigkeit und Bindekraft. (D. P. 13808 vom 5. October 1880 ab.) Die in üblicher Weise angefertigten Cementproben werden unmittelbar nach ihrer Herstellung in dampfdichten Apparaten bis 24 Stunden lang unter Hochdruck, vorzugsweise bei 140° bis 180°, behandelt. Es ist dann die hydraulische Erhärtung in kürzester Frist vollständig eingetreten, so dass die Festigkeitsprüfung unmittelbar nach dem Erkalten der aus dem Dampfapparate entnommenen und unter Wasser versenkten Proben stattfinden kann. Auch eine etwa vorhandene Neigung der Cemente zum Treiben ist leicht erkennbar.

E. Techeuschner in Tiefurt bei Weimar. Herstellung eines Siccativs für Lacke, sowie schnell trocknender Lacke. (D. P. 14625 vom 11. Januar 1881.) Colloidium wird mit Borsäure versetzt. Für einen Ueberzugslack z. B. wird angegeben: 100 Aetheralkohol, 3 Pyroxylin, 0.2 Borsäure, 5 Harze.

Th. Richters in Breslau und L. Hagen in Magdeburg. Reinigung von ammoniakhaltigen Abfallflüssigkeiten unter Gewinnung des Ammoniaks und der Düngstoffe. (D. P. 14210 vom 31. October 1880.) Die Abwässer, Fäcalien u. s. w. kommen mit Kalk in geschlossene Behälter, in welche durch ein durchlöcherteres Rohr Luft gepresst wird. Die mit Ammoniak imprägnirte Luft wird durch einen Gay-Lüssac-Coksturm geleitet, in welchem Schwefelsäure herabrieselt. Die unlöslichen Stoffe lässt man in Klärbeassins sich absetzen und presst sie in Filterpressen aus.

Laurent Naudin und Joseph Schneider in Paris. Verfahren zur Befreiung des Alkohols von üblen Geschmack und Geruch. (D. P. 13944 vom 9. November 1880.) Um die Beimischungen, welche dem Alkohol üblen Geschmack und Geruch geben, zu beseitigen, wird derselbe durch Wasserstoff desinficirt, welcher aus Zink oder Eisen und Säure, oder aus Kalium oder Natrium oder deren Amalgamen oder durch Contact von Zink und Kupfer, Eisen und Kupfer, Zink und Blei, Eisen und Blei, Zink und Quecksilber entwickelt werden soll.

Wilh. Thörner und G. O. Kramer in Osnabrück. Anstrichmasse zum Schutz von Dachziegeln u. s. w. gegen die Einwirkung von Wasser. (D. P. 14372 vom 21. August 1880.) Theer wird mit Sägespänen bis zur Syrupconsistenz eingekocht.

Emil van Haecht und Joseph Schreier in Drohobycz, Galizien. Verfahren zur Gewinnung von Paraffin aus Rohparaffin ohne Anwendung von Pressen. (D. P. 14507 vom 5. December 1880.) Die im Rohparaffin enthaltenen flüssigen Oele werden nicht wie sonst durch Pressen getrennt, sondern vermittelt überhitzten Dampfes abdestillirt. Es geschieht dies in einer Destillirblase, die mit einem Ablasshahn versehen ist. Sobald wahrgenommen wird, dass nur noch feste Substanzen zur Destillation gelangen, wird dieselbe unterbrochen.

A. J. T. Wild in Nunhead, Surrey. Herstellung von Copien von Zeichnungen. (Engl. P. 5013 vom 2. December 1880.) Das Papier wird mittelst Kaliumchromat und verdünnter Schwefelsäure empfindlich gemacht. Die Zeichnung wird fixirt, indem sie in einen Verdampfkasten kommt, welcher Anilinöl enthält und darauf mittelst eines Schwammes mit verdünnter Alkalilösung behandelt wird.