

Bericht über Patente

von Rud. Biedermann.

Löwig in Breslau. Verfahren zur Darstellung von Aetznatron und Aetzkali durch Glühen von Natriumcarbonat oder Kaliumcarbonat mit Eisenoxyd. (D. P. 21593 vom 31. August 1882.) Wird Natriumcarbonat mit Eisenoxyd stark geglüht, so bildet sich unter Entweichen der Kohlensäure eine von Löwig Natriumferrid genannte Verbindung von Natron mit Eisenoxyd. Dieselbe zerfällt mit Wasser in ihre Bestandtheile. Das Eisenoxyd muss möglichst rein, besonders kieselsäurefrei sein und soll nicht fein gemahlen, sondern als sandig körniges Pulver angewendet werden. Das nach dem Auslaugen der Schmelze zurückbleibende Eisenoxyd kann gleich wieder verwendet werden. Die Mischung soll auf 1 Molekül Natriumcarbonat 2 Moleküle Eisenoxyd enthalten. Das Glühen wird in eisernen Retorten vorgenommen.

H. Schüchtermann in Dortmund und E. Kocke in Rothenfelde. Neuerung im Ammoniaksodaverfahren. (D. P. 21590 vom 14. Juli 1882.) Wenn zur Gewinnung des Natriumbicarbonats im Ammoniaksodaverfahren eine Zeit lang Kohlensäure in die ammoniakalische Kochsalzlösung geleitet und ein bestimmtes Quantum Bicarbonat gefällt ist, so tritt ein Moment ein, in dem kein Niederschlag mehr erfolgt, obgleich noch unzersetztes Kochsalz vorhanden ist. Die von dem Bicarbonat getrennte Lauge wird nun vor ihrer Verarbeitung auf kohlensaures Ammoniak bezw. Ammoniak mit Aetznatron oder mit Ammoniak versetzt. Durch diesen Zusatz wird das in der Lauge neben Kochsalz und Salmiak enthaltene doppelkohlensaure Ammoniak in einfach kohlensaures Ammoniak umgewandelt. Wird jetzt von neuem Kohlensäure zugeleitet, so beginnt der Fällungsprocess auf's neue. Wird jetzt wiederum Aetznatron oder nach vorheriger Abscheidung des Bicarbonats Ammoniak zugesetzt und Kohlensäure durchgeleitet, so wird wieder ein Theil des Kochsalzes in Bicarbonat übergeführt und kann durch Wiederholung des Verfahrens die Umsetzung des Kochsalzes in Bicarbonat beliebig weit getrieben werden.

Jacob Pontius in Elberfeld. Darstellung saurer chromsaurer Salze mittelst Kohlensäure. (D. P. 21589 vom 30. Juni 1882.) Die aus Chromeisenstein mit Kalk und Potasche erhaltene Schmelze wird mit der unten erwähnten Mutterlauge ausgelaugt. Das in der Schmelze befindliche neutrale Calciumchromat wird durch das in der Mutterlauge enthaltene Kaliumbicarbonat in Kaliumsalz umge-

wandelt. Die erhaltene Lösung von neutralem Kaliumchromat wird mit Kohlensäure unter einem Druck von mehreren Atmosphären behandelt, wobei folgende Reaktion vorgeht:



Die von dem Kaliumbichromat getrennte Mutterlauge dient zum Auslaugen der Schmelze. — Nach einer Modifikation des Verfahrens wird die Schmelze mit Wasser unter Einpressen von Kohlensäure und in der Hitze ausgelaugt. Das neutrale Kaliumchromat, sowie das neutrale Calciumchromat der Schmelze werden in die sauren Salze verwandelt und das dabei sich ergebende Kaliumcarbonat setzt sich mit dem sauren Calciumchromat zu Kaliumbichromat und Calciumcarbonat um. Die Lösung enthält also nur Kaliumbichromat und wird zur Krystallisation gebracht. In ähnlicher Weise werden das Natriumbichromat und das saure chromsaure Calcium gewonnen. Aus letzterem lassen sich durch Umsetzung mit den entsprechenden Sulfaten Kalium- oder Natriumbichromat darstellen, durch Zusatz von Magnesia oder Magnesiumcarbonat und Behandeln des Gemisches mit Kohlensäure auch Magnesiumbichromat.

Francis J. Bolton in London. Umwandlung von Strontiumsulfat in Strontiumcarbonat. (D. P. 21588 vom 20. Juni 1882.) Gemahlener Cölestin wird mit einer Mischung von Kohlensäure und Ammoniak behandelt, indem Hohofengase und dergleichen bei gewöhnlicher Temperatur durch das angefeuchtete Pulver geleitet werden. Das Ammoniumsulfat wird ausgelaugt.

George T. Lewis in Philadelphia. Verfahren zur Verarbeitung von Bleirauch auf Bleiglätte und Mennige. (D. P. 21296 vom 18. Juli 1882.) Der aus Bleiglanzen entwickelte Bleirauch enthält Bleisulfat, Bleisulfid, Bleioxyd, Arsenik und Antimon, auch Bleisulfid und bei Gegenwart von Zinkerzen auch Zinkoxyd. Der Bleirauch wird mit Soda oder Aetznatron gemischt und dann geröstet. Durch Auswaschen des Röstproduktes werden Natriumsulfat und -sulfid, sowie die arsen- und antimonhaltigen Natriumverbindungen abgeschieden. Die Bleiverbindungen sind in Bleioxyd übergeführt. Der Bleirauch kann auch mit Soda- oder Aetznatronlösung gekocht werden, wobei sich Bleicarbonat und -hydroxyd bilden, während Arsen und Antimon sich auflösen. Der ausgewaschene Niederschlag wird geröstet. Bei Gegenwart von Zinkverbindungen werden diese zunächst durch Kochen mit Schwefelsäure entfernt. Ist Bleisulfid vorhanden, so geht ein Kochen mit Chlorkalklösung voraus. Aus den Lösungen wird nach Abscheidung des Arsens und Antimons Natriumsulfat gewonnen.

Georges Rocœur in Lüttich. Neuerungen in der Verarbeitung phosphorhaltiger Metallschlacken. (D. P. 21240 vom 28. Januar 1882.) Die phosphorhaltigen Metallschlacken werden

in einem Schachtofen durch reducirendes Schmelzen in einen Lech umgewandelt, der fast das gesammte Eisen und Mangan und den gesammten Phosphor enthält. Der Lech wird beim Abstechen granulirt und alsdann in grossen Behältern mit heisser Schwefelsäure oder Salzsäure behandelt. Die Zersetzung des Leches durch die Säuren findet unter Entweichen von Wasserstoff und Phosphorwasserstoff statt. Diese Gase werden durch ein Rohr nach einer Anzahl Brenner geleitet, durch welche ein kleiner Flammofen erwärmt wird. Der beim Verbrennen der Gase erzeugte Wasserdampf und die Phosphorsäure werden nach einer besonderen Condensationskolonne geleitet. Die Phosphorsäure wird hierbei als wässrige Lösung gewonnen und ist Handelsartikel. Bei der Zersetzung des Lechs bildet sich eine Lösung von Eisen- und Manganchlorür oder Eisen- und Mangansulfat, die Phosphor als saures Phosphat enthält. Aus der salzsauren Lösung kann man Eisen und Mangan durch Kalk oder durch kohlen-sauren Kalk nach bekanntem Verfahren fällen.

Statt des Kalkes kann man mit Vortheil auch zerkleinerte Schlacken des basischen Frischprocesses benutzen, die einen Ueberschuss an Kalk enthalten. In diesem Falle treten die Eisen- und Manganoxyde und die Phosphorsäure dieser Schlacken zu dem Oxyd und phosphorsauren Eisenniederschlag hinzu und vermindern so die Kosten der Concentration eines entsprechenden Lechs. Die Phosphorsäure schlägt sich als basisch-phosphorsaures Eisen neben Eisenoxyd nieder. Um beide Produkte zu trennen und die Phosphorsäure in für die Phosphatfabrikanten brauchbarer Form zu erhalten, mischt man den phosphorsauren Eisenniederschlag mit schwefelsaurem Kali und calcinirt das Gemenge im Flammofen. Die Masse wird dann mit Wasser ausgelaugt und das gelöste phosphorsaure Kali zur Krystallisation gebracht.

Adolph Frank in Charlottenburg. Verfahren zur Herstellung fester poröser Steinmassen aus künstlich dargestellter oder natürlich vorkommender, feinertheilter Kieselerde und organischen Alkali- bezüglich Erdalkaliverbindungen. (D. P. 21074 vom 6. December 1881.) Dies Verfahren beruht auf gleichzeitiger Anwendung verbrennlicher, organischer Stoffe mit Alkalien oder alkalischen Erden als Bindemittel für Kieselerde (oder Kiesegeluhr). So werden als Bindemittel verwendet: weinsaures Kali, weinsaures Kalinatron, Rückstände der Zuckergewinnung aus den Rübensyrupen durch Elution, Zuckerkalklösung, Auflösungen von ätzenden, kohlen-sauren oder organischsauren Alkalien in Blut u. s. w.

Diese Mischung wird feucht angemacht, geformt, getrocknet und gebrannt. Hierbei verhindert die Verkohlung der zwischenlagernden organischen Stoffe ein Zusammensintern und Dichtwerden der einzelnen Kieselerdepartikelchen, während die Alkalien oder alkalischen

Erden doch eine genügende chemische Bindung und Versinterung bewirken, um feste poröse Massen zu erzielen. Je nachdem der Verflühprocess in offenen oder geschlossenen Gefässen stattfindet, verbrennt die organische Substanz vollkommen oder lässt sehr fein vertheilten Kohlenstoff, zwischen der Kieselerde lagernd, zurück. Wenn das poröse Material zur Absorption von Carbonsäure oder Brom dienen soll, welche Stoffe damit in fester Form dispensirt und dosirt werden können, so setzt man die fertig gebrannten Stücke noch glühenden Alkalidämpfen aus oder glasirt sie auf andere bekannte Weisen äusserlich. Man gewinnt so nach aussen völlig dichte, flaschenartige Körper, die, nachdem an passender Stelle kleine Oeffnungen in den Glasurüberzug gemacht sind, die Flüssigkeiten begierig aufsaugen und danach durch ein geeignetes Material bis zum Gebrauch verschlossen werden können.

Julius Kathe in Deutz. Feuerfeste Asbestfarbe zum Schutz von Holzgebäuden. (D. P. 20937 vom 7. Februar 1882.) Asbeststaub (30 pCt.) wird mit Thon (20 pCt.) innig gemischt und mit Wasser (30 pCt.), Borax (10 pCt.) und Wasserglas (10 pCt.) einige Zeit erwärmt und gemahlen, wobei eine Farbe zugesetzt werden kann.

J. Duke in Glastonbury. Reinigung von Gas und Bereitung eines Düngmittels. (Engl. P. 2981 vom 23. Juni 1882.) Phosphorsaurer Kalk wird mit Salzsäure behandelt. Dann wird der Kalk durch Schwefelsäure gefällt. Das saure Calciumphosphat und der Gips werden mit Torfkohle und einem anderen porösen Material gemischt, und die Mischung kommt in feuchtem Zustande in die Gasreiniger. Auch soll eventuell noch Kainit hinzugesetzt werden.

Peter Spence in Manchester. Verarbeitung von Gasen, die sich bei der Fabrikation von Ammoniaksalzen aus Gaswasser entwickeln. (Engl. P. 1494 vom 28. März 1882.) Die Gase, die nach der Absorption des aus Gaswasser gewonnenen Ammoniaks durch Schwefelsäure übrig bleiben, Wasserdampf, Kohlensäure und Schwefelwasserstoff, werden zunächst durch eiserne Kühlröhren geleitet, wo der Dampf condensirt wird. Der Schwefelwasserstoff wird dann verbrannt, indem die Gase in die Oefen geleitet werden, wo die geschwefelte Gasreinigungsmasse verbrannt wird, um zur Fabrikation von Schwefelsäure zu dienen.

Wilhelm Städel in Darmstadt. Darstellung der mono- und dialkylierten Abkömmlinge des Anilins und des Tolidins. (D. P. 21241 vom 3. Februar 1882.) Erhitzt man je ein Molekül der Bromhydrate des Anilins, seiner Homologen oder der Substitutionsprodukte dieser Körper mit je einem Molekül nebst circa 10 pCt. Ueberschuss Aethylalkohol während 8 bis 10 Stunden in Autoklaven auf 145 bis 150° C., so entstehen glatt, und meistens fast ganz

ohne Nebenprodukte, tertiäre Basen, wie beispielsweise Diäthylanilin. Wendet man die bezeichneten Bromhydrate und Alkohole in molekularen Verhältnissen an, so erhält man bei derselben Temperatur Gemische primärer, sekundärer und tertiärer Basen, in welchen die sekundäre Base der Menge nach vorwaltet.

Die Ausbeuten an tertiären Basen bei ersterem Verhältniss schwanken je nach der Natur der Base und des Alkohols, von denen man ausging, zwischen 80 und 99 pCt., die der sekundären Basen beim zweiten Verhältniss zwischen 35 und 55 pCt. der theoretischen Ausbeute. Noch leichter, nämlich bei 125 bis 130° C., gehen die beschriebenen Reaktionen unter Anwendung der Jodhydrate der bezeichneten Basen an Stelle der Bromhydrate vor sich.

Die durch Alkalien oder Kalk aus den Reaktionsprodukten des ersten Mischungsverhältnisses abgeschiedenen tertiären Basen werden durch Destillation rein gewonnen.

Farbwerke, vorm. Meister, Lucius u. Brüning in Höchst a/M. Verfahren zur Herstellung von Farbstoffen durch Erhitzen von acetylierten Basen mit wasserentziehenden Mitteln. (D. P. 21682 vom 6. April 1882; Zusatz zu D. P. 19766 vom 10. December 1881; vgl. diese Berichte XV, 2644.) Bei dem früher beschriebenen Verfahren zur Darstellung des Flavanylins können die Basen durch ihre Carboxylsubstitutionsprodukte ersetzt werden. So liefern die drei Acetylamidobenzoësäuren denselben Farbstoff wie das Acetanilid beim Erhitzen mit Chlorzink. Die Amidobenzoësäuren zerfallen bekanntlich leicht in Anilin und Kohlensäure. An Stelle der Acetylamidobenzoësäure kann man Amidobenzoësäure und Eisessig oder essigsäures Zinkoxyd und salzsaure Amidobenzoësäure verwenden.

Farbwerke, vorm. Meister, Lucius u. Brüning in Höchst a/M. Verfahren zur Herstellung von Ortho-nitrometamethylbenzaldehyd aus dem Metamethylbenzaldehyd. (D. P. 21683 vom 2. Juli 1882.) Der Toluylaldehyd, aus dem Metaxylol dargestellt, verhält sich beim Nitriren wie die Metabrombenzoësäure, d. h. die Nitrogruppe nimmt immer die Orthostellung zur Aldehydgruppe ein. Der Nitroaldehyd, eine ölige, in Wasser schwer, in Alkohol und Benzol leicht lösliche, mit Wasserdämpfen flüchtige Flüssigkeit, kann nach dem D. P. 19768 der Badischen Anilin- und Sodafabrik¹⁾ leicht in Metamethylindigo übergeführt werden. Dieser homologe Indigo gleicht in seinen physikalischen Eigenschaften dem natürlichen sehr, zeigt indessen eine bemerkenswerthe Löslichkeit in Alkohol; Salpetersäure löst denselben unter Zerstörung mit gelber Farbe.

¹⁾ Diese Berichte XV, 2649.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen. Verfahren zur Darstellung von künstlichem Indigo aus den Orthoamidoderivaten des Acetophenons und des Phenylacetylen. (D. P. 21592 vom 12. August 1882.) Zu einer concentrirten Lösung von Acetylorthoamidoacetophenon oder von Acetylorthoamidophenylacetylen in Schwefelkohlenstoff wird die gleiche Gewichtsmenge Brom zugesetzt. Die sich ausscheidende krystallinische Bromverbindung wird in die 10 bis 12fache Gewichtsmenge concentrirter Schwefelsäure unter Abkühlung eingetragen. Wenn die Entwicklung von Bromwasserstoff aufgehört hat, so wird die Lösung mit Wasser gefällt. Das in farblosen Flocken abgeschiedene Produkt wird mit verdünnter Natronlauge bei 50—60° digerirt, bis Lösung eingetreten ist. Aus der tiefgelben Lösung scheidet sich durch Oxydation an der Luft Indigo ab. — Die Amidverbindungen oder deren Acetylderivate können auch ohne weiteres in Schwefelsäure gelöst und dann mit Brom behandelt werden.

E. Reidemeister in Magdeburg. Verfahren zur Desinfection und Klärung von Wasser. (D. P. 21210 vom 2. Juli 1882.) Dem Wasser werden Kaliumpermanganat und Wasserstoffsuperoxyd zugesetzt. Der unter Sauerstoffentwicklung (was für Trinkwasser nützlich ist) sich bildende voluminöse Niederschlag von Manganhydroxyd reisst die suspendirten Stoffe und angeblich auch die im Wasser enthaltenen Mikroorganismen mit sich nieder. Es sollen nur ausserordentlich geringe Mengen der Reagentien erforderlich sein.

Farnham Maxwell Lyte in London. Neuerungen in dem Verfahren der Reinigung von Roh-Alkoholen, insbesondere der Zuckerrüben-Alkohole. (D. P. 20797 vom 9. Juni 1882.) Um dem Rohspiritus den schlechten Geschmack zu nehmen, verwendet der Erfinder die Superoxyde des Wasserstoffs, Bariums, Strontiums, Calciums, Bleis, hauptsächlich das letztere, welches leicht oxydirend auf die Amine und Aldehyde wirkt, ohne den Aethylalkohol wesentlich anzugreifen. Das Bleisuperoxyd wird in feuchtem Zustande angewendet. Der Spiritus wird entweder kalt damit digerirt oder über dem Superoxyd abdestillirt.

Otto Licht in Magdeburg. Verfahren zur Aufbesserung von Rübensäften. (D. P. 20868 vom 18. Mai 1882; Zusatz-Patent zu 18392.) Das nach dem Hauptpatent anzuwendende Chlorbarium zur Zerstörung der Melassebilder unter theilweiser Abscheidung der organischen Säuren lässt sich durch Chlorammonium ersetzen. Die organisch-sauren Alkalien und das Chlorammonium setzen sich in Chloralkalien um, wobei ein nicht unbedeutender Theil der organischen Säuren abgeschieden wird.

Zeitzer Eisengiesserei und Maschinenbau-Actiengesellschaft in Zeitz. Continuirlich wirkender Auswasch- und Abscheide-Apparat. (D. P. 20873 vom 26. Juli 1882.) Der Apparat soll besonders zum Auswaschen von Strontiumsaccharat dienen. Kreisförmig angeordnete Siebkästen, welche das auszulaugende Material enthalten, bewegen sich auf und ab und tauchen dabei in kreisförmig gruppirte Auswaschgefäße. Zugleich werden die Siebkästen gegen die Auswaschgefäße, oder umgekehrt die letzteren gegen die ersteren verdreht, so dass die auszuwaschenden Körper systematisch mit mehr oder weniger concentrirter Auswaschflüssigkeit in Berührung kommen. Auch die Auslaugflüssigkeit bewegt sich durch die Gefäßbatterien den Siebkästen entgegen.

Gottschalk & Co. in Cassel. Asbest-Metallgewebe als Filterpresstuch. (D. P. 21517 vom 7. März 1882.) Das zu Filterpresstüchern zu verwendende Gewebe ist in der Kette aus Metall- und im Schuss aus Asbestfäden gefertigt.

Berichtigungen:

- Jahrgang XV, No. 15, S. 2513, Z. 1 v. o. lies: »Rosolsäure« statt »Kieselsäure«.
 » XVI, » 3, » 275, » 1 v. u. lies: »Diäthylacetessigäther« statt »Diacetessigester«.
 » » » 3, » 277, » 7 v. o. lies: »so gut wie« statt »wirklich«.
 » » » 3, » 277, » 8 v. u. lies: »Jodwasserstoffsäure« statt »Salzsäure«.
 » » » 3, » 278, » 10 v. u. lies: » α « statt » β «.
 » » » 3, » 278, » 5 v. u. lies: »Erwärmen« statt »Erhitzen«.
 » » » 3, » 278, » 4 v. u. ist nach dem Wort »mit« einzuschalten: »Essigsäure und«.
 » » » 3, » 281, » 9 v. o. lies: »selbstredend« statt »unstreitig«.
 » » » 3, » 281, » 17 v. o. lies: »Carbonylgruppe« statt »Carboxylgruppe«.
 » » » 3, » 281, » 16 v. u. lies: »derjenigen ähnlich, in welcher« statt »derart dass«.
 » » » 3, » 281, » 10 u. 3 v. u. lies: »Diphenylenmethan« statt »Diphenylmethan«.
 » » » 3, » 282, » 15 v. o. lies: »Phenanthroxylacetessigäther« statt »des Phenanthrenchinons«.
 » » » 3, » 282, » 17 v. o. ist nach dem Wort »Diketonformel« einzuschalten: »des Phenanthrenchinons«.