

Bericht über Patente

von Rud. Biedermann.

Holbrook Gaskell und Ferd. Hurter in Widnes. Fabrication von Natriumbicarbonat. (Engl. P. 2876 vom 17. Juni 1882.) Die Erfinder behandeln nicht, wie gewöhnlich, Sodakristalle mit Kohlensäure, sondern wenden wasserfreie Soda an, die von einem Gemisch von Dampf und Kohlensäure getroffen wird. Oder die Soda soll erst mit Wasser oder mit Dampf behandelt werden, so dass sich das Monohydrat bildet, welches alsdann der Kohlensäure ausgesetzt wird.

Josiah Wyckliffe Kynaston in Liverpool (England). Verfahren zur Erzeugung von eisenfreier schwefelsaurer Thonerde. (D. P. 21526 vom 31. August 1882.) Die durch Behandlung von Bauxit mit heisser Schwefelsäure gewonnene Lauge wird von dem Rückstand getrennt und neutralisirt. Um das Eisen, welches als Oxyd vorhanden sein muss, auszuscheiden, setzt man der Lösung frisch gefälltes, noch feuchtes Mangansuperoxyd zu, welches vorher mit verdünnter Schwefelsäure gewaschen ist, oder das Mangansuperoxyd wird in der Thonerdelösung durch Zusatz eines Mangansalzes und eines oxydirenden Reagens erzeugt. Das Mangansuperoxyd schlägt das Eisen nieder. War jedoch ein Mangan- oder ein Eisenoxydulsalz in der Lösung vorhanden, oder war die Lösung nicht ganz neutral, so löst sich ein Theil des Mangans. Die Thonerdelösung wird von Mangan- und Eisenniederschlag abgezogen, und sollte Mangan darin aufgelöst sein, so wird die Lösung mit einem geringen Ueberschuss Chlorkalklösung behandelt; nach 24 bis 48 Stunden scheidet sich das Mangan als Superoxyd aus, welches zur Ausscheidung des Eisens aus einer neuen Quantität Thonerdelösung verwendet werden kann. Die nunmehr gereinigte Lösung bedarf nur noch der Concentrirung, um eisenfreies Thonerdesulfat zu liefern. Aus dem Niederschlag von Eisen und Mangan wird ersteres durch verdünnte Schwefelsäure gelöst.

Farnham Maxwell Lyte in London. Neuerungen in dem Verfahren, antimonhaltige Erze chlorirend zu rösten. (D. P. 22131 vom 20. Mai 1882.) Wenn man Erze, welche Blei, Silber, Kupfer oder Nickel und Antimon oder Arsen enthalten, mit Kochsalz röstet, so entweichen bei der hohen Rösttemperatur neben dem Chlorantimon u. s. w. auch Dämpfe von Chlorsilber und Chlorblei. Um diesen Verlust zu vermeiden, setzt man die gerösteten oder ungerösteten Metallsulfide in einem Flammofen oder einer Muffel der Einwirkung von Chlorwasserstoffsäure bei einer Temperatur von 250—400° C. aus. Die weniger flüchtigen Chloride des Silbers und

Bleies bleiben vollständig zurück, während Chlorantimon entweicht, dessen Dämpfe mittelst einer Salzlösung condensirt werden. Aus der Lösung wird durch Eisen oder Zink metallisches Antimon abgeschieden. — Mittelst heisser Kochsalzlösung werden Chlorblei und Chlorsilber ausgelaugt; beim Erkalten scheidet sich Chlorblei zum Theil krystallinisch ab. Aus der abgegossenen Flüssigkeit werden das Silber und die Reste des Bleies durch Zink als Metalle gefällt und beide auf bekannte Weise getrennt.

Joseph Beasley in Handsworth (Stafford). Fabrikation von Eisen und Ofenfutter dazu. (Engl. P. 2820 vom 15. Juni 1882.) Um ein völlig phosphorfreies schmiedbares Eisen oder Stahl aus Roh-eisen zu gewinnen, sollen die Puddelöfen, bezw. Converter ein Futter erhalten, welches aus einem Gemisch von Eisenoxyd, 25 pCt. Kalk und 2 pCt. Kochsalz mit 5 bis 10 pCt. verdünnter Salzsäure hergestellt ist.

James Whiting in Manchester. Verfahren zum Phosphoriren von Bronze oder Messing behufs Erzeugung von Draht, Blechen u. dergl., sowie zum Herstellen von Drahtgeweben. (D. P. 22701 vom 31. Mai 1882.) Starker Bronze-, Messing- oder anderer Draht wird längere Zeit in eine Lösung von 0.125—5 pCt. Phosphor in Aether, Schwefelkohlenstoff oder Olivenöl, 5—10 pCt. Schwefelsäure und 85—95 pCt. Wasser gelegt, wobei das Metall Phosphor aufnehmen soll. Den Draht zieht man alsdann um eine Nummer feiner und bringt ihn in eine geschlossene Retorte, deren Boden mit einer dünnen Schicht Phosphor versehen ist, so dass die entwickelten Phosphordämpfe über den Draht streichen. Hierauf wird derselbe in Holzkohle gepackt, diese entzündet und der Draht eine Zeit lang in der Hitze gehalten, so dass er erweicht und wieder um eine Nummer feiner gezogen werden kann.

G. Robertson Hislop in Paisley. Behandlung von Gaskalk zur Gewinnung von Schwefel. (Engl. P. 2730 vom 10. Juni 1882.) Der Gaskalk wird mit Theer oder Koks gemischt und erhitzt. Die calcinirte Masse wird in Wasser gelöscht. Wenn durch Reduktion von Calciumsulfat viel Sulfid zugegen ist, so kommt die Masse in den ersten Gasreiniger, wo durch die im Gas enthaltene Kohlensäure das Sulfid zersetzt wird. Der Schwefelwasserstoff wird dann durch Eisenoxyd beseitigt. Auch Gips soll in dieser Weise behandelt werden, wobei dann das Sulfid durch die Kohlensäure von Ofengasen zersetzt werden soll.

Henry Aitken in Falkirk. Behandlung bituminöser, kohlehaltiger und kalkhaltiger Stoffe. (Engl. P. 2682 vom 8. Juni 1882.) Die sehr ausführliche Patentschrift bezieht sich auf die Gewinnung von Gas, Oel, Theer, Koks, Harz, Schwefel und Ammoniakflüssigkeit aus Steinkohle, Braunkohle, Holz, Torf, bitumi-

nösen Schiefen, Kalk- und Sandsteinen. Um Koks zu gewinnen, wird ein dem Coppee'schen ähnlicher Ofen benutzt. Die entwickelten Gase werden nach Abscheidung von Ammoniakwasser und Kohlenwasserstoffen in die den Ofen umgebenden Züge geleitet, wo sie mit hineingepresster Luft verbrennen. Zur Gewinnung von Gas, Theer und Ammoniakwasser wird ein anderes aus zwei Retorten bestehendes Ofensystem benutzt, in welche Luft bezw. Wasserdampf gepresst werden kann. In solchen Oefen werden auch Coks, die noch Ammoniak liefern können, sowie kohlehaltige Kalksteine, Eisen- und andere Erze behandelt.

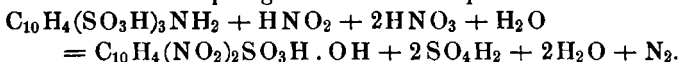
Johann Feix in Albrechtsdorf (Böhmen). Verfahren zur Emaillirung von keramischen Gegenständen. (D. P. 22718 vom 13. December 1882.) Ein aus Glas, Terracotta, Steingut, Porzellan oder dergl. bestehender Gegenstand wird zunächst mit einer die Electricität leitenden Schicht überzogen, indem man denselben z. B. mit Lösungen von Platinchlorid oder Silbernitrat bestreicht, erhitzt, dann mit Emailmasse in gewünschter Weise decorirt, das Email einbrennt und sodann elektrolytisch mit dem betreffenden Metall überzieht. Der galvanische Ueberzug lässt natürlich das Email frei und befestigt dasselbe dadurch, dass er etwas über die Umrisse desselben hinauswächst. Durch Vergolden, Versilbern, Färben, Poliren, Platiniren u. s. w. können sodann auf den Metallflächen des Gegenstandes die verschiedensten Effecte hervorgerufen werden.

Vorwohler Portland-Cement-Fabrik, Prüssing, Planck & Co. in Holzminden. Verfahren zur Herstellung von hydraulischem Cement aus Hochofenschlacke, Kalkhydrat und Wasserglas. (D. P. 22299 vom 8. Juli 1882.) Pulver von Kalkhydrat wird mit Schlackenmehl vermischt und mit soviel Wasserglaslösung versetzt, dass die Masse erstarrt. Aus derselben werden unter hohem Druck Steine gepresst, die dann bei Luftabschluss und in einem reducirenden Gasstrom gar gebrannt werden. Die Art des Brennens soll die Bildung von mangansaurem Kalk verhindern, der den Cement stark treibend macht.

H. M. F. J. Graf de la Tour du Breuil in Paris. Vulcanisiren von Kautschuk. (Engl. P. 2554 vom 30. Mai 1882.) Das Erhitzen des mit Schwefel gemischten Kautschuks, bezw. der daraus geformten Gegenstände, wird in Salzlösungen, z. B. Chlorcalciumlösung, die auf 140—150° erhitzt werden können, vorgenommen.

Heinrich Ujhely in Wien. Behandlung von Fuselöl. (Engl. P. 2517 vom 26. Mai 1882.) Um das Fuselöl zu reinigen und von schlechtem Geruch zu befreien wird dasselbe mit Petroleumessenz gemischt. Sobald nach längerem Stehen das Wasser sich abgesetzt hat, wird es abgezogen. Dann wird das Petroleum von dem Amylalkohol abdestillirt.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius und Brüning in Höchst a/M. Darstellung von α -Naphtylamintrisulfosäure und Verwendung derselben zur Gewinnung von Binitronaphtolmonosulfosäure. (D. P. 22545 vom 2. September 1882.) Das Naphtylamin wird zunächst in die Monosulfosäure verwandelt. Man trägt dann einen Theil der schwer löslichen α -Naphtylaminmonosulfosäure unter Abkühlung mit kaltem Wasser in drei bis vier Theile rauchender Schwefelsäure (40 pCt. SO_3) ein und erhitzt diese Mischung langsam auf 120° , bei welcher Temperatur das Erhitzen noch 6 bis 10 Stunden fortgesetzt wird. Das Sulfonierungsprodukt wird in kaltes Wasser gegossen. Durch Neutralisiren mit Kalkmilch erhält man das Calciumsalz der α -Naphtylamintrisulfosäure. Die Trisulfosäure wird nun mit einem Gemisch von salpetriger Säure und Salpetersäure behandelt:



10 kg α -naphtylamintrisulfosaurer Kalk, 3 bis 4 kg salpetrighaures Natron und 6 kg Chilialpeter werden in 30 L Wasser kochend gelöst, dann wird eine ebenfalls kochende Mischung von 8 kg Schwefelsäure mit 8 kg Wasser in jene Lösung eingegossen. Sobald die unter Rothgelbfärbung entstehende starke Stickstoffentwicklung aufgehört hat, wird mit Potasche neutralisirt. Es entsteht ein dicker, gelbbrauner Brei von dem in Wasser schwer löslichen Kaliumsalz der Binitronaphtolmonosulfosäure, der abgepresst und umkrystallisirt wird. Das Natriumsalz dieser Säure bildet einen schön gelben Farbstoff.

Farbfabrik vorm. Brönner in Frankfurt a/M. Verfahren zur Umwandlung der von Schäffer beschriebenen β -Naphtolmonosulfosäure in zwei neue β -Naphtylaminsulfosäuren und Darstellung von Farbstoffen aus denselben. (D. P. 22547 vom 5. Juli 1882.) Die β -Naphtolmonosulfosäure (Ann. Chem. Pharm. 152, p. 296), liefert, mit Ammoniak bei hoher Temperatur behandelt, zwei neue β -Naphtylaminmonosulfosäuren. 60 kg β -naphtolmonosulfosaures Ammoniak (neutrales oder saures Salz) werden mit 12 kg Kalkhydrat oder irgend einem Ammoniak entbindenden Agens (20 kg calcinirter Soda) und 60 kg Wasser während 24 Stunden auf 180° unter Druck erhitzt. Die Reaktionsmasse wird dann in 50 L heissen Wassers gelöst und angesäuert. Die entstandene schwer lösliche β -Naphtylaminmonosulfosäure, das Hauptprodukt der Einwirkung, scheidet sich in krystallinischen Massen ab. Auch das Natriumsalz, mit kohlensaurem Natron und Salmiak erhitzt, giebt gute Resultate. Diese Naphtylaminmonosulfosäure unterscheidet sich in ihren Eigenschaften wesentlich von der aus β -Naphtylamin dargestellten, schwer löslichen Sulfosäure (vergl. D. P. 20760 der Badischen Anilin- und Sodafabrik, diese Berichte XVI, S. 449); sie löst sich in ca. 260 Theilen siedenden Wassers, die aus β -Naphtylamin dargestellte dagegen in ca. 70 Theilen. Sowohl

die freie Säure als auch ihre Salze zeichnen sich durch prachtvollen Silberglanz aus, der den Verbindungen der Säure aus β -Naphthylamin fehlt. Die Mutterlauge enthält noch eine in Wasser leicht lösliche β -Naphthylaminmonosulfosäure; zur Gewinnung derselben wird die Mutterlauge mit Soda neutralisirt, zur Trockne verdampft und mit 2 bis 3 Theilen Alkohol von 90° ausgekocht. Aus der angesäuerten alkoholischen Lösung scheidet sich die Säure beim Erkalten aus. Die so erhaltene β -Naphthylaminmonosulfosäure ist nicht identisch mit der leicht löslichen Sulfosäure aus β -Naphthylamin. Diese Säure löst sich in 190 Theilen 90 procentigem siedenden Alkohol, die andere in 100 Theilen Alkohol. Durch Combination der Diazoverbindungen der beiden β -Naphthylaminmonosulfosäuren mit den Phenolen, Oxyphenolen und Naphtolen, deren Aether und Sulfosäuren entsteht eine Reihe Farbstoffe, deren Nüancen je nach dem zur Anwendung gekommenen Componenten zwischen gelb bis rothviolett bzw. braunroth schwankt. Die schwer lösliche Säure liefert die mehr gelben, die leicht lösliche Säure dagegen die mehr rothen bzw. blauen Nüancen.

W. Harmsen in Waldhof bei Mannheim. Verfahren zur Darstellung von gelben, orangen und rothen Farbstoffen durch Paarung von diazotirten Basen mit aromatischen Oxy-säuren und einer β -Oxynaphtoësulfosäure. (D. P. 22707 vom 9. September 1882.) Die Oxy-säuren der aromatischen Reihe geben, wenn sie mit gleichen Molekülen diazotirter Basen vermischt werden, Farbstoffe, deren Farbe mit steigendem Kohlenstoffgehalt der Componenten von gelb bis roth variirt. Die Carboxylgruppe der Oxy-säuren ist in den neuen Körpern unverändert enthalten. Oxyazocarbonsäuren lösen sich in Alkohol, während ihre Alkalisalze wasserlöslich sind und Wolle wie Seide direkt waschecht färben. Die Mischung wird durch Natronlauge alkalisch gemacht, wobei der Farbstoff als Salz in Lösung geht. Nachdem von einigen harzartigen Körpern abfiltrirt ist, wird das Filtrat mit Kochsalz ausgesalzen, wobei der Farbstoff in Flocken ausfällt. Da die Natriumsalze der vom Naphtylamin abzuleitenden Farbstoffe in Wasser nur schwierig löslich sind, so führt man diese in Sulfosäuren über. Die freie Säure wird mit dem doppelten Gewicht Schwefelsäure vom spec. Gew. 1.8 2 Stunden lang auf 160° erhitzt. Die tiefblaue Lösung wird in die vierfache Menge Wasser gegossen, wobei sich die besonders in verdünnter Schwefelsäure schwer lösliche Sulfosäure abscheidet. Die rothen Farbstoffe, welche sich von der β -Oxynaphtoësäure (durch Ueberleiten von Kohlensäure über β -Naphtolnatrium bei 280° und Ausfällen des in Wasser gelösten Rückstandes mit Salzsäure erhalten) ableiten, führt man jedoch dadurch bequem in die Sulfosäuren über, dass man an Stelle der Oxynaphtoësäure deren Sulfosäure anwendet. Die Oxynaphtoësäure wird in concentrirter Schwefelsäure gelöst und einige Zeit

lang bei 150° erhitzt. Man stellt das saure Calciumsalz dar, aus diesem das Natriumsalz, welches mit Diazokörpern zusammengebracht wird.

Aktiengesellschaft für Anilinfabrikation in Berlin. Verfahren zur Darstellung brauner Azofarbstoffe aus Chrysoïdinen und Diazoverbindungen. (D. P. 22714 vom 8. November 1882.) Die Chrysoïdine, z. B. salzsaures Diamidoazobenzol, deren Sulfo- und Carbonsäuren können sich mit einem zweiten Molekül einer diazotirten Base oder Amidosäure paaren und Farbstoffe vom

Typus des Phenylendiamindiazobenzols,
$$\begin{matrix} \text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2 \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2 \end{matrix} \left. \vphantom{\begin{matrix} \text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2 \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2 \end{matrix}} \right\} \text{C}_6\text{H}_2 \left\{ \begin{matrix} [1] \text{NH}_2 \\ [1] \text{NH}_2 \end{matrix} \right.$$
,

liefern. Dadurch wird erzielt, dass die gelbe bis gelbrothe Nüance der Chrysoïdine in eine bräunliche übergeführt wird. So liefert das gewöhnliche Chrysoïdin durch Vereinigung mit Diazobenzolchlorid einen braunen Farbstoff, welcher fast die Nüance des Triamidoazobenzols (Bismarckbrauns) besitzt. Die Diazoverbindungen des Toluols, Xylols oder Cumols liefern ähnliche Farbstoffe von mehr röthlicher Nüance. Die aus α - und β -Naphtylamin und aus Amidoazobenzol erhaltenen Diazoverbindungen geben dunkler färbende Substanzen. Gewöhnlich sind die aus den basischen Chrysoïdinen und Diazoverbindungen entstehenden Farbstoffe in Wasser unlöslich, aber in Alkohol löslich. Um derartige Substanzen in Farbstoffe zu verwandeln, welche in Wasser löslich sind, führt man sie in Sulfosäuren über oder man geht von einer Chrysoïdinsulfosäure oder Chrysoïdincarbonsäure aus und lässt auf eine solche Substanz das Salz einer Diazoverbindung oder eine diazotirte Amidosäure einwirken. Oder man bringt ein Chrysoïdin mit einer diazotirten Amidosäure zusammen.

Eduard Musil in Neusiedl bei Wien. Verfahren zur Herstellung eines gelbgefaserten Papiers. (D. P. 22573 vom 27. September 1882.) Dem gewöhnlichen, fast fertig gemahlten Papierstoff setzt man eine grössere oder geringere Menge mit Salpetersäure behandelter und dadurch gelb gewordener, eiweisshaltiger Fasern, wie Wolle, Seide, Federn u. s. w., zu und verarbeitet dann den Papierstoff in gewöhnlicher Weise zu Papier. Das so erhaltene Papier soll sich für Werthpapiere eignen.

Karl Schüler in Dresden. Trocknes galvanisches Element. (D. P. 22647 vom 30. November 1882.) In einen an seinen beiden Enden offenen Kupfercylinder wird ein ebenfalls an beiden Enden offener, aussen amalgamirter Zinkcylinder hineingestellt. Hierauf wird gebrannter Gyps mit einer gesättigten Lösung von Chlorzink, welcher ohne Zusatz von Wasser 7 pCt. Kochsalz zugesetzt wurden, in solchem Mengenverhältniss angerührt, dass der Gyps einen steifen Teig bildet, der sich eben noch giessen lässt. Dieser Teig wird zwischen beide Hohlcylander gegossen.