

dem Kohlenstoffgehalte des Eisens stammenden organischen Säuren zerstört, welche sonst nach des Verfassers Erfahrungen die Fällung der Phosphorsäure mit molybdänsaurem Ammon verhindern.

Schertel.

Ueber die spektroskopische Prüfung der von erhitztem Eisen u. s. w. unter Atmosphärendruck entwickelten Dämpfe von John Parry (*Chem. News* 49, 241—242). Verfasser bespricht die Flüchtigkeit verschiedener Metalle und ihrer Chloride. Viele werden bei verhältnissmässig niedriger Temperatur verflüchtigt, geben aber continuirliche Spectra nur, wenn man sie in der Flamme prüft. Der Dampf braucht die intensive Hitze des elektrischen Funkens, um das gewöhnliche Linienspektrum zu zeigen. Verfasser nennt die Spectren der verschiedenen Metalle, resp. die Reihenfolge, in welcher sie auftreten, wenn man verschiedene Eisensorten für sich oder nach Auflösung in Salzsäure resp. Vermischung mit Salmiak erhitzt.

Gabriel.

Bericht über Patente

von Rud. Biedermann.

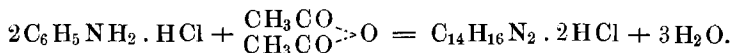
O. von Gruber in Vienenburg. Darstellung von Schwefelsäureanhydrid aus Nitrosulfonsäure. (D. P. 27726 vom 19. Oktober 1883.) In der Schwefelsäurefabrik wird zwischen Gloverthurm und Kammersystem eine Anzahl kleiner Vorkammern angeordnet. Wenn dem Systeme die sämmtliche Salpetersäure durch den Gloverthurm zugeführt wird, so haben die Gase in diesen Vorkammern die richtige Zusammensetzung zur Bildung von Bleikammerkrystallen, $\text{SO}_2(\text{NO}_2)\text{OH}$. Auch vor dem Gay-Lussac'schen Thurme kann man diese Verbindung erhalten, wenn man mit einer möglichst dampffreien Hinterkammer arbeitet. Die auf diese oder ähnliche Weise gewonnene Nitroschwefelsäure wird in Retorten durch Erwärmen und Durchleiten von trockener Luft und schwefliger Säure von den Stickstoffverbindungen befreit, welche in den Kammerprocess zurückgehen, während eine mehr oder weniger anhydridreiche, rauchende Schwefelsäure zurückbleibt.

Muspratt, Hall und Eschellmann in Widnes. Neuerungen an dem durch Patent 26698 geschützten Verfahren zur Darstellung von Kaliumchlorat und bei der Behandlung der

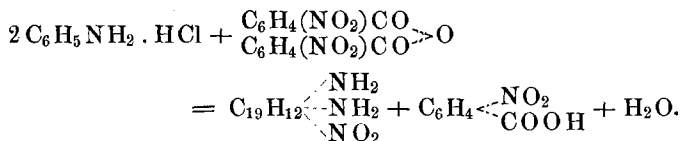
dabei entfallenden Mutterlaugen. (D. P. 27730 vom 6. November 1883.) (Vgl. diese Berichte S. 186.) Die durch Einwirkung von Chlor in Wasser suspendirte Magnesia erhaltene Lösung enthält auf 1 Aeq. Magnesiumchlorat 5 bis $5\frac{1}{2}$ Aeq. Magnesiumchlorid. Dieselbe wird bis auf 35 bis 40° B. eingedampft. Beim Abkühlen krystallisirt Magnesiumchlorid aus. Die Mutterlauge enthält jetzt noch 4 Aeq. Magnesiumchlorid auf 1 Aeq. Magnesiumchlorat. Diese Lauge wird mit Kaliumchlorid zersetzt. Nach Abscheidung der Hauptmasse Kaliumchlorat wird die Mutterlauge, die nur noch 5 bis 10 pCt. vom Gesamtgehalt an Kaliumchlorat enthält, mit Salzsäure und Wasserdampf behandelt. Das frei gewordene Chlor wird von Magnesiamilch absorbirt. Die Salzsäure in der Lösung wird mit Magnesiumcarbonat gesättigt und die Lösung auf Magnesiumchlorid oder Magnesia verarbeitet.

Muspratt, Hall und Eschellmann in Widnes. Darstellung von Natriumchlorat. (D. P. 27729 vom 6. November 1883.) Man verfährt zunächst genau wie nach dem vorigen Patent. Die Lösung, welche auf 1 Aeq. Magnesiumchlorat 4 Aeq. Magnesiumchlorid enthält, wird dann mit Natriumhydroxyd oder -carbonat zersetzt. Der Niederschlag von Magnesia oder Magnesiicarbonat wird abfiltrirt und die Lösung zur Abscheidung von Chlornatrium auf 48 bis 50° B. eingedampft, worauf beim Erkalten Natriumchlorat auskrystallisirt. Die Magnesia, bezw. das Magnesiumcarbonat nach dem Glühen, geht in den Kreislauf der Operationen zurück.

H. Baum in Höchst a./M. Darstellung von Farbstoffen durch Einwirkung der Anhydride organischer Säuren auf die Halogensalze primärer, secundärer und tertiärer aromatischer Amine. (D. P. 27948 vom 3. Juli 1883.) Wenn salzsaures Anilin mit dem anderthalb- bis zweifachen Gewichte Essigsäureanhydrid ohne Condensationsmittel in geschlossenem Gefäße 12 Stunden lang auf 180 bis 200° erhitzt wird, so bildet sich eine dicke, braungelbe Schmelze, welche, in Wasser gegossen, ein bräunlichgelbes, in Salzsäure lösliches Harz abscheidet. Durch Kochen desselben mit Natronlauge wird kein Anilin gebildet, cetanilid ist also nicht entstanden. Die Base giebt mit Salzsäure wieder das ursprüngliche in Wasser unlösliche Salz. Es ist aber eine Acetylverbindung gebildet, denn wird das Harz mit verdünnter Schwefelsäure gekocht, so entweicht Essigsäure und die mit Natron gefällte Base giebt jetzt mit Salzsäure ein leicht lösliches, gelb gefärbtes Salz, welches Seide, Wolle und Baumwolle grüngelb färbt:

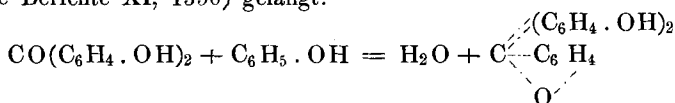


Bei Anwendung von Paranitrobenzoesäureanhydrid und Anilin entsteht Paranitrodiamidotriphenylcarbinol,

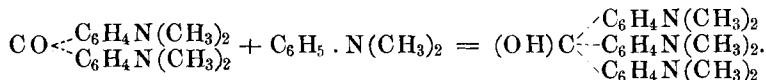


Bei Anwendung von Condensationsmitteln werden die Reaktionen beschleunigt. Durch Verwendung anderer Basen an Stelle des Anilins und anderer Anhydride der Fettsäure- oder aromatischen Reihe werden Farbstoffe in sehr verschiedenen Nüancen erhalten.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen. Darstellung von Farbstoffen der Rosanilinreihe durch Condensation von tertiären, alkylirten Amidoderivaten des Benzophenons mit secundären und tertiären, aromatischen Aminen. (D. P. 27789 vom 18. December 1883.) Zu diesem Verfahren ist man durch die Synthese des Aurins aus Dioxybenzophenon und Phenol unter Mitwirkung von Phosphorchlorür (Gräbe und Car o, diese Berichte XI, 1350) gelangt.



Die Oxyderivate des Benzophenons werden durch dessen tertiäre alkylirte Amidoderivate und das Phenol durch secundäre oder tertiäre aromatische Amine ersetzt. Auch hier ist die Mitwirkung von Phosphorchlorür, Phosphoroxychlorid, Chlorkohlenoxyd oder anderer Condensationsmittel erforderlich. Werden z. B. Tetramethyldiamidobenzophenon, Dimethylanilin und Phosphorchlorür zusammengebracht, so tritt sofort unter erheblicher Wärmeentwicklung eine Reaction ein, bei welcher sich Methylviolett bildet, offenbar nach der Gleichung:



Das Produkt wird in heissem Wasser gelöst, mit Natronlauge alkalisch gemacht und das überschüssige Dimethylanilin im Dampfstrom abdestillirt. Die Farbbase wird abgeschieden und in Salzsäure gelöst. Aus der von etwas unangegriffenen Keton abfiltrirten Lösung wird das Methylviolett durch Aussalzen abgeschieden.

Bei der Anwendung von Chlorkohlenoxyd an Stelle des Phosphorchlorürs kann man die Synthese des Methylviolets direkt aus Dimethylanilin bewerkstelligen, da sich aus dieser Base und Chlorkohlenoxyd ja zunächst Tetramethyldiamidobenzophenon bildet (Michler, diese Berichte IX, 716).

In den Patentansprüchen werden ausser den Condensationen von Tetramethyl(äthyl)benzophenon mit Diphenylamin, α -Phenylnaphtylamin, α -Dinaphtylamin, den tertiären Alkylderivaten von Anilin, Toluidin, Anisidin, Metaphenylendiamin, auch noch die Darstellung von Malachitgrün und Homologen aus Dimethyl(äthyl)amidobenzophenon mit den tertiären Alkylderivaten des Anilins beansprucht, ferner die Condensation der Benzophenonderivate mit Chinolin (Chinolingrün) und endlich auch die Isolirung der blauen bezw. gelben Zwischenprodukte (Benzophenonhaloidderivate), welche durch Einwirkung von Phosphorchlorür oder Phosphoroxychlorid auf Tetramethyl- bezw. Dimethyl(äthyl)amidobenzophenon entstehen.

Appleyard, Knapp Appleyard in Leeds und Longshaw in Manchester. Herstellung von Tinte u. s. w. aus gebrauchter Gerbebrühe und gebrauchtem oder ausgelaugtem festem Gerbematerial. (D. P. 27585 vom 6. December 1883.) Gebrauchte Gerbebrühe oder ausgelaugte Gerbematerialien, die noch Gerbsäure enthalten, werden zur Herstellung einer schwarzen Farbe (Tinte, Wichse) benutzt. Die Stoffe werden mit Aetznatron bezw. Natronlauge in der Wärme behandelt. Nach dem Filtriren wird die Lösung mit Eisenvitriol versetzt und der Einwirkung der Luft ausgesetzt.

Ch. Chemin in Paris. Verfahren zum Bleichen von Ozokerit und zur Herstellung eines Wachserversatzes aus demselben. (D. P. 27316 vom 22. Juli 1883.) Der Ozokerit wird in Wasser von 65—75° C. geschmolzen und dann in eine Retorte gefüllt, welche direkt erwärmt wird und in die man überhitzten Dampf einleitet. Man sibt in den Ozokerit 5—15 pCt. Schwefelblumen ein. Dieser Schwefel verwandelt sich fast ganz in gasförmige Produkte, Schwefelwasserstoff und organische Schwefelverbindungen, und übt hierbei eine bleichende Wirkung auf den Ozokerit aus; dieser destillirt gebleicht mit dem Wasserdampf über. Eine ähnliche Wirkung übt der Schwefel aus, wenn man den Ozokerit mit ihm schmilzt, ohne zu destilliren.

Man entfernt aus dem destillirten Ozokerit die leichter flüssigen Bestandtheile durch warmes Pressen oder Waschen mit warmem Wasser oder mit kaltem Amylalkohol.

Das Produkt wird geschmolzen, mit 20 pCt. Amylalkohol gemischt, nach dem Erkalten kalt gepresst und dann mit Knochenkohle gereinigt.

Zur Erleichterung dieser Operationen werden dem Ozokerit vor der Destillation 25—40 pCt. Petroleum- oder Naphtarückstände hinzugesetzt.

Thompson und Rickman in New-Cross. Bleichverfahren. (D. P. 26839 vom 6. März 1883.) Die zu bleichenden Gewebe aus Pflanzenfasern werden zunächst zum Zwecke der Verseifung und Entfernung der auf den Fasern befindlichen Fett- und Harzstoffe wiederholt 3 Stunden lang in einem Cyankalium- oder Cyannatriumbade gekocht. Die ausgewaschenen Gewebe gelangen dann kurze Zeit in ein Chlorkalkbad, worauf das letztere durch eine Kohlensäure-Atmosphäre ersetzt wird. Um ein vollendetes Weiss zu erzeugen, werden die ausgewaschenen Gewebe zunächst in ein Bad von Anilinviolett mit Oxalsäure und schliesslich in ein solches von Oxalsäurelösung allein gebracht.

James Longmore in Liverpool. Verfahren zur Abscheidung eines Farbstoffes bei der Reinigung des rohen Baumwollensamenöls bezw. der aus solchem hergestellten Seife. (D. P. 27311 vom 17. Mai 1883.) Bei der Reinigung des rohen Baumwollensamenöls durch theilweises Verseifen erhält man einen schleimigen Niederschlag, welcher nach diesem Verfahren auf gereinigte Seife und Farbstoff verarbeitet wird. Derselbe wird mit einem Ueberschuss concentrirter Alkalilauge geschmolzen, so lange mit der Alkalilauge gekocht, bis die Seife sich von der Lauge trennt. Die Seife wird dann nochmals aufgelöst, mit Alkali gekocht und durch einen Ueberschuss desselben abgeschieden; sie kann dann bei nochmaligem Sieden mit Kochsalz ausgesalzen und geschliffen werden. Die zuerst gewonnenen Alkalilaugen enthalten den Farbstoff. Soll derselbe als Druckfarbe verwendet werden, so wird er durch Alaun, Schwefelsäure oder essigsäure Thonerde, Chlorcalcium u. s. w. aus der Lauge gefällt. Soll der Farbstoff zum Färben von Wolle dienen, so kann er durch Säuren ausgefällt werden. Hierzu dienen Schwefelsäure, Essigsäure, Chlorwasserstoffsäure oder Kohlensäure unter Druck. Der Farbstoff wird in Alkohol gelöst zum Färben verwendet. Es kann auch die alkalische Lauge mit Kohlensäure gesättigt, eingedampft, von den Salzen möglichst befreit und dann direkt zum Färben von Wolle benutzt werden. Baumwoll- oder Leinenfaser werden vor dem Färben mit Alaun, Sumach u. s. w. gebeizt. Der Farbstoff selbst wirkt auch als Beize für viele Anilinfarben. Die aus rohem Baumwollensamenöl hergestellte Seife kann in analoger Weise auf gereinigte Seife und Farbstoff verarbeitet werden.

Josef Wojáczek in Wien. Anstrichverfahren, bei welchem auf Schellackfirniss noch Schellack aufgeschmolzen wird. (D. P. 27085 vom 14. August 1883.) Das Verfahren besteht darin, dass man den gegen Säuren oder Feuchtigkeit zu schützenden Gegen-

stand erst mit einem Anstrich versehen, welcher aus einer alkoholischen Lösung von Schellack und venetianischem Terpentin mit Zusatz von Kienruss besteht, hierauf die noch nassen, mit dem Anstrich versehenen Flächen mit fein gepulvertem Schellack bestreut und endlich diesen Schellackpulver-Ueberzug niederschmilzt, indem man die betreffenden Gegenstände in einen entsprechend erhitzten Raum bringt, oder mit glühenden Kolben oder dergl. über die mit Schellackpulver bestreuten Flächen streift.

B e r i c h t i g u n g :

Jahrg. XVII, No. 9, S. 249, Z. 14 v. u. lies: »Cossa« statt »Costa«.
