

Bericht über Patente

von Rud. Biedermann.

W. Garroway in Glasgow. Fabrikation und Concentration von Schwefelsäure. (Engl. P. 1673 vom 3. April 1883.) Der Erfinder will einen billigen Ersatz für den Gloverthurm schaffen. Neben den Kiesöfen ist ein geeigneter Gaskanal so angeordnet, dass ein Theil der heissen Gase in demselben, ein anderer Theil unter und neben demselben seinen Weg in die Bleikammern nimmt. In diesem Kanal ist eine Anzahl Bechergläser oder ähnlicher Gefässe aus Steingut in einem Sandbad aufgestellt. Diese sind durch Heber mit einander verbunden, oder einfacher so, dass der Auslauf des einen Glases sich über dem nächst folgenden befindet. Sie werden von der nitrosen Säure durchlaufen, die auf dem Wege alle salpetrigen Dämpfe und so viel Wasser verliert, dass sie direkt in den Platinapparat gebracht werden kann. Die Vortheile dieser Anordnung sollen in der erheblichen Kostenersparniss in Vergleich zur Anwendung eines Gloverthurmes liegen, ferner in der gleichmässigen und raschen Erwärmung und dem nur geringen Verlust an Säure, im Falle ein Becherglas brechen sollte.

Hänisch und Schröder in Rosdzin. Neuerung an dem unter No. 26184 patentirten Röstgasentsäuerungsverfahren ohne wesentlichen Verbrauch von Brennmaterial. (D. P. 27581 vom 23. November 1883; vergl. S. 365.) Die Erfinder dehnen ihr Verfahren nicht nur auf Röstgase, sondern auf alle schwefligsäurehaltige Gemische aus und gewinnen nicht allein Gase, welche zum Schwefelsäureprozess geeignet sind, sondern ganz allgemein aus schwefligsäure-ärmeren Gasen schwefligsäure-reichere Gase, eventuell ganz reine (100 procentige) schweflige Säure.

Consolidirte Alkaliwerke in Westeregeln. Herstellung von Schönit oder Kaliumsulfat aus zersetzten Carnalliten und Magnesiumsulfat. (D. P. 27404 vom 28. August 1883.) Das Rohsalz wird auf »künstlichen Carnallit« verarbeitet. Dieser wird mit der später erwähnten Schönitmutterlauge macerirt. Dabei bildet sich eine an Chlormagnesium reiche Mutterlauge, während der Chlorkaliumgehalt des Salzes verdoppelt wird. Dasselbe wird mit Magnesiumsulfatlauge erwärmt. Beim Erkalten scheidet sich Schönit (Kaliummagnesiumsulfat) ab. Die Mutterlauge, die noch Chlorkalium enthält, dient zum Zersetzen des künstlichen Carnallits. Die Lauge von diesem

Prozess wird verdampft, wobei sie künstlichen Carnallit liefert, oder sie dient als Löselaug von Rohsalz.

Heinr. von Miller und Carl Opl in Hruschau. Gewinnung von Schwefelwasserstoff aus Calciumsulphydratlösungen durch Erhitzen. (D. P. 28067 vom 26 Januar 1884.) Die in Wasser suspendirten Sodarückstände werden durch Einleiten von Schwefelwasserstoff oder Kohlensäure in lösliches Calciumsulphydrat umgewandelt. Diese Lauge wird in einem geschlossenen Gefäß durch direktes Feuer oder gespannte Dämpfe erhitzt. Es fällt reines Kalkhydrat nieder und Schwefelwasserstoff entweicht durch eine Rohrleitung. Bevor dies Gas in einen Gasbehälter tritt, wird es zur Behandlung frischer Sodarückstände benutzt, wobei die Hälfte derselben verbraucht wird.

Ludw. Mond in Northwich. Gewinnung von Ammoniumsulfaten und Salzsäure. (D. P. 28063 vom 7. November 1883.) Chlorammonium wird mit soviel Schwefelsäure erwärmt, dass neben Salzsäure Ammoniumbisulfat entsteht. Dasselbe wird nach dem Erkalten grob zerkleinert und in einer Reihe von Kammern systematisch mit ammoniakalischen Gasen behandelt, so dass das neutrale Sulfat sich bildet.

B. Wackenroder in Cöthen. Darstellung von Strontium- oder Bariumchlorid aus den betreffenden wässerigen Sulfidlösungen mit Hilfe von Chlorcalcium und Kohlensäure. (D. P. 28062 vom 24. Oktober 1883.) Der wässerigen Strontium- oder Bariumsulfidlösung wird die äquivalente Menge Chlorcalcium zugesetzt und dann wird Kohlensäure eingeleitet. Unter Schwefelwasserstoffentwicklung fällt Calciumcarbonat nieder, und Chlorstrontium (-barium) ist in der Lösung. Aus der Chloridlösung kann mittelst Ammoniak und Kohlensäure Carbonat gefällt werden, und die entstandene Salmiaklösung dann durch Destillation mit Kalk wieder in Chlorcalcium und Ammoniak verwandelt werden. Auch bietet dies Verfahren ein gutes Mittel zur Verwerthung von Chlorcalciumabfalllaugen oder von Chlormagnesiumlaugen, nachdem diese durch Kalk in Magnesia und Chlorcalcium übergeführt worden sind.

A. Gadsden in London. Verfahren zur Darstellung von Aluminium aus Fluoraluminium mittelst der durch Glühen von Natrium und Calciumcarbonat mit Kohle entstehenden Natriumdämpfe. (D. P. 27571 vom 8. August 1883.) Der Erfinder mischt gleiche Theile Bauxit und Korund mit 10 pCt. Fluornatrium und Flussspath, calcinirt, pulverisirt und mischt die Masse sodann mit 10 pCt. Holzkohle oder Oel. Die Mischung wird darauf mit Chlorkalium und Chlornatrium als Flussmittel versetzt, getrocknet und auf

den gelochten Boden einer Retorte gebracht, welche mit einer zweiten Retorte verbunden ist. In dieser werden durch Erhitzung von Natriumcarbonat und Kohle Natriumdämpfe erzeugt, durch welche das Aluminium aus seiner Fluorverbindung befreit wird. Oder das Fluorid wird in einer Retorte mit Chlorgas behandelt und das abdestillirende Aluminiumchlorid wird in Gasform über Eisendrehspäne geleitet, durch welche darin enthaltenes Eisen u. s. w. entfernt wird, und dann mit Natrium zersetzt.

James Webster in Solihull [Warwick]. Verfahren zur Herstellung von Aluminiumbronze. (D. P. 28117 vom 1. Januar 1884.) Es wird zunächst eine Aluminiumlegirung aus Aluminium und Zinn und eine Nickellegirung aus Nickel, Kupfer und Zinn hergestellt. Gleiche Theile der Aluminium- und Nickellegirung werden mit Kupfer zusammengesmolzen. Auf diese Weise wird die Verbindung der die Bronze bildenden Metalle eine sehr innige.

L. v. Neuendahl in Breslau. Verfahren und Schachtofen zur gleichzeitigen Gewinnung von Zink und Blei. (D. P. 27164 vom 4. September 1883.) Das Verfahren besteht darin, dass zink- und bleihaltige Erze und Hüttenprodukte in dem geheizten Schacht mit Generatorgasen, welche durch Graphitdüsen eintreten, behandelt werden. Auf der mit Thonrinnen versehenen geneigten Sohle fließt dann das Blei ab, während das metallische Zink in Dampf- form an der mit einer doppelt verschliessbaren Aufgäbeöffnung versehenen Gicht in ein bekanntes Condensationssystem entweicht.

Lazare Weiller in Paris. Verfahren zur Herstellung siliciumhaltiger Bronze. (D. P. 27570 vom 4. Juli 1883). Man stellt zuerst Kupfernatrium, Zinnnatrium oder Bronzenatrium dar und schmilzt entweder diese Legirungen mit Kieselfluorkalium oder Kieselfluornatrium, oder Gemische aus Kupfer, Zinn oder Bronze mit Natrium und Kieselfluorkalium oder Kieselfluornatrium zusammen. Durch die Einwirkung des Natriums der Kupfer-, Zinn oder Bronzenatriumlegirung auf Kieselfluorkalium oder Kieselfluornatrium entsteht freies Silicium, welches sich im Entstehungsmomente mit dem Kupfer, dem Zinn oder der Bronze legirt.

Rudolf Schliwa in Dortmund. Darstellung von Superphosphaten mit variablem Phosphorsäuregehalt aus Schlacken des basischen Entphosphorungsprozesses und aus natürlichen Phosphaten. (D. P. 27924 vom 17. November 1883.) Die gewöhnlich gepulverten Rohmaterialien (Schlacken und natürliche Phosphate) werden mit soviel englischer Schwefelsäure gemischt, dass deren gesammte Phosphorsäure in wasserlöslicher Form ausgeschieden

wird. Die Masse wird nun mit wenig Wasser ausgelaugt. — Aus dem Rückstande wird Eisen und Mangan durch Behandlung mit Königswasser entfernt. Die Masse wird dann nach Bedürfniss mit der gewonnenen Phosphorsäure wieder gemischt und getrocknet.

J. Wright in London. Nutzbarmachung von Schlacken aus dem Converter Stahl-Verfahren. (Engl. P. 1657 vom 3. April 1883.) Der Erfinder will vornehmlich das in diesen Schlacken enthaltene Eisen gewinnen. Die Schlacken werden zerkleinert und das in grösseren Stücken bleibende Eisen wird von dem Pulver getrennt. Die Oxyde und Silicate von Eisen, Kalk und Thonerde sollen zur Herstellung von Cement benutzt werden. Nach dem Engl. P. 1654 werden dieselben zu dem Zwecke mit den kalkreichen Hochofen- und Cupolofen-Schlacken vermischt.

Haarmann & Reimer, Vanillinfabrik in Holzminden. Darstellung von Glucovanillin aus Coniferin. (D. P. 27992 vom 28. August 1883.) Eine fünfprocentige wässrige Coniferinlösung wird mit einer concentrirten Lösung von Chromsäureanhydrid versetzt. Nachdem ein bräunlicher Niederschlag sich abgesetzt hat, erhitzt man zur Abscheidung der letzten Reste Chrom mit Baryumcarbonat. Das Filtrat wird eingedampft und mit Alkohol versetzt. Dabei scheiden sich geringe Mengen von zuckervanillinsaurem Baryum ab. Die alkoholische Lösung hinterlässt beim Abdestilliren des Alkohols das Glucovanillin (Schmp. 170°). Vom Coniferin unterscheidet sich dies Glucosid dadurch, dass dasselbe in concentrirter Schwefelsäure sich mit hellgelber, jenes mit violetter Farbe löst. Das Glucovanillin wird durch Emulsin oder Mineralsäuren leicht in Glucose und Vanillin gespalten.

Actiengesellschaft für Anilinfabrikation in Berlin. Verfahren zur Darstellung von blauvioletten Farbstoffen durch Einwirkung von ameisensaurem Chlormethyl oder Brommethyl auf Dimethylanilin, Diäthylanilin oder Methyläthylanilin. (D. P. 28318 vom 14. Februar 1884.) Lässt man ameisensaures Chlormethyl oder Brommethyl auf Dimethylanilin, Diäthylanilin oder Methyläthylanilin in Gegenwart von Chloraluminium einwirken, so werden blauviolette Farbstoffe gebildet. Zur Darstellung von Aethylviolett trägt man in 45 kg Diäthylanilin unter Abkühlung 15 kg Aluminiumchlorid ein und lässt 10 kg ameisensaures Chlormethyl einfließen. Die Reaktion beginnt schon in der Kälte und ist nach mehrtägigem Stehen bei Temperaturen unter 40° beendet. Der gebildete Farbstoff wird durch Auflösen in Wasser, Aussalzen und Trocknen 60° in fester Form erhalten. Er zeigt die Stärke des Benzylvioletts 6 B. extra, ist aber etwas blauer.

Wilhelm Majert in Heidelberg. Darstellung gelber Farbstoffe durch Ueberführung aromatischer Amidine in Chinolinderivate. (D. P. 28323 vom 10. November 1883.) Aethenyl-

diphenylamidin, $\text{CH}_3\text{C} \begin{array}{l} \nearrow \text{NH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5 \\ \searrow \text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$, liefert mit Chloracetyl (oder

Essigsäure oder Essigsäureanhydrid) ein Acetoprodukt; erhitzt man dieses längere Zeit mit einem wasserentziehenden Mittel, z. B. Chlorzink, auf hohe Temperatur, so bildet sich unter Wasseraustritt und Umlagerung ein gelber basischer Farbstoff, dessen Eigenschaften denselben als ein Derivat des Chinolins charakterisiren. — Zu 20 Theilen Aethenyldiphenylamidin lässt man unter guter Kühlung 7.15 Theile Chloracetyl fließen. Es bildet sich unter starker Erwärmung salzsaures Aethenylacetyldiphenylamidin. Alsdann giebt man 40 Theile Chlorzink hinzu und erhitzt während 8 Stunden auf 260 bis 270°. Die Masse verflüssigt sich und färbt sich tief dunkelbraun, in dünnen Schichten scheint sie jedoch rein gelb durch. Man kocht die Schmelze mit salzsäurehaltigem Wasser, in welchem sie sich fast ohne Rückstand löst, lässt erkalten und filtrirt. Das Filtrat sättigt man mit Kochsalz, wodurch eine geringe Menge eines harzigen Körpers gefällt wird, während die Lösung fast farblos ist. Der Farbstoff befindet sich als farbloses zweifachsaures Salz in Lösung. Man versetzt die Lösung, nachdem sie vom Harz abfiltrirt ist, mit Natronlauge, bis eine geringe Trübung entsteht, und fällt nun aus der tief gelb gefärbten Flüssigkeit den Farbstoff vollends mit essigsauerm Natron. Er fällt in hellgelben Flocken aus, die das einfachsaure Salz des Flavanilins sind, welche sehr bald krystallinisch und tief gelb durchscheinend werden. Man reinigt den Farbstoff durch Lösen und Wiederfällen.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen. Verfahren zur Darstellung des Methyläthers des Paraoxychinolins. (Zusatz zum D. P. 14976; D. P. 28324 vom 11. November 1883.) Parachinanisol, der Methyläther des Paraoxychinolins, wird durch Erhitzen von 1 kg Paraamidoanisol, 0.8 Paranitroanisol, 5 Glycerin und 2.8 Schwefelsäure von 1.848 Volum Gewicht auf 140 bis 155° erhalten. Das Paranitroanisol lässt sich durch die äquivalente Menge eines andern Nitrokörpers ersetzen. Das Parachinanisol, eine ölige Flüssigkeit, liefert ein in Wasser leicht lösliches salzsaures Salz, ein fast unlösliches Pikrat. Die Verbindung soll für sanitäre Zwecke und zur Herstellung von Farben dienen.

Frankfurter Anilinfarbenfabrik Gans & Co. in Frankfurt a. M. Darstellung grüner, brauner und gelber Farbstoffe durch Einwirkung von Metallen auf Nitrosonaphthol-sulfosäuren. (D. P. 28065 vom 19. Januar 1884.) Durch Einwirkung

gewisser Metalle oder deren Salze auf gewisse Nitrosonaphtolsulfosäuren entstehen metallhaltige Verbindungen, in welchen das Metall nicht nach den gewöhnlichen Methoden nachweisbar ist. Die Nitrosonaphtolsulfosäuren, bezw. deren Salze, entstehen in der Kälte durch Einwirkung molekularer Mengen Nitrit und Salzsäure auf die in Wasser gelösten oder darin vertheilten Naphtolsulfosäuren oder deren Salze. 27.5 kg Nitroso- β -naphtolmonosulfosaures Natrium werden in 100 L heissem Wasser gelöst und nach dem Erkalten mit 20 L einer Eisenchloridlösung, welche 5 kg Fe_2Cl_6 enthält, unter Umrühren versetzt. Aus der dunkelbraunen Lösung fällt man das überschüssige Eisen aus. Die filtrirte, rein grün gefärbte Lösung wird zur Trockne verdampft. Um den grünen Farbstoff (Naphtolgrün) rein zu erhalten, kann man denselben aus Alkohol krystallisiren oder die wässrige alkalische Lösung mit Bleisalzlösung niederschlagen, wodurch der Farbstoff in Form eines unlöslichen basischen Bleisalzes erhalten wird. Anstatt der Schäffer'schen Monosulfosäure können alle anderen Naphtolsulfosäuren verwendet werden, mit Ausnahme der β -Naphtol- α -monosulfosäure und der β -Naphtol- γ -disulfosäure. Der grüne Farbstoff aus der α -Naphtolmonosulfosäure, welche der schwer löslichen α -Naphtylaminsulfosäure entspricht, zeichnet sich durch geringe Löslichkeit und durch grosse Krystallisationsfähigkeit aus; er ist von gelblicher Nüance. Statt des Eisenchlorids sind mit gleichem Erfolge auch andere Eisenoxydsalze zu verwenden; es entstehen jedoch auch durch Einwirkung von metallischem Eisen und von Oxydulsalzen auf die Nitrooderivate der Naphtolsulfosäuren grüne Farbstoffe, deren Nüance je nach der Menge des angewendeten Eisens oder Eisensalzes von Grün bis tief Olive variirt. Die so entstehenden Farbstoffe sind Gemische des Naphtolgrüns mit dunkel-schwarzbraunen Verbindungen.

Theodor Göring in Frankfurt a/M. Verfahren zur Gewinnung von concentrirter Essigsäure und Acetaten aus verdünnten wässerigen Essigsäurelösungen mittelst Extraktion. (D. P. 28064 vom 18. December 1883.) Verdünnte essigsäurehaltige wässrige Flüssigkeiten, wie Gährungsessig, Holzessig, werden mit oder ohne Zusatz eines Salzes mit Aethyläther oder Essigäther oder Amylalkohol in innige Berührung gebracht, wobei die Essigsäure von den letzteren aufgenommen wird. Aus der erhaltenen concentrirten Essigsäurelösung stellt man die Essigsäure durch Verdampfen des Lösungsmittels dar, oder man gewinnt durch Sättigen derselben mit Basen die betreffenden Acetate.

Eduard Löflund in Stuttgart. Verfahren zur Herstellung einer Milchconserve. (D. P. 27978 vom 22. December 1883.) Der bis zum Siedepunkt erhitzten Milch wird ein ungegohrenes concentrirtes Extrakt aus gemälzten Getreidearten, dessen saure Reaktion

durch Alkalicarbonat neutralisirt ist, zugefügt, die Mischung im Vacuum bei einer 50° nicht übersteigenden Temperatur bis zur Butterconsistenz eingedampft und in Blechbüchsen luftdicht verschlossen.

Elkan Bauer in Wien. Verfahren zur Herstellung eines Ersatzstoffes für Leder. (D. P. 27503 vom 3. Februar 1883.) Thierisches Eiweiss für sich oder unter Zusatz eines Pflanzenklebstoffes (Dextrin, Gummi u. s. w.) wird mit Glycerin, fettem Pflanzenöl und concentrirter Kautschuklösung zu einer Masse vermischt. Diese Masse wird, eventuell nach Einrühren eines Farbstoffes, auf ebene Platten gegossen und bis zum Erstarren liegen gelassen. Die erstarrte Schicht wird bei niedriger Temperatur auf Spannrahmen getrocknet und durch mehr oder minder langes Eintauchen in flüssigen Gerbstoff wie Leder gegerbt.

Eugène Turpin in Carrière, St. Denis. Herstellung von Sprengstoffen mittelst Untersalpetersäure. (D. P. 26936 vom 4. August 1882.) Petroleum oder Theer, Petroleumäther, Toluol, Xylol, Benzol, Naphtol, Nitrobenzol, Nitroxylol, salpetersaures Anilin, Nitranilin oder Pflanzenöle werden mit Untersalpetersäure innig unter gleichzeitiger Abkühlung vermischt. An Stelle der genannten Kohlenwasserstoffe können thierische Fette, die vorher einem Nitrirungsprocess unterworfen worden sind, verwendet werden. Ein stark explosives Gemisch wird durch Zusatz von Schwefelkohlenstoff erhalten.

J. C. Waterhouse in Wakefield. Fabrikation von Tiegeln. (Engl. P. 1628 vom 31. März 1883.) Die Masse besteht aus 3 Theilen feuerfestem Thon, 2 $\frac{1}{2}$ Graphit, 2 gepulvertem Asbest, $\frac{1}{4}$ Magnesia und $\frac{1}{2}$ Quarz. Dieselbe wird mit Natronwasserglas angemacht und geformt.