

Bericht über Patente

von **Rud. Biedermann.**

Ernest Solvay in Brüssel. Neuerung bei der Darstellung von Salzsäure durch Zersetzung von Chlorcalcium mit Wasserdampf. (D. P. 29846 vom 7. Mai 1884.) Dem Gemisch von Chlorcalcium und Kieselerde- und thonerdehaltigen Substanzen wird ein genügend grosser Theil des Rückstandes aus einer früheren Operation zugesetzt, wodurch ein grösserer Widerstand gegen die Wärme erzeugt wird. Als kieselerdehaltige Substanz eignen sich am besten gefällte Kieselsäure, kieselsäurereicher Thon, Infusorienerde, Bergmehl oder Kieselguhr.

H. Gronven in Leipzig. Verfahren zur Entschwefelung von Leblanc-Soda-Rückständen. (D. P. 29848 vom 30. Mai 1884.) Frische oder alte Rückstände werden mit etwa 10 pCt. Sägemehl und 10—20 pCt. warmem Wasser in einer Knetmaschine zu einem homogenen Teig verarbeitet und in Drainrohrpressen zu Röhren kleinen Calibers gepresst, welche in einem Trockenschuppen einige Tage der Einwirkung des Sauerstoffs der Luft ausgesetzt bleiben. Hierauf werden sie in grobe Stücke zerbrochen und in von aussen ringsum intensiv geheizten Retorten mit stark erhitztem Wasserdampf behandelt.

An Stelle von Sägemehl lassen sich auch entsprechend zerkleinerte Abfälle von Kohlen, Torf, Moose, Nadelstreu, Hanf- und Lohrückstände u. s. w. verwenden.

Hippolyte Leplay in Paris. Neuerung in dem Verfahren zur Herstellung von Baryt und Strontian in Gestalt von Monohydraten (Baryum- bzw. Strontiumhydroxyd) und dem dazu dienenden Apparat. (D. P. 29153 vom 13. Januar 1884, Zusatz zum D. P. 28757 vom 13. October 1883; vgl. Bd. XVII, S. 514.) Baryum- bzw. Strontiumcarbonat wird in Röhren geformt und, bis zur Rothgluth vorgewärmt, dann in die Retorte eingebracht, in welche von oben her die Dampfrohre einmünden, deren Ausströmungsöffnungen sich unterhalb des Siebbodens der Retorte befinden. Um ein leichteres Schmelzen und somit eine bessere Trennung der gebildeten Hydroxyde von unzersetzten Carbonaten zu bewirken, wird den Carbonaten der Erdalkalien Aetzalkali oder Alkalicarbonat zugesetzt, indem man dieselben mit Aetzalkali- oder Carbonatlösung anrührt und diese Masse in Röhren formt. Das zugesetzte Alkali oder auch das

aus dem Carbonat gebildete Alkali erhält man durch Auslaugen des gebildeten Hydroxyds des Baryums oder Strontiums wieder.

Jul. Fr. Loefasz in Stassfurt. Verfahren zum Zerkochen von Kainit behufs Trennung von Steinsalz. (D. P. 29223 vom 8. Januar 1884.) Roher Kainit wird mit wenig Kainitlösung in offenen mit Siebboden versehenen Gefässen gekocht. Der Kainit zerfällt dabei zu Pulver, fällt durch das Sieb und sammelt sich auf dem Boden des Gefässes an.

Pierre Manhès in Lyon. Verfahren zur Gewinnung von Nickel- und Kobaltstein. (D. P. 29006 vom 15. November 1883.) Die in der Natur vorkommenden mehrbasischen Schwefel- und Arsenverbindungen des Nickels, Kobalts und Kupfers werden zunächst von ihren Gangarten durch Schmelzung befreit. Der erhaltene Rohstein wird dann in einem Bessemerconverter bis fast zum Verschwinden des Eisens verblasen. Die entstandene Masse enthält etwa 1—2 pCt. Eisen und 15—20 pCt. Metalloide, das Uebrige ist Nickel, Kobalt und Kupfer. Dieser so angereicherte Stein kann dann in bekannter Weise entweder mit Salzsäure behandelt oder mittelst Elektrolyse zerlegt oder einem Schmelzprozess unterworfen werden.

Ludw. Starck in Mainz. Verfahren zur Herstellung von Leucht- und Heizgas aus flüssigen oder bei Erwärmung flüssig werdenden Kohlenwasserstoffen u. s. w., welche vor Verwandlung in Leuchtgas zu einem bleibend festen, bezw. faserigen oder pulverigen Material umgestaltet werden mit Hilfe von Moostorf. (D. P. 28584 vom 12. Juni 1883.) Zur Ausführung des im Patenttitel gekennzeichneten Verfahrens dient ein Ofen, der aus einem inneren und einem äusseren Gewölbe zusammengesetzt ist. Im inneren Ofen befinden sich zwei Retorten, von denen die eine mit Kohle, die andere mit Eisendraht, Drehspänen u. dergl. angefüllt ist. Beide stehen mit einander in Verbindung. In denselben wird durch Injection von Wasserdampf Wassergas erzeugt. Die Feuergase, welche zur Erhitzung der Retorten des Innenofens gedient haben, streichen durch Oeffnungen im Gewölbe und umspülen dann die in zwei Reihen links und rechts vom Innenofen gelagerten Retorten des Aussenofens, welche das Gemisch von Moostorf und Oel enthalten.

Erasm. Jerzmanowski in New-York. Verfahren zur Erzeugung von Wassergas. (D. P. 29220 vom 12. December 1883.) Zwei verticale Kammern, von denen die eine Kalk, die andere Anthracit enthält, werden durch Verbrennen eines in die letztere injicirten Gemisches von Naphta und Luft stark erhitzt. Dann wird Dampf und

Naphta in die Kalkkammer injicirt, wo sich Wassertoff und Kohlensäure bilden. Letzteres Gas wird beim Durchstreichen der heissen Anthracitschicht in Kohlenoxyd verwandelt.

Actiengesellgesellschaft für Anilinfabrikation in Berlin. Verwendung höher chlorirten oder bromirten Ameisensäuremethyläthers statt des ameisensauren Chlormethyls oder Brommethyls bei dem im Patent 28318 geschützten Verfahren zur Darstellung blauvioletter Farbstoffe. (D. P. 29960 vom 21. März 1884, Zusatz zum D. P. 28318 vom 14. Februar 1884; vgl. Bd. XVII, S. 392.) Die blauvioletten Farbstoffe werden durch Einwirkung der über 120° siedenden Flüssigkeiten, welche durch Behandeln von Ameisensäuremethyläther bzw. Chlorameisensäuremethyläther mit Chlor bzw. Brom entstehen, auf Dimethylanilin, Diäthylanilin oder Methyläthylanilin bei Gegenwart von Chloraluminium oder ähnlich wirkenden Condensationsmitteln erhalten.

Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering) in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Chinaldinmonosulfosäuren. (D. P. 29819 vom 2. October 1883, Zusatz zum D. P. 24317 vom 19. August 1882; vgl. Bd. XVI, S. 2780.) Die Chinaldinmonosulfosäuren, welche zur Darstellung der Oxychinaldine (D. P. 24317) dienen, werden nach zwei verschiedenen Methoden gewonnen.

I. Chinaldin wird mit einem Ueberschuss von rauchender Schwefelsäure oder Schwefelsäurechlorhydrin längere Zeit auf 100—150° erhitzt. Je nachdem wie die Temperatur in den genannten Grenzen schwankt, bildet sich mehr oder weniger von der einen oder der anderen der drei isomeren Monosulfosäuren; bei niedriger Temperatur werden hauptsächlich die Ortho- und die Parasäure gebildet, während bei hoher Temperatur die β -Säure das Hauptproduct ist. Durch Behandeln mit Wasser, in welchem die β -Säure schwer, die Orthosäure leichter und die Parasäure am leichtesten löslich ist, werden dieselben getrennt.

II. 150 Theile Sulfanilsäure, 120 Th. Paraldehyd und 150 Th. rohe Salzsäure werden erhitzt; das Product wird durch Eindampfen von der Salzsäure befreit und die Chinaldinsulfosäure durch heisses Wasser, in welchem sie leicht löslich ist, aufgenommen. Durch Ueberführung in das Calcium- und dann das Natriumsalz gereinigt, liefert sie die nach dem ersten Verfahren gewonnene Parachinaldinsulfosäure. Statt Salzsäure können auch andere wasserentziehende Agentien, statt Paraldehyd, gewöhnlicher Aldehyd, Acetal, Aldol und Milchsäure verwendet werden.

Chemische Fabrik vormals Hofmann & Schoetensack in Ludwigshafen a./Rhein. Verfahren zur Darstellung von

organischen Säureanhydriden. (D. P. 29669 vom 9. April 1884.) Die entwässerten Salze der Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure oder Benzoësäure werden bei einer den Siedepunkt des betreffenden Anhydrids wenig übersteigenden Temperatur mit Chlorkohlenoxydgas behandelt. Es resultirt ein Anhydrid und Chlorid enthaltendes Destillat, welches durch fraktionirte Destillation getrennt wird.

Rudolf Schmitt in Dresden. Verfahren zur Darstellung von Salicylsäure und deren Homologen. (D. P. 29939 vom 24. Juni 1884.) Phenolnatrium wird bei gewöhnlicher Temperatur mit trockener Kohlensäure behandelt und das gebildete Phenylnatriumcarbonat in einem luftdicht schliessenden Digestor einige Stunden auf 120–140° C. erhitzt, wobei sich dasselbe in salicylsaures Natrium umwandelt. Oder aber das scharf getrocknete Phenolnatrium wird in einen Autoclaven gefüllt, wonach man trockene Kohlensäure unter äusserer Abkühlung einpumpt. Hierauf überlässt man die Masse einige Stunden sich selbst und erhitzt den Autoclaven einige Stunden auf 120–140°, um die Umsetzung in salicylsaure Salze zu bewirken. Anstatt Kohlensäure in den Autoclaven zu pumpen, kann man auch feste Kohlensäure (comprimirte) in denselben einfüllen, ihn schnell verschliessen und wie oben weiter verfahren.

Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering) in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Jodoform, Bromoform und Chloroform mittelst Elektrolyse. (D. P. 29771 vom 7. März 1884.) Eine alkoholische Lösung von Jodkalium wird in einem Gefäss unter fortwährendem Einleiten von Kohlensäure elektrolysirt. Bei der Elektrolyse von Brom- resp. Chlorkalium unterbleibt das Einleiten von Kohlensäure.

Franz Dietrich in München. Verfahren zur Darstellung von gereinigtem Weinstein. (D. P. 29769 vom 5. März 1884.) Eisen und Thonerde werden aus Rohweinsteinlösung in der Siedehitze mittelst Phosphorsäure gefällt. Die wieder zu verwendenden kalten Mutterlaugen werden durch Zusatz von gelbem Blutlaugensalz gereinigt.

James Longmore in Liverpool. Verfahren zur Gewinnung hellfarbiger Seife oder hellfarbiger Fettsäuren aus rohem Baumwollsamöel oder dessen Reinigungsrückständen. (D. P. 29447 vom 11. December 1883.) Das Oel wird durch Absetzenlassen oder Filtriren von mechanischen Unreinigkeiten befreit. Die Oelreinigungsrückstände werden mit wenig Wasser schwach erwärmt und nach dem Abkühlen von der wässerigen Schicht abgezogen. Dann werden die Reinigungsrückstände mit so viel starker

Natronlauge behandelt, dass sich die Seife in Flocken abscheidet, die von der stark gefärbten Unterlauge getrennt werden. Die Seife wird in möglichst wenig Wasser gelöst und durch Zusatz von Chlorwasser entfärbt. Statt Chlorwassers werden auch Chlorkalk, Mangansuperoxyd, chloresures Kalium, übermangansaures Kalium oder saures chromsaures Kalium und nachher Säuren hinzugesetzt. Bei Hinzufügung eines Ueberschusses dieser Säuren werden gereinigte Fettsäuren abgeschieden.

Emanuel Pechnik in Skriwan bei Neubidschow. Verfahren zum Raffiniren von Rohzucker. Das Verfahren besteht darin, dass der Grünsyrup, welcher beim Decken der aus dem Rohzucker durch Lösen, Kochen mit Kalk, Filtriren in der Filterpresse und über Spodium und schliessliches Verkochen gewonnenen Raffinade abläuft, mit dem Wasser der Formwäsche gemengt durch den gleichen Process zu Deckzucker verarbeitet, dann der von letzterem herrührende Grünsyrup zuerst osmosirt und darauf mit dem Absüßwasser der Filter verdünnt, mit Kalk gekocht, saturirt, filtrirt und zu Rohzucker (erstes Produkt) verkocht wird, wobei dieser Rohzucker so lange in die Lösepfanne, und der davon abgeschleuderte Syrup so lange dem vom Deckzucker herrührenden Grünsyrup zugesetzt wird, als der Quotient dieses Grünsyrups nicht unter 73—75 gesunken ist, in welchem Falle man ihn zum zweiten Produkt einkocht. Eine Modifikation dieses Verfahrens besteht darin, dass man den von der Raffinade herrührenden Grünsyrup in der angegebenen Weise statt zu Deckzucker zu Dünnsaft verarbeitet, in diesem den zu raffinirenden Rohzucker löst, die Lösung klärt, eine Filterpresse passiren lässt, osmosirt, über Spodium filtrirt, schliesslich auf Brode oder Würfel verkocht und deckt und in dieser Weise so lange fortfährt, bis der Quotient des Grünsyrups auf 79—80 herabgesunken ist, worauf er zu Nachprodukt eingekocht wird.

Theodor Weyl in Berlin. Verfahren zur Herstellung von Caseinpepton. (D. P. 29714 vom 2. März 1884.) Das aus der Milch abgeschiedene und gereinigte Casein wird entweder durch Behandeln mit Wasser bei 40° unter Druck bis zur Abscheidung des Nucleins oder durch Zusatz von Pepsin oder pepsinhaltiger Stoffe in saurer Lösung peptonisirt. Das ausgeschiedene Nuclein wird von der Caseinpepton enthaltenden Lösung getrennt; die letztere wird neutralisirt und bei niedriger Temperatur zur Gewinnung des Caseinpeptons eingedampft.

W. Poetsch in Bommern bei Wengern (Westfalen). Verfahren zur Regenerirung der Abfallsäuren der Nitroglycerinfabrikation mittelst erhitzter atmosphärischer Luft. (D. P. 29664 vom 31. October 1883.) Die Abfallsäure fliesst in einem Cylinder

über erhitzte Thonbrocken von oben herab, während ihr von unten ein Strom erhitzter atmosphärischer Luft entgegenströmt. Die Nitroverbindungen entweichen oben, zu Salpetersäure oxydirt, während unten reine Schwefelsäure abfließt.

Max Maercker in Halle a. S. Verfahren die Diffusionsrückstände der Zuckerfabrikation u. dergl. für die Entwässerung durch Pressen geeignet zu machen. (D. P. 29640 vom 2. März 1884.) Die Diffusionsrückstände werden mit 0.2 bis 0.5 pCt. Kalk versetzt. Dadurch werden die in ihnen enthaltenen schleimigen Colloidsubstanzen, welche Wasser in Form von sogenanntem Quellungswasser enthalten und sich daher nicht vollständig auspressen lassen, in der Weise verändert, dass die Schnitzel eine harte, holzartige Beschaffenheit annehmen und dann trockener gepresst werden können.

E. A. Schott in Kreiensen. Verwendung von neutralem phosphorsaurem Kalk zur Reinigung und Entfärbung von farbigen Flüssigkeiten und Stoffen. (D. P. 29890 vom 3. Mai 1884.) Der neutrale phosphorsaure Kalk übt, wenn er beim Kochen mit Wasser saure Reaction annimmt, indem sich dabei das saure Salz bildet, eine bleichende Wirkung auf organische Farbstoffe, z. B. diejenigen des Zuckerrübensaftes und der Leinwand, aus. Man erhitzt die Flüssigkeiten oder Stoffe mit soviel von dem Präparat, dass man einen dünnen Brei erhält und neutralisirt, falls die Entfärbung noch nicht genügt, denselben nach dem Erkalten mit Kalk und wiederholt das Erhitzen in dieser Weise öfter. Bei Zuckersäften muss man zur vollständigen Entfärbung noch verkohltes Torfpulver hinzufügen.

G. v. Koch und R. Adamy in Darmstadt. Verfahren, um Cement für stereochromatische Bemalung tauglich zu machen. (D. P. 29670 vom 18. April 1884.) Zur Herstellung der wetterfesten Malfläche wird ein Gemenge aus 30 bis 50 pCt. Cement mit 70 bis 50 pCt. fein gemahlenem Bimsstein angewendet und nach dem Erhärten mit einer verdünnten Säure (Salzsäure, Phosphorsäure, Fluorwasserstoffsäure) abgewaschen. Nach dem Trocknen trinkt man mit Wasserglaslösung, bemalt mit Mineralfarben und fixirt durch Anspritzen einer Wasserglaslösung.

H. Böhm in Kowahlen, Ostpreussen. Verfahren zur Herstellung eines zu Feuerungsbauten geeigneten Steines. (D. P. 29820 vom 24. Januar 1884.) Gebrannter und gelöschter Kalkmergel wird mit Sand, gesiebter kohlenfreier Asche und fein geriebenem Graphit gemischt, die Mischung wird geformt und gebrannt.