

Referate.

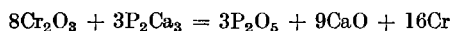
II. 2. Metallurgie und Hüttenfach,
Elektrometallurgie, Metall-
bearbeitung.

Andrew M. Fairlie und Albert J. Bone. Elektrochemische Analyse mit rotierenden Anoden im technischen Laboratorium. (Electrochemical and Metallurgical Industry 6, 12—20).

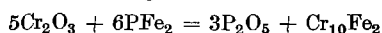
Verff. beschreiben einen in dem Laboratorium der Tennessee Copper Co. für die Bestimmung von Kupfer in Schlacken und anderen Kupferhüttenprodukten ausgearbeitetes System von rotierenden Anoden. Der Mechanismus besteht in acht Anodenbündeln, die sich in fest an dem Schaltbrett befestigten, in einer horizontalen Reihe mit 11,5 cm Entfernung voneinander angebrachten Messinghaltern bewegen. Jede Spindel trägt an ihrem äußeren Ende eine doppeltegehlte Rolle von 9 cm Durchmesser, die durch einen Riemen, der die Rollen untereinander und mit dem Motor verbindet, getrieben wird. Letzterer besteht in einer $\frac{1}{6}$ PS.-Vertikalmaschine von 220 Volt, deren Schnelligkeit mittels eines Rheostats zwischen 900 und 1200 Umdrehungen in 1 Minute verändert werden kann. Die Kathodenhalter bestehen in gewöhnlichen Bindepfosten, die in die Kante eines an das Schaltbrett genagelten Brettes eingeschraubt sind. Die Gestalt der Elektroden ist von derjenigen bei rein wissenschaftlichen Arbeiten verschieden und erinnert an die von Heath vorgeschlagene. Die Kathode besteht in einem durchlochten, an beiden Seiten offenen Platinzylinder von 52,5 mm Durchmesser und 165 mm Länge, dessen $\frac{1}{20}$ mm dicker Mantel mit 60 Öffnungen von je 4 mm Durchmesser versehen ist. Die Gesamtoberfläche der in eine Lösung eingetauchten Kathode beträgt 100 qcm, ihr Gewicht ungefähr 16 g. Die Anode besteht aus einem Stück harten Platindraht von 1,4 mm Dicke und 108 mm Länge, deren unteres Ende an ein Platintrieberrad von 31 mm Durchmesser mittels Gold angelötet ist. Das Rad hat 10 Flügel, die in einem Winkel von 45° eingestellt sind. Über jedem Elektrodenpaar befindet sich eine Weiche, deren Schließung ermöglicht, eine beendigte Bestimmung auszuschalten, ohne die übrigen zu stören. Der Aufsatz ist durch Abbildungen der einzelnen Teile des Apparates illustriert. D.

F. v. Kuegelgen und G. O. Seward. Verwendung von Phosphiden als Reduktionsmittel. (U. S. Patent Nr. 878 966, erteilt am 11./2. 1908.)

Die Erfinder schlagen die Verwendung von Phosphorcalcium, Phosphoraluminium, Phosphoreisen usw. als Reduktionsmittel vor. Beispielsweise soll die Reduktion von Chromoxyd mittels Phosphorcalcium gemäß der Gleichung:



ausgeführt werden, wobei sowohl das Calcium wie der Phosphor reduzierend wirken. Andererseits geht bei Verwendung von Phosphoreisen die Reaktion gemäß der Gleichung



vor sich, wobei nur der Phosphor reduzierend wirkt, und Ferrochrom erzeugt wird. Die Reaktions-

wärme ist in den einzelnen Fällen sehr verschieden und muß häufig mehr oder weniger durch Erhitzen erzeugt werden. D.

H. M. Burkey. Eine Übersicht der Zinkindustrie. (Electrochemical and Metallurgical Industry 6, 99—102.)

Der Aufsatz gibt eine erschöpfende Übersicht über die im Jahre 1907 in den Vereinigten Staaten von Amerika gemachten Fortschritte der Zinkindustrie und behandelt das Thema in folgenden Abschnitten: Aufbereitung der Erze (magnetische und elektrostatische Scheidung; Schwimmprozesse); Rösten; Schmelzen (Johnson, Taylor, Peterson, Snyder, McLaughlin); Auslaugen; Erzeugung von Zinkoxyd (elektrolytisches Verfahren von J. B. und A. Candan); Galvanisieren. Die im Berichtsjahre erteilten Patente werden in geschichtlicher Reihenfolge aufgezählt und teilweise kurz charakterisiert, unter Anwendung der in der Fachzeitschrift darüber erschienenen Berichte. Den Schluß bildet eine kurze Liste der hauptsächlich in- und ausländischen Literatur. D.

Richard Moldenke. Ferrovanadium für Gießereizwecke. (Mitteilungen der Vanadium Alloys Co., Neu-York.)

Während die Verwendung von Vanadium zur Herstellung von Stahl in den Walzmühlen bereits eine große Ausdehnung gefunden hat, wird ihm in der Gießerei bisher nur wenig Aufmerksamkeit geschenkt. Moldenke (Sekretär der Am. Foundrymen's Association) hat eine Reihe interessanter Experimente ausgeführt, die den großen Wert von Ferrovanadium für Gießereizwecke dartun. U. a. wurden umgeformte Waggonräder probiert, deren „modulus of rupture“ ohne Zusatz von Vanadium sich ungefähr 1968,6 kg auf 1 qcm stellte, durch Zusatz von Vanadium und Mangan aber bis auf 5413,6 kg erhöht wurde. Nachstehende Tabelle zeigt die chemische Zusammensetzung der Probestücke und die Ergebnisse einzelner Experimente:

Si	S	P	Mn	V	kg auf 1 qcm
0,60	0,122	0,399	0,38	0,00	1951,7
0,45	0,096	0,423	0,40	0,36	4153,0
0,66	0,110	0,591	1,15	0,25	4096,8
0,45	0,119	0,414	0,50	0,31	3946,3
0,53	0,084	0,431	0,74	0,27	4077,1
0,42	0,112	0,417	0,40	0,45	4170,3
0,50	0,081	0,374	0,54	0,22	5417,2

An Stelle von Mangan empfiehlt Moldenke, ein stärkeres reduzierendes Mittel zu verwenden mit nachfolgendem Zusatz von Vanadium. D.

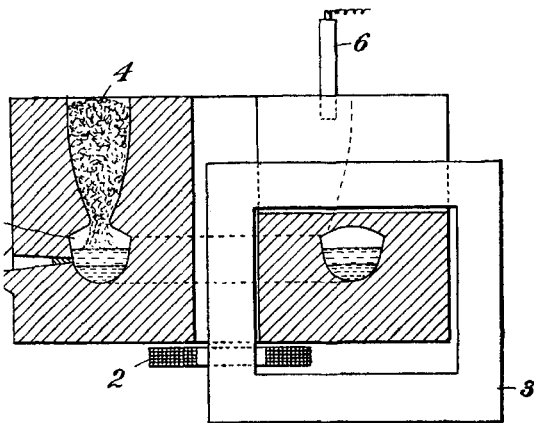
A. E. Drucker. Behandlung von Konzentratschlamm. (Mining and Scient. Press 96, 458—460).

Verf. beschreibt in dem illustrierten Aufsatz ein von ihm ausgearbeitetes Verfahren zur Behandlung schwerer Cyanidschlämme, bei welchem ein von ihm bestimmter Apparat, der in der Verbindung eines Rührapparates mit einem Vakuumfilter besteht, zur Verwendung kommt. Das Verfahren ist seit zwei Jahren in einer Versuchsanlage der Oriental Con. Mining Co. in Chittababie, Korea, probiert worden und hat angeblich sehr günstige Ergebnisse geliefert. Aus einem goldhaltigen Arsenopyritkon-

zentrat hat Verf. eine Ausbeute von 92% erzielt, während bei den gewöhnlichen Perkulationsverfahren, das 16 Tage erfordert, nur 50–60% ausgebracht werden. Der Apparat soll sich insbesondere für schwere Sulfidschlämme eignen. *D.*

Verfahren und Einrichtung zur Reduktion und Schmelzung von Oxyden u. dgl. mittels kombinierter elektrischer Heizung in einer schachtartigen Ofenanlage. (Nr. 197 233. Kl. 40a. Vom 22./4. 1906 ab. Otto Frick in Saltsjöbaden, Schweden.)

Patentanspruch: Verfahren und Einrichtung zur Reduktion und Schmelzung von Oxyden u. dgl. mittels kombinierter elektrischer Heizung in einer schachtartigen Ofenanlage, dadurch gekennzeichnet, daß das feste zu verarbeitende Gemisch von Oxyden und Reduktionsmitteln im oberen Teil des Ofens durch Widerstandserhitzung mittels eines Elektrodenstromes reduziert und das reduzierte Gut, nach-



dem es selbsttätig in den unteren Teil des Ofens gesunken ist dort durch Erhitzung mittels eines Induktionsstromes geschmolzen wird. —

Das Verfahren beruht auf der Tatsache, daß das Reduktionsgemisch und das Endprodukt sehr verschiedene Leitfähigkeit besitzen und infolgedessen zur Erzielung guter Ergebnisse in ganz verschiedener Weise beheizt werden müssen. 1. ist ein geschlossener ringförmiger Tiegel, 2. die Primärspule, 3. der Eisenkern dazu, 4. ein ringförmiger Schacht, 6. ist die eine der Elektroden, die zweite ist in der Zeichnung nicht sichtbar. Der durch die Elektrode zugeführte Strom geht durch die in den ringförmigen Schacht 4 eingeführte Masse hauptsächlich in wagerechter Richtung hindurch. Die Masse wird bis zur Reduktionstemperatur erhitzt, die ausreduzierte Masse sinkt gegen den als Tiegel ausgebildeten Boden hinunter. Unter der Voraussetzung, daß hier schon eine gewisse Menge geschmolzenen Metalls oder Schlacke vorhanden ist, die durch Reduktionsstrom erhitzt wird, gibt diese geschmolzene Masse Wärme an die herabgefallene Masse ab und bringt diese zum Schmelzen. Nach genügend Zeit wird ein Abstich gemacht, jedoch dabei beachtet, daß genügend geschmolzene Masse im Ofen verbleibt. *W.*

Verfahren zum Abschmelzen des im Innern von Sinterdrehöfen sich bildenden Ansatzes mittels einer beweglichen Feuertüse. (Nr. 196 404.

Kl. 40a. Vom 12./4. 1906 ab. Karl Gram in Frankfurt a. M.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Abschmelzen des im Innern von Sinterdrehöfen sich bildenden Ansatzes mittels einer beweglichen Feuertüse, dadurch gekennzeichnet, daß die Düse durch mechanischen Antrieb so bewegt wird, daß der Flammenstrahl langsam von vorn nach hinten und in rascher Bewegung von hinten nach vorn die Ofenansätze bestreicht.

2. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Flammenstrahl zwecks Verhinderung des Wiederausammenbackens ein Streumittel mechanisch zugemischt wird. —

Das Verfahren vermeidet das lästige und schwierige Abstoßen oder Abschmelzen der Ansätze von Hand. Die eigenartige Bewegung der Flamme ist nötig, damit die bereits in der Schmelze befindlichen Ansatzteile nicht wieder erkalten. *W.*

Verfahren und Vorrichtung zur Vermeidung von Flugstaubbildung beim Betriebe von mechanischen Erzröstöfen u. dgl. mit umsteuerbarem Rührwerk und zeitlich getrenntem Rühren und Entleeren. (Nr. 197 043. Kl. 40a. Vom 18./8. 1905 ab. E. Wilhelm Kauffmann in Köln.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Vermeidung von Flugstaubbildung beim Betriebe von mechanischen Erzröstöfen u. dgl. mit umsteuerbarem Rührwerk und zeitlich getrenntem Rühren und Entleeren, dadurch gekennzeichnet, daß während des Entleerens der Gasabzug aus dem Ofen oder der Lufteintritt in den Ofen oder endlich auch beides abgesperrt gehalten oder gedrosselt wird.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ein Absperrorgan (Ventil oder Drosselklappe) in dem Gasabzugsrohre des Ofens, das mit der Umsteuerungseinrichtung für das Rührwerk zwangsläufig verbunden ist und durch diese bei Beginn der Entleerung geschlossen, nach ihrer Beendigung aber wieder geöffnet wird. —

Nach der Erfindung wird Sorge getragen, daß während des Herabfallens des Röstgutes von einem Herd zum anderen im Ofen gar keine oder doch nur eine unbedeutende Luft- oder Gasströmung vorhanden ist. Bei Anwendung dieses Verfahrens kann auch feinpulveriges, stark staubendes Gut, wie fein gemahlenes Erz, unter Vermeidung von nennenswerter Flugstaubbildung in mechanischen Röstöfen behandelt werden. *W.*

Verfahren zum Auslaugen von Zink und anderen Metallen, wie Kupfer, Cadmium, Mangan, Nickel, Kobalt, Arsen, Antimon, Blei, Wismut und Zinn aus oxydischen oder gerösteten Erzen mittels Schwefelsäure und Ferrisulfats. (Nr. 197 044. Kl. 40a. Vom 7./2. 1906 ab. William George Rumbold und George Patchin in London.)

Patentanspruch: Verfahren zum Auslaugen von Zink und anderen Metallen, wie Kupfer, Cadmium, Mangan, Nickel, Kobalt, Arsen, Antimon, Blei, Wismut und Zinn, aus oxydischen oder gerösteten Erzen mittels Schwefelsäure und Ferrisulfat, dadurch gekennzeichnet, daß zu der bekannten Lösung von Schwefelsäure und Ferrisulfat Chlorna-

trium hinzugefügt wird, so daß ungefähr eine Lösung aus einem Prozent Ferrisulfat, fünfzehn Gewichtsprozenten gewöhnlicher Schwefelsäure, 83 Gewichtsprozenten Wasser und einem Gewichtsprozent Chlornatrium entsteht, und daß man einen Teil dieser Lösung fortgesetzt über zerkleinerte Erzmengen in verschiedenen Behältern leitet, bis sie mit den gelösten Metallen gesättigt ist, wobei die gegenüber der vielen Schwefelsäure verhältnismäßig kleine Menge Ferrisulfat ständig zersetzt und erneuert wird, bis alle freie Säure neutralisiert worden ist, worauf die gesättigte Lösung dann in beliebiger Weise zwecks Gewinnung der gelösten Metalle behandelt wird. W.

Verfahren zum Reduzieren von Zink aus gepulvertem Erz, gemischt mit gepulverter Kohle, durch Einblasen des Gemisches in einen Ofenraum. (Nr. 196 473. Kl. 40a. Vom 7./4. 1906 ab. Witwe Eduard Blaß, Paula, geb. Austmann in Essen [Ruhr].)

Patentanspruch: Verfahren zum Reduzieren von Zink aus gepulvertem Erz, gemischt mit gepulverter Kohle, durch Einblasen des Gemisches in einen Ofenraum, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Verbrennung der Kohle erforderliche Luft auf 800 bis 1000° vorgewärmt wird. —

Die Vorwärmung der Luft ermöglicht überhaupt erst, den Prozeß durchzuführen, indem Rückoxydationen der schon gebildeten Zinkdämpfe vermieden werden. Nur durch die starke Vorwärmung der Luft kann bei der partiellen Verbrennung des Kohlenstoffs zu Kohlenoxyd (statt zu Kohlensäure) die Temperatur von 1200—1300° mit Sicherheit erreicht werden, welche nötig ist, um Kohlensäure durch Kohlenstoff zu Kohlenoxyd zu reduzieren. W.

Verfahren zur Verhüttung von Eisen, Zink, Blei usw. enthaltenden Erzen. (Nr. 196 284. Kl. 40a. Vom 27./9. 1904 ab. Max Liebig in Gelsenkirchen [Westf.].)

Patentanspruch: Verfahren zur Verhüttung von Eisen, Zink, Blei usw. enthaltenden Erzen, sog. Mischerzen, nach Überführung ihrer Metallverbindungen in Metalloxyde durch Röstung und nach darauffolgender Reduktion der Eisenoxyde derselben zu Eisenschwamm, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschickung so eisenhaltig gewählt wird, daß bei der Einschmelzung in einem von dem Reduktionsraum getrennten, geschlossenen, kesselförmigen Gebläseofen fortdauernd ein Bad von geschmolzenem Eisen gehalten wird, welches bei seiner Entstehung die übrigen Metalloxyde zu Metall reduziert bzw. den Sauerstoff derselben auf den vorhandenen Kohlenstoff (Schmelzkoks im Überschuß) überträgt. —

Das Verfahren läßt sich besonders für Zink verwenden und vermeidet den Schachtofen. Um das erforderliche Bad von geschmolzenem Eisen dauernd im Ofen halten zu können, muß der Eisengehalt der Beschickung gegenüber dem Gehalt an Zink und Blei vorherrschen, weshalb Erzen, die an letzteren Metallen zu reich sind, metallisches Eisen oder sonstige geeignete eisenhaltige Stoffe zugesetzt werden. W.

Verfahren zum Zusammenballen feinkörniger Erze oder anderer eisenhaltiger Stoffe durch Sinterung in einem Drehrohrofen. (Nr. 196 197. Kl. 18a. Vom 1./2. 1907 ab. Dellwik-

Fleischer Wassergas Gesellschaft m. b. H. in Frankfurt a. M. Priorität [Österreich] vom 21./10. 1904.)

Patentanspruch: Verfahren zum Zusammenballen feinkörniger Erze oder anderer eisenhaltiger Stoffe durch Sinterung, entweder für sich allein oder gemischt mit einem die Sinterung befördernden Stoff, in einem Drehrohrofen, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Beheizung des Ofens benutzten armen Heizgase vor der Verbrennung so stark verdichtet werden, daß mit ihnen eine Stichflamme erzeugt werden kann, die allein den unteren Teil des Ofenrohres auf die zum Sintern der Erze nötige Temperatur bringt, während der übrige Teil des Ofens durch die abziehenden Feuergase lediglich auf eine zum Vorwärmen des darin befindlichen Gutes geeignete Temperatur gebracht wird. —

Das weiter oben im Ofen befindliche Gut wird nur vorgewärmt, nicht aber bis zum Sintern gebracht, wodurch eine Bildung von festen Ansätzen im Ofen bei entsprechend großem Querschnitt des sich drehenden Ofenrohres ausgeschlossen ist und doch genügend Gut durchgesetzt werden kann, um einen lohnenden Großbetrieb durchführen zu können. W.

Verfahren zum Auslaugen von Kupfer, Nickel, Silber, Gold oder Platin aus deren Erzen durch Bildung des Lösemittels (Salzsäure, Chlor, Cyankalium) während der Behandlung des Erzes. (Nr. 196 215. Kl. 40a. Vom 7./2. 1906 ab. Adolphe Seigle in Lyon.)

Patentanspruch: Verfahren zum Auslaugen von Kupfer, Nickel, Silber, Gold oder Platin aus deren Erzen durch Bildung des Lösungsmittels (Salzsäure, Chlor, Cyankalium) während der Behandlung des Erzes, dadurch gekennzeichnet, daß das Lösungsmittel durch Umsetzung zwischen gegebenenfalls schon in dem Erze von Natur enthaltener, sonst diesem nach Maßgabe des Bedarfes zuzusetzender Kiesel- oder Borsäure (oder Silicaten oder Boraten) und solchen Chlor oder Cyan enthaltenden Verbindungen gebildet wird, welche, wie Alkali- oder Erdalkalichloride oder ein Gemisch von solchen Chloriden und Nitraten mit den Silicaten oder Boraten, Salzsäure oder Chlor, oder wie Ferrocyanalze, Cyankalium oder unmittelbar Kaliumgolddoppelcyanide bilden. —

Das Erz wird abgeröstet, gepulvert, mit Quarzsand vermischt, in einen mit Rührvorrichtung versehenen Autoklav gebracht. Dort wird das Gemisch mit einer Lösung der Chloride versetzt, zweckmäßig Calcium- und Magnesiumchlorid oder Natriummagnesiumdoppelchlorid. Nach der Tränkung wird der Autoklav unter Druck gesetzt, und es wird gerührt. Die Chloride zersetzen sich, bilden unlösliche Silicate des Magnesiums, Calciums usw. und Salzsäure, welche in statu nascendi das in dem Erz enthaltene Kupfer oder Nickel löst. Diese Salzlösung wird abgesaugt. W.

II. 4. Keramik, Glas, Zement, Baumaterialien.

M. Simonis. Zur Verwendung von Chromeisenstein als feuerfestes Material. (Stahl u. Eisen 28, 334—335. 4./3. 1908.)

Verf. hat die Schmelzkurve der Mischungen aus Chromit und Kaolin festgestellt. Der angewandte Chromeisenstein hatte folgende Zusammensetzung: 52,9% Cr_2O_3 , 22,6% FeO , 4,8% Al_2O_3 , 9,6% SiO_2 , 10,1% MgO . Der Kaolin war Zettlitzer Erde mit 98,5% Tonsubstanz. Der verwendete Chromeisenstein schmilzt bedeutend höher als Kaolin, etwa mit reiner Tonerde gleichzeitig. Der Chromit spielt gegenüber dem Kaolin die Rolle eines stark aggressiven Flußmittels, dagegen der Kaolin ihm gegenüber nur die eines fast ausschließlich mechanisch einwirkenden Erweichungsmittels. Die Schmelzkurve ergibt, daß der Kaolinzusatz der Schwermelzbarkeit der zu erhaltenden Chromitmischungen wegen nicht über 10—15% gehen darf. Fast die gleichen Zahlen gelten für die Verwendung eines schwermelzbaren plastischen Tones. *Ditz.*

Verfahren zur Gewinnung von möglichst kiesel-säurefreier Tonerde aus Mineralien, im besonderen Bauxit. (Nr. 197 881. Kl. 12m. Vom 8./12. 1903 ab. Cie. des produits chimiques d'Alais et de la Camargue in Salindres [Frankreich].)

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung von möglichst kiesel-säurefreier Tonerde aus Mineralien, im besonderen Bauxit, darin bestehend, daß man die in bekannter Weise durch Aufschließen auf trockenem Wege und nachfolgendes Auslaugen erhaltene Natriumaluminatlösung nach Trennung von den beim Aufschließen erhaltenen Rückständen zwecks Abscheidung der mit in Lösung gegangenen Kiesel-säure unter einem Druck in geschlossenen Gefäßen erhitzt, wobei man zum Erhitzen zweckmäßig Dampf verwendet, der gleichzeitig dazu benutzt werden kann, die Flüssigkeit in Bewegung zu halten.

Beim Arbeiten nach dem Verfahren scheidet die Flüssigkeit einen Niederschlag ab, der im wesentlichen aus Kiesel-säure, Tonerde und Natrium besteht, während die Lösung selbst nur Spuren von Kiesel-säure enthält. Die Abscheidung der Kiesel-säure ist um so vollständiger, je höher die Temperatur, und damit der Druck ist, und je länger erhitzt wird. Wenn z. B. die Lösung $2\frac{1}{2}$ —3 Stunden bei 6 Atm. erhitzt wird, wird eine praktisch genügende Menge Kiesel-säure abgeschieden. *W.*

Verfahren zur Herstellung von dunkelgefärbtem, für aktinisches Licht undurchlässigem Glase. (Nr. 197 663. Kl. 32b. Vom 23./2. 1907 ab. Dr. Otto Sackur in Breslau.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von dunkelgefärbtem, für aktinisches Licht undurchlässigem Glase durch Lasieren mit Silbersalzen, dadurch gekennzeichnet, daß man das Glas mit einem Gemisch von Silbersulfid und Silbersulfat oder Mischungen, die diese Verbindungen enthalten, auf 400—450° erhitzt. —

Die Reaktionsmasse wird auf das zu färbende Glas aufgebracht. Darauf wird die Masse erhitzt. Da die Zersetzung langsam vor sich geht, können in demselben Gemisch nacheinander mehrere Gegenstände gefärbt werden. Das entstehende Silber wird zum Teil von dem Glase aufgenommen. Es tritt die Reaktion ein:



Herstellung eines Zahnzementpulvers für eine transparente Zahnfüllung. (Nr. 196 510. Kl. 30h.

Vom 21./11. 1905 ab. Dr. Josef Rawitzer in Charlottenburg.)

Patentanspruch: Herstellung eines Zahnzementpulvers für eine transparente Zahnfüllung, welches beim Gebrauche mit Phosphorsäure angerührt wird, gekennzeichnet durch Vermischung von wasserarmem, ungeschmolzenem Aluminiumsilicat, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{SiO}_2$, mit geschmolzenen Gemischen von Calcium-Aluminiumoxyd und Kieselsäure. —

Die Masse zeichnet sich durch geringes Schrumpfen, Abwesenheit von Sprödigkeit, Unlöslichkeit und Transparenz aus. *W.*

Verfahren zur Verzögerung des Abbindens von Gips. (Nr. 198 100. Kl. 80b. Vom 5./5. 1907 ab. Dr. Hans Mendheim in München.)

Patentanspruch: Verfahren zur Verzögerung des Abbindens von Gips, dadurch gekennzeichnet, daß dem Gips eine zwischen 0,1 und 1% liegende Menge eines Alkaliphosphats für sich allein oder in Verbindung mit anderen Salzen zugesetzt wird. —

Ein ohne Zusatz in $7\frac{1}{2}$ Min. abbindender Gips bindet bei Zusatz von 0,1% von saurem Natriumammoniumphosphat erst in $12\frac{3}{4}$ Min., bei Zusatz von 0,2% in $19\frac{1}{2}$, von 0,3% in $25\frac{3}{4}$, von 0,5 bis 0,7% in 31 Min. ab. *W.*

Verfahren zur Gewinnung eines zur Mörtelbereitung geeigneten Sandes aus den Rückständen der Kaolinschlammerei. (Nr. 197 170. Kl. 80b. Vom 5./12. 1906 ab. Emil Lemcke in Nürnberg.)

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung eines zur Mörtelbereitung geeigneten Sandes aus den Rückständen der Kaolinschlammerei, dadurch gekennzeichnet, daß man die Rückstände durch Trocknen und darauffolgendes maschinelles Entstauben reinigt. —

Der aus den Rückständen der Kaolinschlammerei herrührende Sand ist zurzeit ein lästiges Abfallprodukt; eine Reinigung durch Waschen gelingt nicht. Der nach vorliegendem Verfahren gereinigte Sand eignet sich vorzüglich für einen Mörtel für dekorative Wirkungen, also für Fassadeputz, künstliche Steinarbeiten, Stampfarbeiten usw., aber auch für sehr durchlässigen Mauermörtel. *W.*

II. 5. Brenn- und Leuchtstoffe, feste, flüssige und gasförmige; Beleuchtung.

K. Charitschkow. Über den Zusammenhang zwischen Entflammungstemperatur und Dampftension der Brennstoffe mit niederem Siedepunkte. (J. d. Russ. Chem. Ges. 41, 138 [1908]. St. Petersburg.)

Zwischen diesen Größen besteht nach Versuchen des Verf. ein direkter, funktioneller Zusammenhang. Deswegen schlägt er vor, zur Feststellung des Grades der Feuergefährlichkeit einer Flüssigkeit, statt deren Entflammungstemperatur — Dampftension zu nehmen. *A. Porai-Koschitz.*

P. Meyr. Die Erzeugung von Kraftgas aus Braunkohlenbriketts. (Braunkohle 6, 861. 17./3. 1908.)

Seitdem es gelungen ist, aus Braunkohle ohne umständliche Reinigungsapparate ein praktisch teer-freies Gas zu erhalten, hat sich herausgestellt, daß

die Braunkohle in ihrer Form als Brikett in der Verwendbarkeit zur Kraftgaserzeugung dem Anthracit, dem Koks und der Steinkohle überlegen ist. Um den entstehenden Teer mit zur Gaserzeugung heranzuziehen, hat man zwei Möglichkeiten: entweder man zersetzt den Teer bei hoher Temperatur, wobei sich unter Ausscheidung von Kohlenstoff permanente Gase bilden, oder man verbrennt ihn und reduziert die Verbrennungsgase. Verf. beschreibt zwei Generatoren, die nach diesen Prinzipien konstruiert sind. Am meisten verbreitet ist der Doppelgenerator. Er besteht aus einem oberen und einem unteren Generator; zwischen beiden liegt der Gasabzug. Der Brennstoff wird von oben zugegeben. Führt man nun von oben Luft zu, so wird in der oberen Brennzonen nach oben fortschreitend (also dem Luftstrom entgegen) die Kohle entgast. Die Destillationsprodukte verbrennen und werden durch die nach unten sinkende entgaste Kohle reduziert. Da der Kohlenstoff der verkohlten Briketts nicht vollständig verbraucht wird, so hat man den erwähnten unteren Generator hinzugefügt, in den der entgaste Brennstoff von oben eintritt, während von unten Luft und Wasserdampf zugeführt werden. Die Gase ziehen gemeinsam durch den in der Mitte liegenden Abzug ab. Richtig geleitet, erhält man mit diesem Generator ein teerfreies Gas von gutem Heizwert. Von Vorteil ist, daß an den Stellen, wo Schlackenbildung eintreten könnte — Reduktionszone und Untergenerator —, die Temperatur nicht hoch genug dafür ist, so daß man eine leicht entfernbare Asche erhält, wodurch ein kontinuierlicher Betrieb gewährleistet wird. Da man für die Erzeugung einer Pferdestärke stunde etwa 0,6 kg Briketts braucht, so betragen die Brennstoffkosten weniger als 1 Pf.

Kaselitz.

A. Koch. Neues über Braunkohlengeneratoren.
(Braunkohlenind. 7, 75. 10./4. 1908.)

Verf. zeigt an einigen Beispielen, daß die modernen Braunkohlengeneratoranlagen viel billiger als

Dampfanlagen, auch billiger als Anthracitgeneratoren arbeiten. Er beschreibt dann kurz den Doppelgenerator der Kosmosmotorgesellschaft m. b. H., Kassel, dessen wesentliche Neuerung in der ringförmigen Absaugung der Gase besteht.

Kaselitz.

Einrichtung zur schnellen Beseitigung der in den Steigrohren von Koksöfen sich bildenden Ansätze. (Nr. 197 408. Kl. 10a. Vom 20./7. 1907 ab. Salau & Birkholz in Essen [Ruhr].)

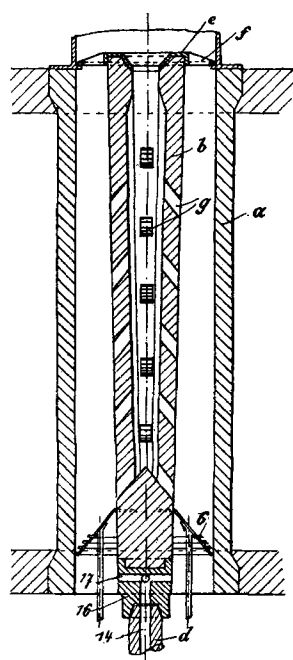
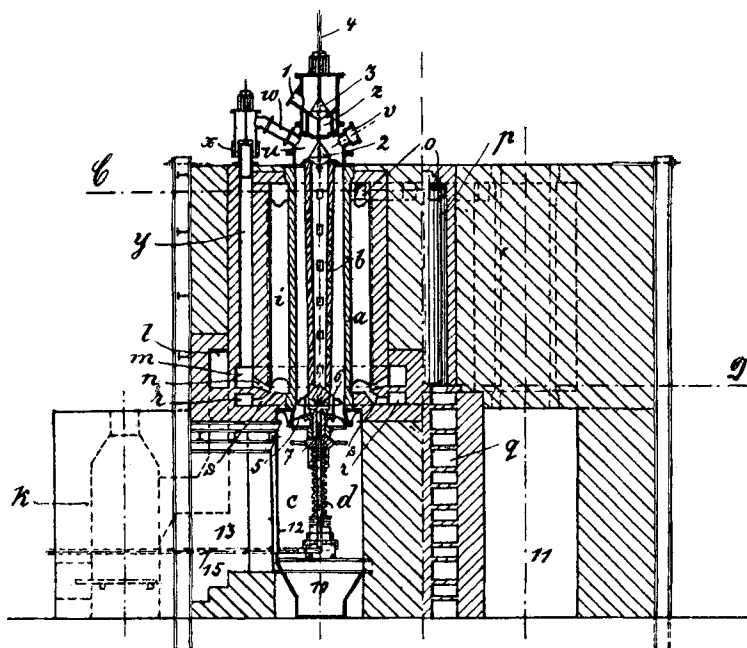
Patentanspruch: Einrichtung zur schnellen Beseitigung der in den Steigrohren von Koksöfen sich bildenden Ansätze, gekennzeichnet durch ein die Steigrohrinnenwand auskleidendes, leicht herausnehmbares Futterrohr. —

Die Einrichtung erübrigt das kostspielige und die Lebensdauer der Steigrohre stark abkürzende Herausmeißeln der Ansätze, indem ein aus billigem Material, z. B. Blech, und zweckmäßig schwach konisch gestaltetes Futterrohr die Ansätze aufnimmt. Das Futterrohr kann von Zeit zu Zeit herausgenommen und durch ein neues ersetzt werden, ohne daß das eigentliche Steigrohr angegriffen wird.

W.

Ofen zur gleichzeitigen oder aufeinanderfolgenden Herstellung von Leucht-, Wasser- und Mischgas mit von außen beheizten Retorten, die im Innern mit einem gelochten Gassammel- und Abzugsrohr ausgestattet sind, und Verfahren zur Benutzung des Ofens. (Nr. 198 052. Kl. 26a. Vom 13./1. 1905 ab. Hermann Croissant in Pasing bei München.)

Aus den Patentansprüchen: 1. Ofen zur gleichzeitigen oder aufeinanderfolgenden Herstellung von Leucht-, Wasser- und Mischgas mit von außen beheizten Retorten, die im Innern mit einem gelochten Gassammel- und Abzugsrohr ausgestattet sind, dadurch gekennzeichnet, daß am unteren Ende der Retorten Vorrichtungen zum Einleiten



von Gasen oder Dämpfen entweder in den Ringraum zwischen Gasabzugsrohr und Retortenwand, oder in das Gasabzugsrohr selbst, oder sowohl in den Ringraum als auch in das Gasabzugsrohr, und außerdem oben ein Mundstück angeordnet ist, von dem ein Rohransatz zu der Vorlage, ein anderer zu den Heizzügen führt, und in dem eine Vorrichtung zum Verschließen der oberen Mündung des Gasammel- und Abzugsrohres vorgesehen ist.

7. Verfahren der Leuchtgaszerzeugung mit dem Ent- und Vergasungssofen nach Anspruch 1 bis 6 mit Zufuhr von Wassergas oder einem anderen brennbaren Gas in den Sammelkanal (b), dadurch gekennzeichnet, daß die Zusatzgase durch den Kanal (14) in der Tragsäule (d) und im Stützapfen (16) in achsialer Richtung zugeführt werden.

8. Verfahren der Wassergaserzeugung mit dem Ofen nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Sammelkanal (b) bei gehobenem Ventil (2) als Abzugskanal für das Wassergas und die Abgase beim Aufblasen dient, die bei geschlossener Gasleitung (v) durch die Leitung (w) und den Kanal (y) nach den Heizkanälen (i) ziehen.

13. Verfahren der Erzeugung von Leucht- und von Wassergas mit dem Ofen nach Anspruch 1 bis 6 in Fällen, in denen der ganze verkokte Retorteninhalt zu Wassergas verarbeitet werden soll, dadurch gekennzeichnet, daß bei wechselweisem Betriebe mit mehreren Retorten die Erhitzung des einen Teiles der Retorten zwecks Entgasung des Materials lediglich durch die beim Aufblasen der Wassergasretorten entstehenden Abgase erfolgt, und ein Generator zur Heizung der Retorten somit in Wegfall kommt. —

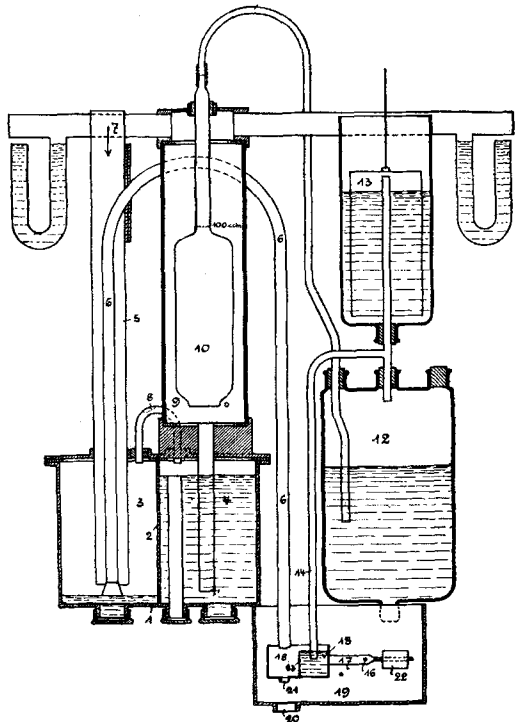
Mittels der Vorrichtung kann je nach Bedürfnis entweder nur eine Entgasung des Materials oder eine Ent- und Vergasung gleichzeitig oder nacheinander, und zwar unter Verwertung der beim Vergasungsprozeß entstehenden Abgase vorgenommen werden. Wegen der Einzelheiten der Vorrichtung und der Ausführung des Verfahrens muß auf die sehr ausführlichen Angaben der Patentschrift verwiesen werden. *Kn.*

Vorrichtung zur Abführung von Gasen aus Gasuntersuchungsapparaten. (Nr. 197 594. Kl. 42l. Vom 11./1. 1907 ab. *Johann Weber* in Darmstadt.)

Patentanspruch: Vorrichtung zur Abführung von Gasen aus Gasuntersuchungsapparaten, dadurch gekennzeichnet, daß ein Flüssigkeitsbehälter eine mit einer Abschlußflüssigkeit versehene Vorrichtung in Bewegung setzt, wodurch ein Gasabführungsrohr, durch das die verbrauchten Gase nach Beendigung der Analyse entweichen können, abwechselnd geöffnet und geschlossen wird. —

Die Vorrichtung hat den Vorzug, daß keine Verstopfungen des Gasabführungsrohres durch Absetzungen aus der Flüssigkeit stattfinden können, so daß die Schwierigkeiten der Reinigung dieses Rohres vermieden werden. Wenn Betriebswasser in der Richtung des Pfeiles 7 eintritt, steigt die gegen das Gas indifferente Flüssigkeit aus der Kammer 4 in den Zylinder 9 und das Meßgefäß 10. Das abgemessene Gas wird in den Absorptionsraum 12 und unter die Tauchglocke 13 gedrängt. Nach beendeter Analyse läuft das Betriebswasser aus dem Heber 6 in die Verschlußvorrichtung 17, die da-

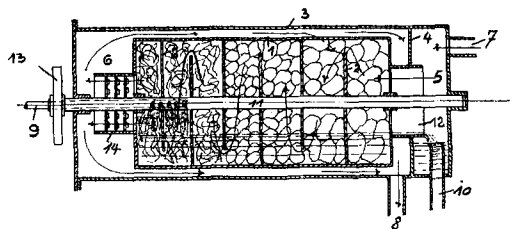
durch um den Punkt 16 gedreht wird und das Rohr 14 freigibt, so daß die Gase aus der Glocke 13 ungehindert austreten können. Wenn das Wasser aus 18 bei 21 und aus 19 bei 20 wieder abläuft, so



wird die Verschlußvorrichtung wieder gehoben und das Rohr 14 wieder geschlossen. Der Raum 15 wird dabei mit Wasser gefüllt gehalten, weil solches über die etwas niedrigere Scheidewand 23 übertreten kann. *Kn.*

Gasreiniger mit rotierender Filtertrommel mit nassen und trockenen Abteilungen. (Nr. 195 905. Kl. 26d. Vom 13./9. 1906 ab. *John Matthew* in Charlottenburg.)

Patentansprüche: 1. Gasreiniger mit rotierender Filtertrommel mit nassen und trockenen Abteilungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Radius der letzteren kleiner ist, als der der ersteren, wobei die Entfernung des Flüssigkeitsspiegels von der Achse der Trommel größer als der Radius der trockenen



und kleiner als der Radius der nassen Abteilungen sein muß.

2. Gasreiniger nach Anspruch 1 mit Zuführung der Flüssigkeit im Innern der Trommel, dadurch gekennzeichnet, daß die Höhe des Flüssigkeitsspiegels in der nassen Abteilung der Trommel durch einen offenen Trommelhals bestimmt wird, dessen

Durchmesser größer als der Durchmesser der trockenen Abteilung ist. —

In dem vorliegenden Gasreiniger soll das Filtermaterial teilweise in nassem, teilweise in trockenem Zustande auf das Gas einwirken. Das Filtermaterial der nassen Abteilungen taucht bei der Rotation teilweise in die Flüssigkeit ein und wird dadurch naß erhalten, während die trockenen Abteilungen durch eine Einziehung der Trommel gebildet werden. W.

II. 16. Teerdestillation; organische Präparate und Halbfabrikate.

Verfahren zur Herstellung von wasserbindenden Kohlenwasserstoffen. (Nr. 197 662. Kl. 30%. Vom 8./2. 1907 ab. Dr. J. Lifschütz in Bremen.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von wasserbindenden Kohlenwasserstoffen, vorzüglich Vaseline, dadurch gekennzeichnet, daß man z. B. Vaseline mit Sauerstoff abgebenden Substanzen, wie Permanganaten u. dgl., besonders aber mit Chlorsäure oder mit Chloraten in saurer Lösung behandelt. —

Bisher ist die Wasseraufnahmefähigkeit der Paraffine durch langes Erhitzen auf annähernd den Siedepunkt erhöht worden. Dies hat aber den Nachteil, daß das Präparat schwarzbraun wird, und daß auch seine Gemische mit Wasser dunkelbraun aussehen, auch wird nur etwa das $1\frac{1}{2}$ -fache des Gewichts an Wasser aufgenommen. Das Produkt des vorliegenden Verfahrens ist orange- bis hellbraungelb, seine Gemische mit Wasser sehen eis- bis goldgelb aus, und es werden 250—300% Wasser aufgenommen. Die Behandlung mit den Oxydationsmitteln ist bei festen Paraffinen bereits angewendet worden, jedoch nur zum Zwecke der Bleichung oder bei der Herstellung von Wachsurrogaten, ohne daß dabei eine Erhöhung der Wasseraufnahmefähigkeit erzielt wurde. Kn.

Verfahren zur Darstellung von Perhydrathasen und ihren Salzen. (Nr. 196 369. Kl. 12i. Vom 10./10. 1906 ab. Dr. Richard Wolffenstein in Berlin.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Perhydrathasen und ihren Salzen, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Alkoholate der Alkalien und Erdalkalien Wasserstoffsuperoxyd enthaltende Lösungen einwirken läßt und ev. die entstandenen Basen in ihre Salze überführt. —

Die Erfindung betrifft die Darstellung bisher unbekannter Perhydratverbindungen, die zu Bleicherei und therapeutischen Zwecken Verwendung finden sollen. W.

Verfahren zur Darstellung von Verbindungen der schwefligen Säure mit p-Aminophenol, Monomethyl-p-aminophenol oder p-Phenylendiamin. (Nr. 198 497. Kl. 12q. Vom 18./4. 1906 ab. Société Anonyme des Plaques et Papiers photographiques A. Lumière & ses fils in Lyon, Frankr.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Verbindungen der schwefligen Säure mit p-Aminophenol bzw. Monomethyl-p-aminophenol oder p-Phenylendiamin, darin bestehend, daß man ent-

weder die freien Basen in wässriger Lösung oder Suspension mit gasförmiger schwefliger Säure in der Wärme behandelt oder die heißen Lösungen der Basen in wässriger Natriumbisulfidlösung durch Abkühlung zur Krystallisation bringt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1; darin bestehend, daß man das schwefelsaure Salz des Monomethyl-p-aminophenols mit neutralem Natriumsulfid unter Zusatz von Natriumbisulfid erwärmt. —

Die bisherigen Versuche zur Darstellung von Verbindungen der schwefligen Säure mit den in der Photographie als Entwickler benutzten Aminokörpern ergaben keine beständigen und einheitlichen Produkte. Die Produkte des vorliegenden Verfahrens dagegen sind vollkommen beständig und einheitlich. Kn.

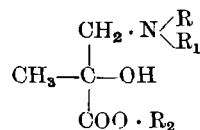
Verfahren zur Darstellung von α -Jodisovalerianylharnstoff. (Nr. 197 648. Kl. 12o. Vom 9./10. 1906 ab. Knoll & Co. in Ludwigshafen a. Rh.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von α -Jodisovalerianylharnstoff, dadurch gekennzeichnet, daß man auf α -Brom- oder α -Chlorisovalerianylharnstoff Jodalkalien oder Joderdalkalien in geeigneten Lösungsmitteln einwirken läßt. —

Die Ausgangsmaterialien werden nach Patent 185 962 erhalten. Die neue Jodverbindung spaltet erst im Darm Jod in Form von Jodnatrium ab, das dann resorbiert werden kann. Hierdurch wird verhindert, daß wie bei den Jodalkalien durch Jodwasserstoffsäure Magenstörungen auftreten können. Kn.

Verfahren zur Darstellung von Oxyaminosäureestern. (Nr. 198 306. Kl. 12q. Vom 7./7. 1906 ab. Les Etablissements Poulenc Frères, chimische Fabrik, und Ernest Fourneau in Paris.) Priorität vom 1./2. 1906 auf Grund der Anmeldung in Frankreich.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Oxyaminosäureestern der Zusammensetzung:



(R = Wasserstoff oder Alkyl; R₁ desgl.
R₂ = Alkyl.)

darin bestehend, daß man die Amino- α -oxyisobuttersäure oder deren N-Mono- und Dialkylderivate mit aliphatischen Alkoholen in Gegenwart von Mineralsäuren verestert. —

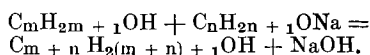
Ester von Oxyaminosäuren sind bisher nicht beschrieben worden, mit Ausnahme derer, bei welchen die Aminogruppe mit demselben C-Atom wie die Hydroxylgruppe verbunden ist. Diese Ester sind nicht unverändert destillierbar (Kuckert, Berichte 18, 618). Bei anderen Versuchen zur Darstellung von Oxyaminosäureestern (Fischer, Berl. Berichte 35, 3787; Sorensen, Chem. Zentralbl. 1905, II, 400) trat unmittelbar nach ihrer Entstehung Polymerisation unter Bildung von Lactamen und Diazoxyypiperazinen ein. Andererseits tritt nach Fischer und Dilthey (Berl. Berichte 35, 846) die Bildung von Säureamid durch

Einwirkung von Ammoniak auf solche Estersäuren, die ein der Estergruppe benachbartes tertiäres Kohlenstoffatom enthalten, nur schwer ein. Man konnte daher erwarten, daß die Ester von Oxyaminosäuren, die von der α -Oxyisobuttersäure abgeleitet sind, ohne Veränderung destillierbar sein würden, da sie nur schwer Amide bilden und wenig bestrebt sein müssen, unter Abspaltung von Alkohol Diacioxypiperazine zu ergeben. Dies hat sich als zutreffend erwiesen. Die Produkte des vorliegenden Verfahrens sind selbst bei gewöhnlichem Druck ohne Zersetzung destillierbar. Die Produkte selbst und ihre durch Ersatz des Wasserstoffs der Hydroxylgruppe erhaltenen Acidyl-derivate besitzen therapeutische Eigenschaften. Die Ester sind in dieser Beziehung gegenüber den Aminoalkoholen nach Patent 169 746 und 169 787, denen sie in manchen Eigenschaften ähnlich sind, durch geringere Giftigkeit ausgezeichnet. Außerdem sind sie billiger herstellbar.

Als Ausgangsmaterial dient Monochlor- α -oxyisobuttersäure, die man durch Kondensation von Blausäure mit Monochloraceton und Verseifen des erhaltenen Nitrils erhält. Die chlorierte Säure ergibt mit Ammoniak, primären oder sekundären aliphatischen Aminen beim Erhitzen unter Druck die Aminosäuren. Die Esterifizierung erfolgt nach den üblichen Methoden. *Kn.*

Marcel Guerbet. Einwirkung von Alkoholen auf Natriumbenzylat. (Compt. r.d. Acad. d. sciences **146**, 298. 10./2. 1908.)

Alkohole wirken bei 220–230° auf ihre Na-Verbindungen oder auf andere Alkohole ein nach folgender Gleichung:



(Das NaOH wirkt dann weiter auf die Alkohole der Mischung ein unter Bildung von Säuren und H). So resultierte aus Propylalkohol und dessen Na-Verbindung der Alkohol $\text{CH}_3 \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{CH}_2\text{OH}$; aus Äthylalkohol und der Na-Verbindung des Önanthalkohols n -Nonylalkohol. Bei der Anwendung dieser Reaktion auf aromatische Alkohole wurde gefunden, daß Na-Benzylat mit Äthyl- und Propylalkohol normal reagierte, wie bei den Fettalkoholen; es entstanden die Verbindungen $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2\text{OH}$ und (wahrscheinlich) $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}(\text{CH}_3)\text{OH}$. Mit Benzylalkohol entstand nicht der erwartete Alkohol



sondern es bildeten sich Stilben, Dibenzyl, Toluol und Benzoesäure. Aus 200 g Benzylalkohol und 65 g Na wurden erhalten 65 g Benzoesäure, 15 g Toluol, 75 g unveränderter Alkohol. *Rochussen.*

Ferdinand Jean. Bestimmung des Erythrosins. (Rev. chim. pure et appl. **9**, 419 [1907].)

Das Erythrosin (Alkalisalz des Tetrajodfluoresceins) wird häufig mit 5% Rose Bengale (Alkalisalz des Tetrajodchlorfluoresceins) versetzt, um die Fluoreszenz aufzuheben. Ein solcher Zusatz ist in Amerika verboten. Bei der Analyse ist darauf Rücksicht zu nehmen, daß man dem Erythrosin, um seine Auflösung zu erleichtern, Kochsalz zusetzt. Wird das Chlor nach mäßigem Calcinieren bestimmt und in einer zweiten Probe nach dem Calcinieren unter

Zusatz von Alkalicarbonaten, so gibt die Differenz zwischen der höheren Chlorzahl in der alkalischen Asche und der zuerst gefundenen Chlorzahl den Gehalt an Rose Bengale an. Die Bestimmung des Jods kann titrimetrisch nach P i s a n i mit Silberlösung und Jodstärke geschehen. Mit Silberlösung bestimmt man in einer zweiten Flüssigkeitsmenge Chlor und Jod zusammen und zieht die zuerst gefundene Jodmenge ab. *Schwalbe.*

Verfahren zur Darstellung von Azoxyverbindungen.

(Nr. 197 714. Kl. 12q. Vom 12./8. 1905 ab.

Dr. O. Dieffenbach in Darmstadt.)

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Darstellung der Azoxyverbindungen von Homologen oder Derivaten des Nitrobenzols sowie von Polynitrokörpern und von α - bzw. β -Nitronaphthalin oder deren Derivaten, dadurch gekennzeichnet, daß man zwecks Vermeidung der Bildung von Aminen als Reduktionsmittel geeignete Hydrazokörper mit dem gleichen oder einem anderen Radikal, als die zu reduzierenden Nitrokörper haben, in neutraler oder alkalischer Lösung oder Suspension verwendet.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man während der Reduktion der Nitrokörper mittels Hydrazokörpern die chemische oder elektrolytische Weiterreduktion der entstandenen Produkte gleichzeitig in demselben Apparate vornimmt. —

Die Bildung von Azoxybenzol aus Hydrazo- und Nitrobenzol ist bekannt, hat aber keine technische Bedeutung, weil das Azoxybenzol anderweit einfacher hergestellt werden konnte. Bei den vorliegend benutzten Nitrobenzolderivaten dagegen verläuft die Reduktion sonst nicht glatt, sondern es treten große Mengen von Aminokörpern auf, deren Bildung zu vermeiden ist. Deshalb ist gerade hier die an sich bekannte Reaktion sehr wertvoll, deren Verlauf überdies für die vorliegenden Fälle nicht vorausszusehen war. Vielmehr hätte man eher erwarten können, daß ebenso wie bei den sonstigen Reaktionsverfahren der Verlauf unvollkommener als bei dem Nitrobenzol sein würde. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von Anthracenderivaten

aus α -Dianthrachinonyl. (Nr. 197 933. Kl.

22b. Vom 30./8. 1906 ab. Zusatz zum Patente

190 799 vom 7./2. 1906¹⁾. Dr. R o l a n d

S c h o l l in Kroisbach b. Graz, Österr.)

Patentspruch: Abänderung des durch das Patent 190 799 geschützten Verfahrens zur Darstellung von Anthracenderivaten, darin bestehend, daß man α -Dianthrachinonyl und dessen Derivate mit Ausnahme der 2,2'-dimethylierten Verbindungen mit neutralen oder alkalischen Reduktionsmitteln behandelt. —

Man erhält dieselben Produkte, wie sie nach dem Hauptpatent mit sauren Reduktionsmitteln dargestellt werden. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von 1,5- und 1,8-Oxyanthrachinonsulfosäuren. (Nr. 197 607. Kl.

22b. Vom 10./2. 1904 ab. Zusatz zum Patente

170 108 vom 12./4. 1903¹⁾. [By].)

Patentspruch: Abänderung des Verfahrens des

¹⁾ Diese Z. **21**, 652 (1908).

¹⁾ Diese Z. **20**, 117 (1907).

Patentes 170 108, darin bestehend, daß man zwecks Gewinnung von 1,5- bzw. 1,8-Oxyanthrachinon-sulfosäure die 1,5- bzw. 1,8-Anthrachinondisulfosäure mit Erdalkalien bzw. Gemischen von Erdalkalien und Ätzalkalien (zweckmäßig bei einer 160° nicht übersteigenden Temperatur) so lange erhitzt, bis die Anthrachinondisulfosäuren eben verschwunden sind, bzw. die Bildung von Dioxyanthrachinonen eben beginnt. —

Das Verfahren beruht auf der Feststellung, daß die ohne Aufspaltung des Anthrachinonmoleküls verlaufende Überführung der Anthrachinon- α -disulfosäuren in Oxyanthrachinone mittels Erdalkalien nach dem Hauptpatent in zwei Phasen verläuft, die sich trennen lassen. Die neuen Produkte sollen zur Darstellung von Farbstoffen dienen. *Kn.*

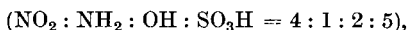
II. 17. Farbenchemie.

N. W. Philippow. Zur Darstellung des Nitrosaminröts als Druckfarbe. (Schriften d. Iwanowo-Wosnessensk Abt. d. Kais. Russ. Techn. Ges. 1908, 25—32. Iwanowo-Wosnessensk.)

Nach dem Bedrucken der Gewebe mit einem Gemisch des Nitrosaminröts (Natriumsalzes des p-Nitrophenylnitrosamins) mit β -Naphthol wird die Farbe gewöhnlich entweder durch saures Bad oder durch 1—2 minutenlanges Dämpfen oder durch Aufhängen bei 40° während 12—16 Stunden entwickelt. Doch geben alle diese Verfahren keine zu guten Resultate. Nach Versuchen des Verf. bekommt man viel reinere Farbe um 25—30% billiger, wenn man als Entwicklungsmittel Essigsäuredampf verwendet, indem man nach dem Bedrucken und Trocknen während $\frac{1}{2}$ —1 Minute bei 40—45° R. in Mather-Plattschem Fixierapparat dämpft, der durch einen mit Dampfschlangen geheizten Holzkasten mit Essigsäure versehen wird. Es werden Versuche auch mit anderen Azokomponenten wie Chrysoidin, Bismarckbraun, Amidonaphthol usw. angestellt. *A. Porai-Koschitz.*

Verfahren zur Darstellung von o-Oxy-p-nitranilinsulfosäuren. (Nr. 197 807. Kl. 12q. Vom 15./3. 1906 ab. Zusatz zum Patente 188 378 vom 28./11. 1905¹⁾. [M].)

Patentanspruch: Abänderung des durch Patent 188 378 geschützten Verfahrens zur Darstellung der Nitro-o-aminophenol-p-sulfosäure



darin bestehend, daß man zwecks Darstellung substituierter o-Oxy-p-nitranilinsulfosäuren an Stelle der Carbonylverbindung der o-Aminophenol-p-sulfosäure



hier die Carbonylverbindungen von substituierten Monosulfosäuren des o-Aminophenols nitriert und sodann den Kohlensäurerest abspaltet. —

Die Möglichkeit, auch die Sulfosäuren nach Nitrierung in Form ihrer Carbonylderivate durch Abspaltung des Kohlensäurerestes in substituierte o-Oxy-p-nitranilinsulfosäuren umzuwandeln, war nicht ohne weiteres vorauszusehen, weil das 4-Nitro-

carbonyl-o-aminophenol selbst unter der Einwirkung von Alkali in Nitrobrencatechin übergeht. Das Verfahren ist an einer Reihe von Beispielen beschrieben, die neuen Körper sollen als Komponenten für Azofarbstoffe benutzt werden. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von Monoazofarbstoffen.

(Nr. 198 137. Kl. 22a. Vom 10./3. 1907 ab. [By]. Zusatz zum Patente 197 034 vom 23./2. 1907¹⁾.)

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens des Hauptpatentes zur Darstellung von Monoazofarbstoffen, darin bestehend, daß man an Stelle der diazotierten α -Naphthylaminsulfosäuren hier die Diazoverbindungen aus den Sulfosäuren des p-Phenylendiamins oder seiner Homologen und Substitutionsprodukte in alkalischer Lösung mit 1-Amino-7-naphthol oder seinen in der Aminogruppe alkylierten Derivaten vereinigt. —

Das Verfahren liefert Farbstoffe, die in graubraunen bis schwarzen Tönen färben, die ebenso gut decken und gut egalisieren wie die nach dem Hauptpatent erhaltenen. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von sauerfärbenden Monoazofarbstoffen. (Nr. 198 138. Kl. 22a. Vom 8./6. 1907 ab. [By].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von sauerfärbenden Monoazofarbstoffen, darin bestehend, daß man diazotierte Naphthylamine oder ihre Sulfosäuren in alkalischer Lösung mit 1-Amino-7-naphthol-4-sulfosäure oder ihren in der Aminogruppe alkylierten Derivaten vereinigt. —

Die Farbstoffe liefern violette bis schwarze Töne von ähnlich guter Egalisierungsfähigkeit und Beständigkeit gegen Kochen mit Säuren und Waschechtheit, wie die mittels nicht sulfonierten 1-Amino-7-naphthols erhaltenen (Pat. 197 034). *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von sekundären Disazofarbstoffen. (Nr. 198 102. Kl. 22a. Vom 11./12. 1906 ab. [By].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von sekundären Disazofarbstoffen, darin bestehend, daß man diazotierte 1, 8-Aminonaphtholsulfosäuren mit eine Weiterdiazotierung gestattenden Mittelkomponenten vereinigt und hierauf nach erfolgter Diazotierung mit 2-Amino-5-naphthol-7-mono- oder 1, 7-disulfosäure oder Abkömmlingen dieser Säuren koppelt. —

Man erhält gut ziehende Produkte, die Baumwolle je nach der Natur der Komponenten, insbesondere der Mittelkomponenten, in bordeauxroten bis violetten und blauen Nuancen von großer Klarheit und ungewöhnlicher Leichtigkeit anfärben. Als Mittelkomponenten dienen beispielsweise α -Naphthylamin, Kresidin, p-Xylidin, m-Toluidin, p-Acetamino-o-toluidin, p-Acetamino-o-anisidin. In der Patentschrift ist eine große Reihe von Beispielen angeführt. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung eines Gallocyaninfarbstoffs. (Nr. 198 508. Kl. 22c. Vom 22./5. 1907 ab. [By].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines Gallocyaninfarbstoffs, darin bestehend, daß man p-Nitroso-m-chlordiäthylanilin auf Gallaminsäure einwirken läßt. —

Der Farbstoff ist vor dem analogen halogenfreien Produkt, dem Cölestinblau, durch seine wertvolle, grünere Nuance ausgezeichnet. *Kn.*

¹⁾ Diese Z. 21, 120 (1908).

Verfahren zur Herstellung von Leukoderivaten der Gallocyaninreihe. (Nr. 198 181. Kl. 22c. Vom 19./5. 1907 ab. Farbwerke vorm. L. Durand, Huguenin & Co., Hünningen i. E.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Leukoderivaten der Gallocyaninreihe, darin bestehend, daß man die Kondensationsprodukte der Gallocyaninfarbstoffe mit aromatischen Mono- oder Polyaminen, mit Säuren und Reduktionsmitteln behandelt, bis sich eine Probe der Reaktionsmasse in konzentrierter Schwefelsäure mit rein grüner Färbung löst, wobei die bei etwa 100° stattfindende Behandlung mit Säuren entweder gleichzeitig mit der Reduktion erfolgen oder derselben vorangehen kann.

Die durch Einwirkung von Aminen auf die Kondensationsprodukte von Nitrosokörpern mit Gallussäure und ihren Derivaten nach Patenten 55 942, 57 453, 57 543, 59 134 und 88 084 erhaltenen, in Wasser wenig oder nicht löslichen Zwischenprodukte, die nach den erwähnten Patenten durch Sulfonieren in wasserlösliche Farbstoffe übergeführt werden, liefern auch nach vorliegendem Verfahren lösliche Produkte, die bei der Verwendung im Zeugdruck mit Metallbeizen, besonders Chrombeizen, sehr leuchtende, rein blaue Nuancen von großer Gleichmäßigkeit ergeben, die sich rein weiß ätzen lassen. Die Lösungen sind fast farblos, stellen aber nicht eigentliche Leukoverbindungen der Ausgangsmaterialien dar, denn diese werden auch gespalten, wie sich aus dem Vorhandensein des ursprünglichen Amins in den Mutterlaugen ergibt. Als Ausgangsmaterialien können auch die Kondensationsprodukte aus Gallocyanin und monomolecularen Diaminen (Patent 189 940) dienen. Die daraus erhaltenen Produkte liefern im Zeugdruck lebhaftere Nuancen, als die aus den gleichen Ausgangsmaterialien hergestellten Leukoderivate nach Patent 189 941. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung einer Leukoverbindung aus Gallocyanin. (Nr. 197 883. Kl. 22c. Vom 31./1. 1907 ab. Zusatz zum Patente 188 820 vom 9./5. 1906¹⁾. [By].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung des im Patent 188 820 beschriebenen neuen Leukoderivats aus Gallocyanin, darin bestehend, daß man das im Patent 192 971 beschriebene Umwandlungsprodukt des Gallocyanins mit Reduktionsmitteln behandelt.

Man erhält dieselbe Leukoverbindung, die durch die Behandlung des Gallocyanins mit alkalischen Reduktionsmitteln nach dem Hauptpatent entsteht. Das als Ausgangsmaterial dienende Umwandlungsprodukt bildet sich z. B. durch Erhitzen einer wässerigen Suspension der Gallocyaninbase. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung chromierbarer, blauvioletter Säurefarbstoffe der Triphenylmethanreihe. (Nr. 198 729. Kl. 22b. Vom 6./7. 1907 ab. [Greigy]. Zusatz zum Patente 189 938 vom 29./9. 1906¹⁾.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung chromierbarer, blauvioletter Säurefarbstoffe der Triphenylmethanreihe, darin bestehend, daß man an Stelle der im Patent 189 938 und dessen Zusätzen genannten Aldehyde hier o-Chlor-p-dimethylamino-

benzaldehyd oder o-Chlor-p-diäthylaminobenzaldehyd mit aromatischen o-Oxycarbonsäuren zu Leukokörpern kondensiert und diese zu Farbstoffen oxydiert. —

Bei den im Hauptpatent beschriebenen Farbstoffen aus anderen Substitutionsprodukten des o-Chlorbenzaldehyds haben die Substituenten nur einen geringen Einfluß auf die Nuance. Nach vorliegendem Verfahren werden dagegen Farbstoffe erhalten, deren Ton wesentlich mehr nach rot hin liegt. Man erhält beim Nachchromieren ein lebhaftes intensives Blauviolett von sehr guter Alkali- und Walkechtheit, während die früher erhaltenen Färbungen reinblau bis grünlichblau waren. *Kn.*

Verfahren zur Herstellung lichtechter Farblacke. (Nr. 198 103. Kl. 22f. Vom 12./6. 1906 ab. [B].)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung lichtechter Farblacke, darin bestehend, daß man die Azofarbstoffe aus Aminoazobenzol oder Aminoazotoluol und 1-Naphthol-4-sulfosäure nach den in der Lackfarbenfabrikation üblichen Methoden in Farblacke überführt. —

Während nach Patent 154 533 die Kombinationen des Aminoazobenzols und der Aminoazobenzolmonosulfosäure mit Naphtholsulfosäure wenig lichtecht sein sollen, sind die vorliegenden Produkte hervorragend lichtecht und sogar denen aus Aminoazobenzoldisulfosäure und 1, 4-Naphtholsulfosäure überlegen. Eine Angabe über den Farbton ist in der Patentschrift nicht gemacht. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Benzanthronreihe. (Nr. 198 507. Kl. 22b. Vom 19./4. 1907 ab.)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Benzanthronreihe, darin bestehend, daß die Aminoverbindungen des Benzanthrone und Benzanthronchinoline oder die Derivate dieser Verbindungen mit Kupfersalzen behandelt werden.

Die erhaltenen Kondensationsprodukte sind Küpenfarbstoffe, die die vegetabilische Faser in sehr echten gelben bis braunen bzw. braunroten Tönen anfärben. Der Farbstoff aus Monoamino-benzanthron hat die Formel $C_{34}H_{18}O_2N_2$ und stellt wahrscheinlich ein aus zwei Molekülen des Amino-körpers unter Austritt von vier Atomen Wasserstoff gebildetes N-Dihydrobenzanthronazin dar. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von Kondensationsprodukten der Anthrachinonreihe. (Nr. 198 048. Kl. 22b. Vom 27./3. 1907 ab. [B].)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Kondensationsprodukten der Anthrachinonreihe, darin bestehend, daß man acetylierte Amino- oder Diaminoanthrachinone oder die Derivate dieser Verbindungen einzeln oder im Gemisch miteinander mit Säurechloriden behandelt.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man die Überführung der Aminoanthrachinone in die Acetylverbindungen und die Behandlung mit Säurechloriden zu einer Operation vereinigt. —

Als Säurechloride können beispielsweise Phosphorylchlorid, Phosphorpentachlorid, Sulfurylchlorid dienen. Bei der Anwendung von Gemischen, z. B. von halogenfreien und halogenhaltigen Acetaminoanthrachinonen scheinen auch Kondensationen zwischen verschiedenen Molekülen eintreten

¹⁾ Diese Z. 21, 123 (1908).

¹⁾ Diese Z. 21, 651 (1908).

zu können, wie sich aus den Eigenschaften der aus den Einzelverbindungen und ihren Gemischen erhaltenen Produkte ergibt. Die erhaltenen Kondensationsprodukte sind teilweise selbst Farbstoffe, teilweise sollen sie zur Herstellung von solchen benutzt werden. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von blauen Küpenfarbstoffen der Anthrachinonreihe. (Nr. 198 025. Kl. 22b. Vom 23./6. 1907 ab. [B].)

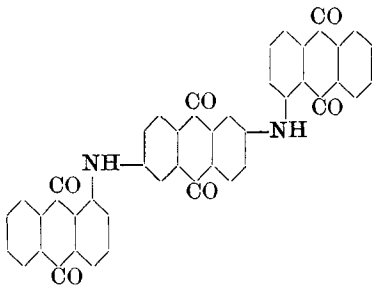
Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von blauen Küpenfarbstoffen der Anthrachinonreihe, darin bestehend, daß man Anthrachinonderivate, welche aus zwei durch eine oder zwei Imidgruppen verbundenen Anthrachinonkernen bestehen und noch zum mindesten eine Amino- oder monosubstituierte Aminogruppe in Orthostellung zu einem Carbonyl der Anthrachinonreste besitzen, mit Eisessig oder Essigsäureanhydrid in Gegenwart von rauchender oder konz. Schwefelsäure behandelt. —

Das Verfahren ist allgemein anwendbar. Man kann beispielsweise das Diaminodianthrachinonylamin (erhältlich durch Reduktion des Dinitrodianthrachinonylamins nach Patent 186 465 mit Schwefelnatrium) oder das nach Patent 158 287 aus 1, 4'-Diamino-2, 3'-dibromanthrachinon erhaltene Diaminodibromindanthren, einen grünen Küpenfarbstoff, als Ausgangsmaterial anwenden. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von roten Küpenfarbstoffen. (Nr. 197 554. Kl. 22b. Vom 30./1. 1907 ab. Zusatz zum Patente 184 905 vom 19./4. 1906¹⁾. [B].)

Patentanspruch: Abänderung des durch das Patent 184 905 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß anstatt 2-Chloranthrachinon hier ein die Halogene in verschiedenen Kernen enthaltendes β , β -Dihalogenanthrachinon mit Diaminoanthrachinonen oder mit 1-Aminoanthrachinon kondensiert wird. —

Die Produkte sind denen des Verfahrens des Hauptpatents sehr ähnlich und liefern gelb- bis braunrote Küpen, aus denen Baumwolle in roten Nuancen angefärbt wird. Die mit 1-Aminoanthrachinon erhaltenen Farbstoffe geben wesentlich röttere Töne, als die aus Diaminoanthrachinonen. Die erzielten Färbungen sind sämtlich sehr echt. Das Produkt aus 1 Mol. 2,6-Dichloranthrachinon und 2 Mol. 1-Aminoanthrachinon hat wahrscheinlich die Formel



Das 2,6-Dibromanthrachinon wird nach *Tritsch* (Dissertation über das 5-Methylnaphthanthrachinon und dessen Derivate. Über die Diazotierung der Brom-1,5-diamidoanthrachinone, Zürich, 1907) dargestellt, in analoger Weise das 2,7-Dibromanthrachinon. Die analogen Chlorderivate können aus

Diaminoanthrachinon mittels der *Sandmeyer*-schen Reaktion dargestellt werden. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung eines grünen Küpenfarbstoffs der Anthracenreihe. (Nr. 198 024. Kl. 22b. Vom 19./4. 1907 ab. [By].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines grünen Küpenfarbstoffs der Anthracenreihe, darin bestehend, daß man Indanthren in Gegenwart von Nitrobenzol mit Salpetersäure behandelt. —

Während bei Abwesenheit von Nitrobenzol Nitrodinitrosotrioxy- bzw. Tetranitrotetraoxyanthrachinonazine entstehen, die ungebeizte Baumwolle in der Küpe weinrot bzw. malvenfarbig anfärben, färbt das vorliegende Produkt, dessen Konstitution noch nicht feststeht, das aber von den erwähnten Körpern gänzlich verschieden ist, Baumwolle aus der Küpe grün. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von festen haltbaren Indigweißalkalipräparaten. (Nr. 197 391. Kl. 8m. Vom 17./2. 1907 ab. [B].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von festen haltbaren Indigweißalkalipräparaten durch Eindampfen von Lösungen von Indigweißdialkalisalzen, Indigweißmonoalkalisalzen oder Gemischen beider im Vakuum bis zur Trockne, dadurch gekennzeichnet, daß das Eindampfen unter Zusatz von Sulficelluloseablauge erfolgt. —

Das vollständige Eindampfen von Indigweißalkalisalzen bot insofern Schwierigkeiten, als die letzten Reste von Wasser sehr festgehalten wurden. Durch den vorgeschlagenen Zusatz wird ein Schäumen der Masse und eine Blasenbildung herbeigeführt, die eine Auflockerung bewirkt und die Entwässerung begünstigt. Das Produkt ist leichter löslich und an der Luft haltbarer als reines Indigweißalkali. Wertvoll ist auch die Nutzbarmachung der Sulficelluloseablauge. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung von festem, haltbarem Indigweißalkali. (Nr. 197 870. Kl. 8m. Vom 8./10. 1905 ab. [B].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von festem, haltbarem Indigweißalkali, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lösungen von Indigweißalkalisalzen, Indigweißmonoalkalisalzen oder Gemischen beider im Vakuum bis zur Trockne eindampft. —

Das Verfahren ermöglicht die Darstellung eines trockenen, haltbaren Indigweißalkalisalzes. Die Haltbarkeit des Produkts war nicht ohne weiteres vorauszusehen, weil das freie Indigweiß trocken unbeständiger als in Pastenform ist und Indigweißnatrium in feuchter Form unbeständiger als freies Indigweiß ist. Zur Einstellung auf einen bestimmten Prozentgehalt dient am besten gebrannter Kalk, der erforderlichenfalls noch entwässert wirkt und gleichzeitig vor Luftfeuchtigkeit schützt. *Kn.*

Verfahren zur Darstellung rotbrauner bis brauner Küpenfarbstoffe. (Nr. 198 051. Kl. 22e. Vom 26./3. 1907 ab. Gesellschaft für chemische Industrie in Basel in Basel. Zusatz zum Patente 191 097 vom 18./10. 1906¹⁾.)

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch Patent 191 097 geschützten Verfahrens zur Darstellung halogenierter Küpenfarbstoffe, darin bestehend, daß man behufs Erzielung rotbrauner bis

¹⁾ Diese Z. 20, 2084 (1907).

¹⁾ Diese Z. 21, 655 (1908).

brauner Farbstoffe die beispielsweise durch Erhitzen von Phenylthioglycol-o-carbonsäure mit Isatin bzw. dessen Homologen und Derivaten bei Gegenwart von Nitrokohlenwasserstoffen, sowie die gemäß Patent 191 097 erhältlichen roten Küpenfarbstoffe mit Antimonpentachlorid behandelt. —

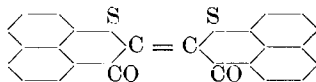
Die Farbstoffe sind von den Ausgangsmaterialien durch eine wesentlich braunstichigere Nuance unterschieden und besitzen eine hervorragende Echtheit gegen Chlor, Licht und Waschen. Die Farbstoffe aus Phenylthioglycol-o-carbonsäure und Isatin werden immer nach dem Hauptpatent und auch nach dem französischen Zusatzpatent 7342 362 876 erhalten.

Kn.

Verfahren zur Darstellung von blauen Küpenfarbstoffen. (Nr. 198 050. Kl. 22e. Vom 31./1. 1907 ab. [M].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von blauen Küpenfarbstoffen, darin bestehend, daß man die Naphthylthioglycol-peri-carbonsäure oder deren Derivate mit Ätzalkalien oder Essigsäureanhydrid erhitzt und nachträglich mit Oxydationsmitteln behandelt oder die Naphthylthioglycol-peri-carbonsäure mit Nitrokohlenwasserstoffen oder Schwefel erhitzt oder die Naphthylthioglycol-peri-carbonsäure mit Bisulfiten oder Thiosulfat erhitzt. —

Den Körpern liegt ein Atomkomplex zugrunde, der wahrscheinlich folgende Konstitution hat:



Kn.

Verfahren zur Darstellung von Schwefelfarbstoffen. (Nr. 198 049. Kl. 22d. Vom 17./4. 1907 ab. [A].)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Schwefelfarbstoffen, darin bestehend, daß man Naphthalinsulfosäuren mit Schwefelnatrium auf höhere Temperatur erhitzt. —

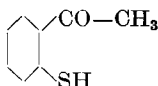
Der Farbstoff aus 1, 3, 6-Naphthalintrisulfosäure ergibt auf Baumwolle in schwefelnatrium- und salzhaltiger Flotte bronzefarbene Töne. Ähnliche Farbstoffe werden aus anderen Sulfosäuren erhalten. Bedingung ist, daß die Schmelze nicht mit Polysulfid, sondern mit Einfach-Schwefelnatrium ausgeführt wird.

Kn.

Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Thioindigorotreihe bzw. deren Leukokörpern. (Nr. 198 509. Kl. 22e. Vom 21./3. 1907 ab. [M].)

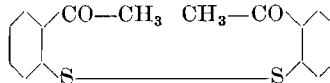
Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Thioindigorotreihe bzw. deren Leukokörpern, dadurch gekennzeichnet, daß man die o-Acetylthiophenole (Phenylthio-o-methylketone) entweder in alkalischer Lösung mit Luftsauerstoff bzw. mit Oxydationsmitteln oder in schwefelalkalischer Lösung mit Schwefel in der Wärme behandelt. —

Die Ausgangsmaterialien, die der Formel



bzw. deren Analogen entsprechen, werden durch Ersatz der Aminogruppe in den entsprechenden o-Aminoacetophenonen durch den Rest SH nach

den bekannten Verfahren über die Diazoverbindungen erhalten. Die Oxydation ergibt, wenn Sauerstoff oder andere Oxydationsmittel angewendet werden, unmittelbar die Farbstoffe, wenn Schwefel benutzt wird, die Leukokörper, die dann durch Luftsauerstoff weiter zu den Farbstoffen oxydiert werden. Der Farbstoff aus o-Acetylthiophenol färbt Wolle und Baumwolle blaurot und ist identisch mit Thioindigorot. Die Oxydation mit Luftsauerstoff ist derjenigen mit anderen Oxydationsmitteln vorzuziehen, weil bei letzteren beträchtliche Mengen des Dithiokörpers



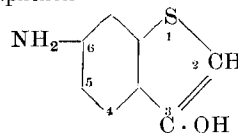
als Nebenprodukt entstehen.

Kn.

Verfahren zur Herstellung von orangefarbenen Küpenfarbstoffen. (Nr. Nr. 198 644. Kl. 22e. Vom 14./2. 1907 ab. [M].)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von orangefarbenen Küpenfarbstoffen, darin bestehend, daß man 6,6'-Diaminothioindigo mit Halogenen behandelt. —

Das Ausgangsmaterial wird aus 6-Amino-3-oxy-(1)thionaphthen

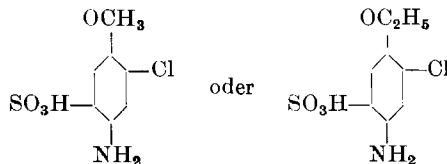


bzw. aus der entsprechenden Carbonsäure durch vorsichtige Oxydation erhalten. Die Farbstoffe färben Wolle und Baumwolle in sehr echten, klaren, orangefarbenen Tönen, und zwar bei Anwendung von Brom und Chlor in derselben Nuance.

Kn.

Verfahren zur Herstellung roter Farblacke. (Nr. 198 469. Kl. 22f. Vom 21./10. 1905 ab. [A].)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung roter Farblacke aus den Farbstoffen, welche durch Kombination von β -Naphthol mit den Diazoverbindungen von o-Chloranisidin- bzw. o-Chlorphenetidinsulfosäuren folgender Konstitution:



entstehen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Alkalisalze der genannten Farbstoffe in wässriger Lösung bzw. Suspension mit Metallsalzen, -oxyden oder -hydroxyden umsetzt. —

Die Lacke sind durch große Licht- und Kalk-echtheit und eine hervorragend schöne, scharlachrote Nuance ausgezeichnet, wie sie in gleicher Klarheit und von gleichem Feuer bisher nicht erzielt werden konnte. Dadurch sind sie von den Farblacken nach Patent 146 655 unterschieden, ebenso auch von den analogen orangefarbenen Lacken aus nicht alkoxylierten Chloranilinsulfosäuren (französisches Patent 354 676). Die Ausgangsmaterialien werden durch Erhitzen des sauren Sulfats des o-Chloranisidins bzw. o-Chlorphenetidins dargestellt.

Kn.

Verfahren zur Herstellung von Farblacken. (Nr. 198 319. Kl. 22/. Vom 19./5. 1907 ab. Friedrich Max Winter in Fährbrücke i. S.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Farblacken, darin bestehend, daß der Farbstoff auf künstlich gefälltes Aluminiumsilicat niedergeschlagen wird. —

Je nach den verwendeten Farbstoffen wechselt das Verhältnis des Natriums und der Kieselsäure zur Tonerde, das bei der Fällung des Aluminiumsulfats mittels alkalischen Natriumsilicats angewendet wird. Die erhaltenen Farbstoffe sind besonders farb- und deckkräftig, leuchtend und von ausgiebiger Streichfähigkeit. *Kn.*

Verfahren zur Herstellung von in Fetten, Ölen und Harzen löslichen Farbstoffen. (Nr. 198 278. Kl. 22/. Vom 6./1. 1907 ab. Chemische Fabrik Flörsheim Dr. H. Noerdlinger in Flörsheim a. M.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von in Fetten, Ölen und Harzen löslichen Farbstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß diejenigen organischen Farbstoffe, die mit Alkalien oder Ammoniak Salze zu bilden vermögen, in Form ihrer Erdalkali-, Erd- oder Schwermetallsalze mit den Erdalkali-, Erd- oder Schwermetallsalzen der Fett- oder Harzsäuren vereinigt werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die genannten Salze aus einer Mischung der Lösungen der Alkali- oder Ammoniumsalze gemeinsam gefällt, in üblicher Weise filtriert, ausgewaschen und getrocknet werden.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die genannten Salze der Farbstoffe der Fett- oder Harzsäuren getrennt gefällt und sodann feucht oder trocken oder durch Zusammenschmelzen gemischt werden.

4. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die genannten Salze der Farbstoffe in Fett- oder Harzsäuren gelöst werden.

5. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die genannten Salze der Farbstoffe zugleich mit den Salzen der Fett- oder Harzsäuren in Fett- oder Harzsäuren gelöst werden. —

Die bisher verwendeten fettlöslichen Farbstoffe aus fett- oder harzsauren Salzen der basischen Farbstoffe haben die unangenehme Eigenschaft, daß sie, ebenso wie die basischen Farbstoffe selbst, sehr wenig lichtbeständig sind. Das vorliegende Verfahren ermöglicht die Anwendung saurer Farbstoffe, die durch Vermittlung der fett- und harzsauren Salze in die Fette übergeführt werden. *Kn.*

II. 18. Bleicherei, Färberei und Zeugdruck.

Verfahren zum Färben von pflanzlichen Fasern mit Schwefelfarbstoffen. (Nr. 197 892. Kl. 8m. Vom 29./6. 1906 ab. [By].)

Patentanspruch: Verfahren zum Färben von pflanzlichen Fasern mit Schwefelfarbstoffen, darin be-

stehend, daß man der in üblicher Weise mit Hilfe von Schwefelalkali hergestellten Färbeflotte behufs Erzielung gleichmäßiger Färbungen eine zur vollkommenen Umsetzung des Schwefelalkalis in Schwefelammonium unzureichende Menge von Ammoniumsalzen zusetzt. —

Das mangelhafte Egalisierungsvermögen der Schwefelfarbstoffe rührt von der leichten Oxydierbarkeit der in der Färbeflotte vorhandenen Leukoverbindungen durch die Luft her. Infolge des Zusatzes von Ammoniumsalzen wird die Oxydation der Leukoverbindung verlangsamt, so daß man gleichmäßige Färbungen erhält, die außerdem tiefer und häufiger auch waschechter sind, als die auf üblichem Wege erhaltenen. *Kn.*

Verfahren zum Färben von Acetylcellulose. (Nr. 198 008. Kl. 8m. Vom 19./2. 1907 ab. Knoll & Co. in Ludwigshafen a. Rh.)

Patentanspruch: Verfahren zum Färben von Acetylcellulose, darin bestehend, daß Acetylcellulose mit freien Aminen und Derivaten oder Phenolen und Derivaten in wässriger Lösung oder Salzen der genannten Körper in Gegenwart von solchen Stoffen basischer oder saurer Natur zusammengebracht wird, die geeignet sind, die Amine oder Phenole aus ihren Salzlösungen in Freiheit zu setzen oder ihr Freiwerden zu erleichtern, und daß in den dadurch entstehenden festen Lösungen, soweit sie nicht selbst den gewünschten Farbstoff schon enthalten, nach bekannten Methoden Farbstoffe erzeugt, oder die vorhandenen Farbstoffe vertieft werden. —

Während Acetylcellulose nach den gewöhnlichen Färbverfahren nicht oder nur sehr schwer angefärbt wird, erhält man nach dem vorliegenden Verfahren Färbungen, z. B., indem man die festen Lösungen von Phenolen und Aminen in Acetylcellulose mit Diazolösungen behandelt oder feste Lösungen von Aminen in Acetylcellulose diazotiert und mit Phenolen oder Aminen entwickelt. Auch die Oxydation von Anilin zu Anilinschwarz kann angewendet werden. *Kn.*

Verfahren zum Färben von Fetten, Ölen, Harzen und ähnlichen Körpern. (Nr. 198 470. Kl. 22/. Vom 1./2. 1907 ab. Chemische Fabrik Flörsheim Dr. H. Noerdlinger in Flörsheim a. M.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Färben von Fetten, Ölen, Harzen oder ähnlichen fettigen oder harzigen Körpern, dadurch gekennzeichnet, daß man in den zu färbenden Körpern organische Metallsalze auflöst und die Lösungen mit auf Metallbeizen ziehenden Farbstoffen, ev. unter Zusatz von wenig Wasser, ausfärbt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß fett- oder harzsaure Metallsalze verwendet werden.

3. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zu färbenden Stoffe zunächst mit den sauren Farbstoffen versetzt, und diese dann mit den Metallsalzen entwickelt und fixiert werden.

4. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Metallsalz und Farbstoff gleichzeitig zugesetzt werden.

5. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die

organischen Metallsalze in Lösungsmitteln, die ihrerseits wiederum in den zu färbenden Körpern löslich sind oder diese aufzulösen vermögen, aufgelöst und diese Lösungen den zu färbenden Körpern zugesetzt werden, worauf die Färbung mit den genannten Farbstoffen erfolgen kann.

6. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die nach Anspruch 5 erhaltenen Lösungen der Metallsalze mit den genannten Farbstoffen gefärbt werden.

7. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Metallsalzen und Farbstoff versehenen Lösungsmittel direkt oder nach ihrer Verdünnung zum Färben benutzt werden.

8. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die metallischen Salze in den Lösungsmitteln oder in den zu färbenden Körpern, beispielsweise durch Zusatz von Oxyden, Hydroxyden oder Carbonaten der Metalle und den entsprechenden Säuren, erzeugt werden.

9. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die zu färbenden Körper zur Bildung der Metallsalze mit den Oxyden, Hydroxyden, Carbonaten, Boraten oder ähnlichen Verbindungen der Metalle bis zur Bildung der entsprechenden organischen Metallsalze erhitzt werden, worauf die Ausfärbung mit Hilfe der in den Körpern erzeugten Salze und der beizenziehenden Farbstoffe geschieht.

10. Ausführungsform des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die bei Gegenwart geringer Mengen von Fetten, Ölen, Harzen u. dgl. hergestellten Farblacke zum Anfärben der Fette, Öle, Harze u. dgl. benutzt. —

Das Verfahren liefert sehr lichtbeständige Färbungen, während die bisher benutzten fettlöslichen Farbstoffe aus fett- oder harzsauren Salzen der basischen Farbstoffe nicht genügend beständig waren. Insbesondere sind Alizarinfarbstoffe verwendbar. *Kn.*

Verfahren zum Fixieren des Farbenschmelzes und gegebenenfalls gleichzeitigen Färben von Schmetterlingen. (Nr. 198 189. Kl. 45l. Vom 17./1. 1907 ab. M. & L. Patzovsky in Wien.)

Patentanspruch: Verfahren zum Fixieren des Farbenschmelzes und gegebenenfalls gleichzeitigen Färben von Schmetterlingen, dadurch gekennzeichnet, daß die in bekannter Weise gespannten Schmetterlinge in eine Benzin-Kautschuklösung, welcher zur Erzielung bestimmter Färbungen Ölfarben zugesetzt werden können, eingetaucht und nach vorsichtiger Herausnahme aus der Lösung getrocknet werden. —

Der Kautschuk bildet eine Hülle um Flügel und Körper der Schmetterlinge, wodurch die zarten Farben unverwischbar gemacht und außerdem die Flügel besser am Körper befestigt werden. Man kann nach dem Überziehen die präparierten Schmetterlinge auch in der verschiedensten Weise bemalen. *Kn.*

W. G. Schaposchnikow und A. A. Ssanin. Zur Kenntnis der chemischen Vorgänge beim Oxydationsätzen. (Schrift. d. Iwanowo-Wosnessensk Abt. d. Kais. Russ. Techn. Ges. 1908, 1—25. Kiew-Iwanowo-Wosnessensk.)

Zur Aufklärung der Rolle, welche Chlorate, Ferri-cyan-kalium und Citronensäure in der Jean-mairischen Oxydationsätze spielen, wurden Versuche der Oxydation einer Indigocarmin- oder Jodkaliumlösung durch Chlorate und Bromate mit verschiedenen Metallsalzen und organischen Säuren unter wechselnden Bedingungen angestellt. Als Resultat ergab sich folgendes: Citronensäure dient nur zum Auflösen des sich sonst abscheidenden Ferrihydroxyds. Ebenso wirken andere organische Säuren und auch Albumin, das beim Buntätzen oft angewandt wird. Als Sauerstoffüberträger sind Eisen- und Vanadiumsalze am wirksamsten; sie sind aber keine Katalysatoren, da die Oxydation der Eisensalzmenge proportional wächst. Doch wirkt weder Kaliumchlorat, noch Chlorsäure allein auf Indigokarmin oxydierend. Umgekehrt, bei Gegenwart von Eisensulfat verläuft die Reaktion zu schnell, so daß dieses Salz nicht zum Ätzen der Färbungen verwendet werden kann. Ferri-cyan-kalium wirkt viel langsamer. Zuerst wird aus Kaliumchlorat und Eisensalz Eisenchlorat gebildet, das alsdann der Hydrolyse unterliegt. Das sich ev. bildende Ferrohydroxyd oxydiert sich an der Luft oder durch Chlorsäure zu Ferrihydroxyd, das von Citronensäure aufgelöst wird. *A. Porai-Koschitz.*

Verfahren zur Darstellung haltbarer, für Bunt- und Weißätz Zwecke geeigneter Hydrosulfitpräparate. (Nr. 197 929. Kl. 12q. Vom 22./5. 1907 ab. Gesellschaft für chemische Industrie in Basel. Zusatz zum Patente 188 837 vom 2./10. 1906¹.)

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch Patent 188 837 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man das dort verwendete Anhydroformaldehydanilin durch Anhydroformaldehydderivate anderer aromatischer Amine ersetzt. —

Die Verwendung anderer Amine als Anilin hat den Vorzug, daß bei der Behandlung des Natriumhydrosulfits mit der Anhydroformaldehydverbindung und Formaldehyd schnell nacheinander Produkte erhalten werden, die ein größeres Reduktionsvermögen und gesteigerte Ätzkraft gegenüber denen aus Anilin besitzen und daher nicht nur zum Buntätzen, sondern auch zum Weißätzen verwendbar sind. Sie sind ebenso haltbar, wie die Produkte nach dem Hauptpatent. *Kn.*

Verfahren zum Ätzen von Indigo mittels Chloraten. (Nr. 198 043. Kl. 8n. Vom 27./6. 1907 ab. Lembach & Schleicher, G. m. b. H. in Biebrich a. Rh.)

Patentanspruch: Verfahren zum Ätzen von Indigo mittels Chloraten, dadurch gekennzeichnet, daß in den Ätzpasten als Säure Glykolsäure bzw. deren Ammoniumsalze Verwendung finden. —

Beim Ätzen von Indigo wurden bisher zwei Stammfarben benutzt, einerseits aus organischen Säuren, andererseits aus Chlorat. Von den organischen Säuren wurden Weinsäure und Citronensäure und zwar in 50%iger Lösung benutzt, die aber leicht auskristallisieren. Die Kryställchen nutzen die Rackel ab, so daß leicht Rackelstreifen entstehen, während dieser Übelstand bei Anwendung von Glykolsäure, ebenfalls in 50%iger Lösung, nicht vorhanden ist. *Kn.*

¹) Diese Z. 21, 128 (1908).

Verfahren zur Befestigung von Metallpulvern und anderen zur Dekoration dienenden Stoffen auf Gewebe, Papier u. dgl. (Nr. 198 463. Kl. 8a. Vom 17./1. 1907 ab. **Henri Schmid** in Mülhausen i. E.)

Patentanspruch: Verfahren zur Befestigung von Metallpulvern und anderen zur Dekoration dienenden Stoffen auf Gewebe, Papier u. dgl. durch Verwendung einer Lösung von mercerisierter oder nicht mercerisierter Cellulose in Kupferoxydammoniak. —

Bisher hat man versucht, die metallischen Pulver mittels Albumin und Casein zu befestigen, die jedoch nur ein ungenügendes Anhaften ergaben. Auch Kautschukfirnis ist verwendet worden, der

indessen durch das vorliegende Verfahren in bezug auf Einfachheit, Billigkeit der Anwendung und Vorzüglichkeit der Resultate übertriften wird. Die anderweitig zum Fixieren von Pigmenten vorgeschlagenen Cellulosepräparate (Patent 175 664) kamen ebenfalls nicht in Frage, weil Nitrocellulose wegen der Flüchtigkeit, Feuergefährlichkeit oder Gesundheitsschädlichkeit ihrer Lösungsmittel ungeeignet war, Viscose wegen des Gehalts an Schwefelalkali Kupferbronzen schwärzen würde und Celluloseacetat ebenfalls unverwendbare Lösungsmittel erforderte. Die Ausführung geschieht, indem man die Bronzepulver usw. mit der Kupferoxydammoniakcelluloselösung zu einer Paste anrührt und mittels dieser druckt. **Kn.**

Wirtschaftlich-gewerblicher Teil.

Frankfurt a. M. Zur Geschäftslage der chemischen Industrie i. J. 1907 bemerkt die Frankf. Zeitung nach dem Jahresbericht der dortigen Handelskammer: Der Geschäftsgang in der chemischen Großindustrie war auch im Jahre 1907 ein außerordentlich lebhafter, und die Nachfrage stieg in einzelnen Produkten sprunghaft, so daß ihr trotz der bereits im Vorjahre vorgesehenen Betriebserweiterungen und Neuanlagen den größten Teil des Jahres hindurch nur mit Mühe und äußerster Anspannung der Betriebe genügt werden konnte. Erst im November trat infolge der Kupferkrise, die besonders auf das amerikanische Geschäft recht ungünstig einwirkte, eine fühlbare Abschwächung ein, doch blieben nichtsdestoweniger die meisten Betriebe voll beschäftigt. Der Absatz der Produkte war entsprechend flott; erhöhte Preise konnten aber trotz der im Vorjahre bereits eingetretenen Erhöhung der Rohstoffpreise und der Löhne nur für wenige Artikel erzielt werden. Die Rohstoffe erfuhren zum größten Teil eine weitere Preissteigerung. Auf das Ertragnis wirkten außerdem ungünstig ein die hohen Kohlenpreise, die nach wie vor heftige Konkurrenz und der trotz aller Opfer infolge der ungünstigen Vertragszölle nicht mehr zu vermeidende Verlust eines wesentlichen Teiles des Exports nach Österreich-Ungarn, Italien und Rußland. Nachteilig und durch vermehrten Absatz nach dem übrigen Auslande und im Inlande nur schwer wett zu machen waren ferner die ungewöhnlich schlechten Schifffahrtsverhältnisse, die zu Anfang des Jahres durch die andauernde Kälte, später durch die Streiks in Hamburg, Antwerpen und Rotterdam und schließlich im Herbst durch die große Trockenheit verursacht waren. Die Preisschwankungen der Roh- und Hilfsstoffe bestanden in der Hauptsache nur in einer Aufwärtsbewegung, als deren Ursache außer der durch die Hochkonjunktur der beiden Vorjahre veranlaßten größeren Nachfrage die Verteuerung der Lebenshaltung und der Löhne gelten darf. Wenn diese Aufwärtsbewegung sich nur zu einem Teile auf die Fabrikate übertrug, so erklärt sich dies aus dem überaus scharfen Wettbewerb. Was im Vorjahre über die Wirkung des Zolltarifs gesagt wurde, gilt fast ebenso für das abgelaufene Jahr. Auch in diesem ist, zumal gerade in der chemischen Industrie der Ge-

schäftsgang bis gegen Ende des Jahres von der bisherigen Spannung nur wenig verlor, die endgültige Wirkung der Zollgesetzgebung von der Konjunktur noch einigermaßen ausgeglichen worden bis auf die bereits erwähnten Exporteinbußen in Österreich-Ungarn, Italien und Rußland, die als endgültig jetzt schon feststehen. Eine weitere Schädigung des Exports droht gerade der chemischen Industrie aus dem neuen englischen Patentgesetze.

Der Geschäftsgang in der Teerfarbenindustrie während des Jahres 1907 ist im allgemeinen als befriedigend zu bezeichnen. Sowohl das Inlandgeschäft wie auch der Export zeigten eine Zunahme. Jedoch trat eine empfindliche Erhöhung der Selbstkosten ein. Für alle Rohmaterialien stiegen die Preise, und die Arbeitslöhne mußten im Einklang mit den verteuerten Lebensverhältnissen erhöht werden. Besonders empfindlich bemerkbar machte sich die erhebliche Steigerung der Kohlenpreise. Diese Erhöhung der Selbstkosten konnte bei den Verkaufspreisen nicht entsprechend zum Ausdruck gebracht werden. Im Gegenteil hat der scharfe Konkurrenzkampf fast überall eine Herabsetzung der Verkaufsnotierungen zur Folge gehabt. Das Bestreben einzelner Fabriken, um jeden Preis einen größeren Umsatz zu erzielen und damit die Herstellungskosten zu verringern, hat sogar dazu geführt, daß ganze Farbstoffgruppen im Markte auf den Gestehungspreis und selbst darunter gesunken sind. Gegen Schluß des Berichtsjahres trat die allgemeine Geldknappheit störend in Erscheinung. Was die Ausfuhr anlangt, so sind die Befürchtungen eingetroffen, die anlässlich der Erhöhung des österreichisch-ungarischen Farbenzolls auf etwa das Zwölfwache des früheren Betrags gehegt wurden. Die deutschen Farbenfabriken hatten einen schweren Kampf zu führen, um ihre dominierende Stellung auf dem österreichischen Markte gegen die einheimische Konkurrenz zu bewahren. Ein schwerer Schlag waren für die deutsche Industrie die am 28./8. 1907 in Kraft getretenen neuen Bestimmungen des englischen Patentgesetzes. Danach werden die zahlreichen Patente, die deutsche Firmen in England besitzen, nichtig, wenn die Verfahren nicht innerhalb eines Jahres fabrikatorisch so ausgeübt werden, daß der Konsum des Landes im wesentlichen gedeckt wird. Infolgedessen