

Elektrochemie.

Zur Herstellung einer Isolirmasse für elektrische Leitungen werden nach A. Gentzsch, J. Goldschmidt und E. v. Scanavi (D.R.P. No. 74 687) Schellack und Colophonium oder ein diesem ähnliches Harz nach dem Entwässern und Erwärmen und gegebenenfalls unter Zusatz von Anthracen oder Phenanthren oder Birken-theeröl und Anilinöl bei einer bis auf etwa 400° steigenden Temperatur im geschlossenen Gefäss verschmolzen.

Zur elektrolytischen Darstellung von Sauerstoff und Halogenen empfiehlt A. Coehn (D.R.P. No. 75 930) die Anwendung einer wasserstoffaufnehmenden, aus Metall bestehenden Kathode, um dieselbe darauf in Primär- oder Secundärbatterien zur Stromerzeugung zu verwenden.

Als Kathode ist ein Metall zu verwenden, welches Wasserstoff stark absorbiert; vorteilhaft sollen negative Accumulatorenplatten sein. Diese absorbieren wie bei der gewöhnlichen Accumulatorenladung den an ihnen auftretenden Wasserstoff bis zu einer Sättigungsgrenze, die sich durch heftiges Emporsteigen freien Wasserstoffes zu erkennen gibt. Die Platte ist dann geeignet, als Elektrode eines Elements zu dienen, dessen Zusammenstellung den jeweiligen Bedürfnissen anzupassen ist. Im Element nach dem Typus des Daniell'schen z. B. vertritt das wasserstoffbeladene Blei das Zink, dem Kupfer in Kupfervitriol, durch ein Diaphragma getrennt, gegenübersteht. Es lässt sich auch leicht ein Element mit einer Flüssigkeit zusammenstellen; dem wasserstoffbeladenen Blei steht Kohle oder Kupfer gegenüber, beide in Schwefelsäure. Die Vermeidung der Polarisation wird bei diesem Element durch beständige Circulation der Schwefelsäure oder auch durch Einblasen von Luft erzielt. Die so hergestellten Elemente können zur weiteren Sauerstoffdarstellung verwendet werden, wobei wieder wasserstoffoccludirende Kathoden zu verwenden sind. Es findet also ein theilweiser Kreisprocess statt, und eine kleine Dynamomaschine dient lediglich dazu, die eingetretenen Kraftverluste auszugleichen.

Elektrolytischer Apparat zur Herstellung von Chlor und Ätznatron. Nach E. Andreoli (D.R.P. No. 75 033) hat die Wanne *A* (Fig. 143 u. 144) nur geringe Tiefe, wodurch neben leichter Herstellung das Einsetzen der Elektroden, sowie die Überwachung und der Arbeitsgang erleichtert werden. An beiden Enden sind durch

Querwände *B* zwei Kammern *C* und *C'* gebildet. In dem Zwischenraum sind durch rechtwinklig auf die Wände *B* stossende durchlässige Längswände *D* Zellen gebildet, in denen z. B., mit Ausnahme der beiden äusseren, immer abwechselnd je zwei Anoden und je zwei Kathoden angeordnet sind, so dass also immer eine positive Zelle *P* mit einer negativen *N* abwechselt. Die Querkammern *CC'* sind je durch eine wagrechte Zwischenwand *E* in zwei über einander liegende Räume bez. *F'* und *G*, *F* und *G'* getheilt, so dass die unteren Räume *FF'* das untere Drittel und die oberen Räume *GG'*

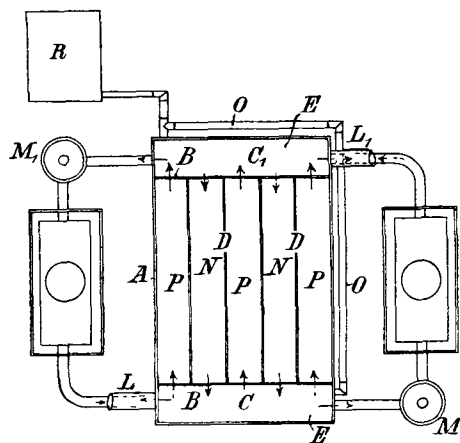


Fig. 143.

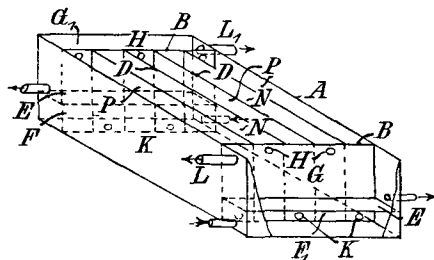


Fig. 144.

die zwei oberen Drittel der Wannentiefe zur Höhe haben. Der linksseitige obere Raum *G'* ist z. B. positiv und der rechtsseitige *G* negativ, der linksseitige untere Raum *F* negativ und der rechtsseitige *F'* positiv. Die den positiven Zellen zufließende oder daraus abströmende Flüssigkeit befindet sich somit in den positiven Räumen, und umgekehrt befindet sich die nach den negativen Zellen strömende bez. aus denselben abfließende Flüssigkeit in den negativen Räumen. Diese Räume dienen zur Speisung der betreffenden Zellen, sowie zum Aufsammeln der entstehenden flüssigen und gasförmigen Producte und zur Unterhaltung der Strömung im Apparat. Hierzu sind die + Zellen mit dem linksseitigen Raum *G'* durch Öffnungen *H* in der Querwand *B* und mit dem rechtsseitigen

Querraum F^1 unten durch Öffnungen K , und ebenso die — Zellen durch Öffnungen K bez. H mit dem linksseitigen unteren bez. rechtsseitigen oberen Raum in offener Verbindung. Die Öffnungen H sollen oben unterhalb des normalen Flüssigkeitsspiegels angeordnet sein und diejenigen K gerade über dem Boden. Die Wanne wird gasdicht durch einen Volldeckel oder mehrere Theildeckel geschlossen. Die rechtsseitige Querkammer G ist mit einem Abfluss L für den in den — Zellen N freiwerdenden Wasserstoff versehen und die linksseitige Querkammer G^1 mit einem Abfluss L^1 für das in den + Zellen P sich entwickelnde Chlor. Jede obere Querkammer ist mit der unteren der entgegengesetzten Seite durch eine Pumpe und Röhren in Verbindung behufs Beförderung der Flüssigkeiten aus den oberen Kammern in die unteren Kammern.

Die zu elektrolysirende Flüssigkeit fließt dem Apparat aus einem Behälter R zu, in welchem sie durch das Verbindungsrohr O in gleicher Höhe mit dem Flüssigkeitsstande in den Querkammern gehalten wird. Letztere sind mit Ablasshähnen versehen.

Gesetzt, der Apparat sei leer. Man lässt aus dem Behälter R durch die Leitung O so viel Flüssigkeit zuströmen, bis diese die Querkammern und die Zellen bis zur gewünschten Höhe gefüllt hat. Dann schaltet man an und setzt die Pumpe M^1 in Gang. Dieselbe saugt die Flüssigkeit aus G^1 an und drückt sie nach F^1 (auf welchem Wege sie abgekühlt und mit Salz angereichert werden kann) von wo sie sich durch K , in den unteren Theil der + Zellen ergießt, aus denen sie dann am entgegengesetzten Ende durch H wieder in die Kammer G^1 übertritt. Das entwickelte Chlor sammelt sich über der Oberfläche des Elektrolyten, wird durch eine mit der Kammer G^1 verbundene Pumpe abgesaugt und zur Darstellung von trockenem Chlorkalk über Kalk oder zur Darstellung von unterchlorigsaurem Salz in Kalkmilch, Natron- oder Sodalösung geleitet. Im negativen Theil des Apparates wird die Strömung nach der entgegengesetzten Richtung bewirkt, mit Absaugung des Wasserstoffes aus der Kammer G (durch L) und Abziehen der Natronlösung aus der Kammer F . Das Chlor und der Wasserstoff werden also im Maasse ihres Freiwerdens beständig aus dem Apparat entfernt. Die Natronlösung wird nur im Bedarfsfalle mit Salz angereichert, die gechlorte Flüssigkeit dagegen wird durch beständige Zufuhr von Salz in ihrer Dichte unverändert gehalten, und die Arbeit vollzieht sich continuirlich im Kreislauf. Die Ausbeute an Chlor und Natron soll fast quantitativ sein.

Zur Desinfection von Gebrauchswässern wird nach K. Salzberger (D.R.P. No. 75 377) das mit Kalkbrei versetzte und abgeklärte Wasser in Behälter a (Fig. 145 u. 146) geleitet. Hier mündet von einem Reductionsventil z eine Rohrleitung z^1 , welche so viel mal abgezweigt ist, als Behälter a vorhanden sind. Diese Abzweigungen liegen in schlangenförmigen Windungen auf den Böden der Behälter a und sind an den Umfängen mit Löchern versehen, durch welche Kohlensäure tritt. Das Einleiten der Kohlensäure dauert so lange, bis doppelkohlensaurer Kalk gebildet wird, worauf vermittels der Rohrleitung b , welche alle Gefässe a unter sich verbindet, dieses

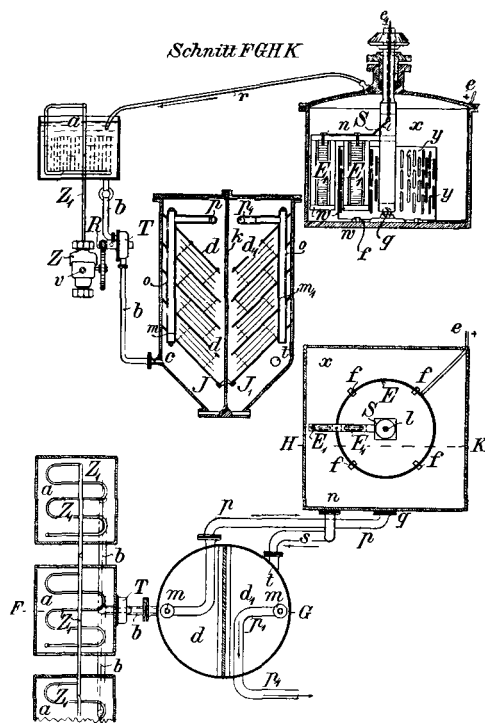


Fig. 145 und 146.

doppelkohlensauren Kalk enthaltende Wasser in den Behälter J geleitet und von da durch das Sammelrohr m , nachdem es die schrägen Flächen d des Behälters J durchflossen hat, aufgenommen und vermittels der Rohrleitung p nach dem Behälter X geführt wird, in welchen es bei q eintritt. Das Wasser fließt durch eine kleine Turbine T , welche dazu dient, die Zuführung der Kohlensäure, der Wassermenge entsprechend, zu regeln. In dem Behälter X wird der im Wasser gelöste, für die Gesundheit schädliche doppelkohlensaure Kalk ausgeschieden. In dem Behälter X befindet sich ein Rührwerk S , zu welchem concentrisch ein Metallmantel E angeordnet ist, welcher durch Füße f am Boden des Gefässes X befestigt ist und der,

auf seinem Umfange vertheilt, eine grosse Anzahl länglicher Schlitzte y hat. Das Rührwerk S trägt an seinem Arm zwei Rahmen w , in welchen zwei jalousieartig geformte Platten E^1 eingesetzt sind. Der Mantel E sowohl, wie die jalousieartigen Platten E^1 bilden Elektroden und sind zweckmässig aus Aluminium und Kohle hergestellt. Die Öffnungen in diesen Elektroden dienen dazu, dem Wasser viele Berührungspunkte mit denselben zu schaffen und sind bei e und e^1 mit den Leitungsdrähten einer Dynamomaschine verbunden. Das Rührwerk S soll im Wasser während des Durchleitens des elektrischen Stromes eine Bewegung hervorrufen, um zu verhindern, dass der sich abscheidende kohlensaure Kalk und die Kohlensäure sich an den Wänden der Elektroden festsetzen und deren Leistungsfähigkeit beeinträchtigen. Das nunmehr mit einfachkohlensaurem Kalk vermengte Wasser tritt nun durch die Öffnung n in der Richtung des Pfeiles durch die Rohrleitung s bei t in den Behälter J^1 . Hierselbst muss es die schrägen Platten d^1 durchfliessen, um nach erfolgter vollständiger Klärung durch die Öffnungen O^1 in das Sammelrohr m^1 zu gelangen, von wo aus es in der Pfeilrichtung durch die Rohrleitung p^1 der Verbrauchsstelle, zum Genusse fertig, zugeführt wird. Das dünne Rohr r , welches vom Behälter X nach den Behältern a führt, soll dazu dienen, die entweichende Kohlensäure dem Kalkwasser wieder zuzuführen, damit sie nochmals Verwendung findet.

Unorganische Stoffe.

Schiesspulver. A. Schindler (D.R.P. No. 76131) empfiehlt ein aus 12 Th. Kaliumchlorat, 3 Th. Zucker und 5 Th. Anthracit bestehendes Pulver, welches in bekannter Weise durch Zusammenmischen der Bestandtheile mit Wasser und Körnen des erhaltenen Teiges erhalten wird und ein sehr wirksames Schiesspulver darstellen soll.

Antimonfluorür-Alkalisulfat. Nach Th. Mayer (D.R.P. No. 76168) rührt man die reichlich 1 Mol. entsprechende Menge Antimonoxyd mit Wasser an, fügt 33proc. Salzsäure und rauchende Flusssäure so lange hinzu, bis sich das Oxyd gelöst hat und eine Probe der Lösung beim Verdünnen mit Wasser klar bleibt und rührt dann in die erwärmte Lösung die 1 Mol entsprechende Menge des Alkalisulfats ein. Beim Erkalten der Lösung krystallisiren die betreffenden Doppelsalze aus. Das Kaliumsulfat-Doppelantimonfluorür, $2 \text{ Sb F}_3 \cdot \text{K}_2 \text{ SO}_4$,

wird z. B. erhalten aus 100 Th. Antimonoxyd, 60 bis 80 Th. Wasser, 15 Th. 33proc. Salzsäure, so viel starker Flusssäure, dass alles Oxyd gelöst ist, und 58 Th. Kaliumsulfat und scheidet sich in glänzenden Krystallen aus. In Wasser ist es leicht löslich; es enthält 54,8 Proc. Antimonoxyd. Das Ammoniumsulfat-Doppelantimonfluorür, $2 \text{ Sb F}_3 \cdot \text{Am}_2 \text{ SO}_4$, krystallisirt in alaubähnlichen Octaëdern. Es ist gleichfalls in Wasser sehr leicht löslich; es enthält 59,5 Proc. Antimonoxyd.

Bei Herstellung von Bleiweiss wollen R. Matthews und J. Noad (D.R.P. No. 76236) Glycerin zusetzen. Auf 20 Th. der Bleioxymilch wird 1 Th. Glycerin und 1 Th. Essigsäure von 1,04 spec. G. genommen. Die Mischung wird in lebhafter Bewegung erhalten, und wenn ein Verdicken derselben eintritt, wird Wasser in geringer Menge zugesetzt, bis die Masse Breiform annimmt. Nun wird die Masse 24 bis 48 Stunden lang stehen gelassen, nachdem man ausreichend Wasser zugesetzt hat, um sie leicht durchrühren zu können. Hierauf lässt man die Flüssigkeit mit den darin aufgeschwemmten Bestandtheilen ablaufen oder abschöpfen, während als Bodensatz zurückbleibendes metallisches Blei oder nicht umgewandeltes Oxyd nach der Mühle zurückgeführt wird, welche das Vermahlen für die Herstellung der Emulsion besorgt. Die abgelaufene Flüssigkeit wird mit so viel Kohlensäure behandelt, dass sich basisches Bleicarbonat bildet. Dabei muss ein Überschuss an Gas vermieden werden, weil sonst normales Bleicarbonat gebildet wird, welches weniger Deckkraft besitzt. Das basische Bleicarbonat wird aus der Flüssigkeit entfernt, gewaschen, getrocknet und für die Anwendung gemahlen oder gerieben. Die abgeschiedene Flüssigkeit wird wieder zum Vermahlen des Rohstoffes zur Bildung der Emulsion benutzt.

Organische Verbindungen.

Pyrazine erhält S. Gabriel (D.R.P. No. 76086) durch Oxydation der Amidoketone unter Anwendung von Mitteln, wie Quecksilbersalze, Ferricyankalium, Kupfersalze, Wasserstoffsperoxyd, Permanganate u. dgl.

Eine Verbindung von Chloralhydrat mit Coffein (Chloralcoffein) erhält die Chemische Fabrik auf Actien vorm. Schering (D.R.P. No. 75847) durch Zusammenbringen von Chloralhydrat und Coffein

in wässeriger oder alkoholischer Lösung, wobei man statt Chloralhydrat auch Chloral verwenden kann.

Zur Darstellung von Diacet-p-phenetimid soll man nach A. Bistrzycki und F. Ulfers (D.R.P. No. 75 611) Phenacetin oder p-Phenetidin mit acetylirenden Mitteln bei höherer Temperatur behandeln und die so gebildeten Reaktionsgemische einer geeigneten Behandlung mit Benzol und Ligroin bez. ähnlichen Lösungsmitteln unterwerfen.

Zur Darstellung einer borsäurehaltigen Gerbsäureverbindung soll man nach B. Finkelstein (D.R.P. No. 76 132) einen alkoholischen Gerbsäureauszug mit so viel fester Borsäure versetzen, dass etwas mehr als 1 Mol. derselben auf je 1 Mol. der vorhandenen Gerbsäure kommt. Nach erfolgter Auflösung der Borsäure wird der gelinde erwärmten Flüssigkeit so lange eine alkoholische Lösung von Natrium- oder Kaliumacetat oder einem anderen alkohol-löslichen Alkalisalz zugefügt, als ein Niederschlag entsteht. Wegen der leichten Löslichkeit des Bortannins in Wasser ist es vorthellhaft, das zur Verwendung kommende Alkalisalz vorher möglichst zu entwässern. Der Niederschlag wird von der Flüssigkeit befreit, nach Bedürfniss mit Alkohol gewaschen und bei gelinder Wärme vorsichtig getrocknet. Aus dem Bortannin erhält man freie Gerbsäure, wenn man die mit einer Mineralsäure angesäuerte wässerige Lösung mit Äther auszieht und den ätherischen Gerbsäureextract verdunstet, oder indem man das Bortannin in Alkohol vertheilt, eine dem vorhandenen Alkali äquivalente Menge einer Mineralsäure zusetzt, von dem sich ausscheidenden Salze abfiltrirt und die klare, in diesem Falle aber Borsäure enthaltende Gerbsäurelösung zur Trockene eindampft.

Monomethylanilin, Monomethyltoluidine und symmetrisches Methylphenylhydrazin erhält man nach J. R. Geigy & Co. (D.R.P. No. 75 854) durch Reduction der bei Gegenwart von Alkali entstehenden öligen Condensationsproducte von Anilin, Orthotoluidin, Paratoluidin und Phenylhydrazin mit Formaldehyd (Lösungen von sog. Anhydroformaldehydbasen in den zugehörigen aromatischen Aminen).

Salicylmetaphosphorsäure erhält man nach P. Schulze (D.R.P. No. 75 830) durch Einwirkung von Phosphorpentoxyd auf Salicylsäure bei niederer Temperatur.

Methylenbivanilin erhält man nach Périgne, Lesault & Co. (D.R.P. No. 76 061) durch Oxydation von Methylenbisoeugenol.

Löslichmachen von Phenolen und Kohlenwasserstoffen. Nach O. Helmers (D.R.P. No. 76 133) erhält man durch Einwirkung von Schwefelsäure auf manche Mineralöle, Harzöle und andere Kohlenwasserstoffe sulfidartig gebundenen Schwefel enthaltende Stoffe von der Art der Sulfosäuren des Ichthyols, Thiols, der Thiolinsäure und dergl., die an sich oder in Gestalt ihrer Salze in Wasser löslich sind. Die in Alkohol löslichen Bestandtheile nennt Helmers „Anytine“, die damit wasserlöslich gemachten Stoffe „Anytole“. Von den Verbindungen, die sich bei Gegenwart der Anytine reichlich in Wasser lösen, sind vor Allem die Phenole zu nennen. Eine Mischung zu gleichen Theilen von Kresol und einem Anytin, das aus einem schwefelreichen Mineralöl dargestellt war, löste sich völlig klar bei beliebiger Verdünnung mit Wasser. Ähnlich wie Kresol verhalten sich auch Guajakol, Kreosol, Thymol u. s. w., sowie Gemische derselben unter einander und mit höher siedenden Phenolen. Ferner werden in wässrige Lösung durch Anytine übergeführt manche Kohlenwasserstoffe, wie Benzol und seine Homologen, Terpene und einige Mineralöle, dann ätherische Öle und Kampherarten; auch die in Wasser lösliche Menge von Körpern, mit einem ganz anderen chemischen Charakter, wie Jod, Nitrobenzol, Anilin, wird durch die Gegenwart der Anytine bedeutend gesteigert.

Sulfonsäure und sulfonartige Verbindungen. Nach O. Helmers (D.R.P. No. 76 128) geschieht die Abscheidung der anorganischen Salze aus dem neutralisirten, durch Einwirkung von Schwefelsäure auf Mineralöle und ähnliche Kohlenwasserstoffe erhaltenen Gemisch von Substanzen, welche sulfidartig gebundenen Schwefel enthalten, durch Extrahiren der sulfonirten Producte mit Alkohol (Äthyl- oder anderen Alkoholen) und Chloroform, Alkohol und Benzol oder Alkohol und einem ähnlichen Lösungsmittel. Nachdem z. B. das Reactionsproduct von Schwefelsäure auf das Seefelder Mineralöl (Ichthyol) durch Absetzen bez. durch Aus-salzen möglichst von der überflüssigen Schwefelsäure und durch Extrahiren mit Petroleumäther von den nicht sulfonirten Kohlenwasserstoffen getrennt ist, wird dasselbe mit Soda, Ammoniak o. dergl. neutralisirt, zur Trockene eingedampft und alsdann mit möglichst starkem Alkohol wieder-

holt behandelt; die Extraction kann durch Erwärmen unterstützt werden. In der Praxis genügt meistens die doppelte Menge Alkohol, bezogen auf das angewendete Gewicht Ichthyol. Die organischen Bestandtheile des nach Extraction mit Alkohol verbleibenden Rückstandes sind dann im Wasser gänzlich unlöslich und lassen sich daher von denselben die Absättigungssalze durch Auswaschen mit Wasser entfernen. Statt dieses etwas zeitraubenden Verfahrens kann der Rückstand auch mit Benzol, Chloroform, Äther, Schwefelkohlenstoff u. s. w. ausgezogen werden. Es werden hierdurch die neutralen sulfonartigen Verbindungen gelöst, während die anorganischen Salze ungelöst zurückbleiben.

Zur Reindarstellung der sulfonsauren Salze wird aus der alkoholischen Lösung der Alkohol abdestillirt. Der hinterbleibende braune Körper enthält noch geringe Mengen der sulfonartigen Verbindungen, die durch Extraction mit Benzol, Äther, Chloroform, Schwefelkohlenstoff und dergleichen zu entfernen sind. Völlig trocken bilden die Salze eine pulverisirbare, stark hygroskopische Masse von bitterem Geschmack und schwachem Geruch. Die neutralen sulfonartigen Verbindungen stellen eine grünschwarze geruchlose Masse dar, die leicht in ein feines Pulver zu verwandeln ist. Dasselbe ist leicht löslich in Chloroform und Benzol, schwerer in Äther, fast unlöslich in Alkohol. In reinem Wasser löst es sich nicht, doch bewirkt die Gegenwart des ersten Productes, der sulfonsauren Alkalisalze, namentlich beim Erwärmen, ihre Lösung.

Zur Darstellung des 1-Phenyl-2,3-dimethyl-4-oxy-5-pyrazolons (Antipyrin-Phenols) soll man nach L. Knorr und R. Pschorr (D.R.P. No. 75 975) 4-Bromantipyrin oder 4-Jodantipyrin der Einwirkung kaustischer Alkalien unterwerfen.

1 k Bromantipyrin wird z. B. mit 25 k 16 proc. Kalilauge in einem kupfernen Gefäß so lange unter lebhaftem Umrühren gekocht, bis das als Öl suspendirte Bromantipyrin verschwunden ist. Aus der resultirenden alkalischen Lösung des 4-Oxyantipyrins wird dieses durch genaues Neutralisiren abgeschieden und durch Krystallisation aus heissem Wasser oder heissem Toluol gereinigt. Das 4-Oxyantipyrin soll zu medicinischen Zwecken Verwendung finden.

Farbstoffe.

Primäre Disazofarbstoffe erhält die Badische Anilin- und Sodafabrik

(D.R.P. No. 76 118) mit m-Phenylendiamindisulfosäure.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen mit m-Phenylendiamindisulfosäure, darin bestehend, dass man 1 Mol. dieser Säure, anstatt dasselbe nach Maassgabe des Hauptp. (73 369) mit 1 Mol. einer Diazoverbindung zu vereinigen, hier mit zwei gleichen oder verschiedenen Moleculen von Diazoverbindungen combinirt.

2. Die Ausführungsformen des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, welche darin bestehen, dass 1 Mol. m-Phenylendiamindisulfosäure einerseits mit 1 Mol. der Diazoverbindung eines Amins, wie Anilin, o-Toluidin, p-Toluidin, m-Xylin, α -Naphthylamin, β -Naphthylamin, oder einer Aminsulfosäure, wie Sulfanilsäure, Metanilsäure, Naphtionsäure, β -Naphthylaminsulfosäure $\beta_1\alpha_1$, β -Naphthylaminsulfosäure β_2 , β_3 oder β -Naphthylaminsulfosäure $\beta_1\alpha_3$ und andererseits mit 1 Mol. der Diazoverbindung des Primulins combinirt wird.

Amidonaphtolsulfosäure von L. Cassella & Co. (D.R.P. No. 75 710).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung der $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- β_1 -sulfosäure aus der α_1 -Naphthylamin- $\beta_1\alpha_2\alpha_4$ -trisulfosäure, die durch Sulfiren der α_1 -Naphthylamin- $\alpha_2\alpha_4$ -disulfosäure erhalten wird, darin bestehend, dass jene Trisulfosäure durch Erhitzen mit Mineralsäuren über 100° in α_1 -Naphthylamin- $\beta_1\alpha_4$ -disulfosäure übergeführt und letztere mit Ätzalkalien bei 170 bis 220° verschmolzen wird.

2. Verfahren zur Darstellung der $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- β_1 -sulfosäure aus der α_1 -Naphthylamin- $\beta_1\alpha_2\alpha_4$ -trisulfosäure, darin bestehend, dass diese zuerst durch Schmelzen mit Ätzkali in $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- $\beta_1\alpha_3$ -disulfosäure verwandelt und dann durch Erhitzen mit Mineralsäure über 100° die α_2 -Sulfogruppe abgespalten wird.

Schwefelhaltige Basen des Thiochromogens der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 75 674).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung einer in verdünnter Salzsäure und in Aceton löslichen schwefelhaltigen Basis der Gruppe des Thiochromogens, darin bestehend, dass man p-Amidobenzylanilin bei etwa 170 bis 180° mit Schwefel erhitzt.

2. Verfahren zur Darstellung einer in verdünnter Salzsäure und in Aceton unlöslichen Basis, darin bestehend, dass man die nach dem durch Anspruch 1 geschützten Verfahren dargestellte Basis über 200° erhitzt.

Azofarbstoffe aus Dioxynaphtalindisulfosäure derselben Farbwerke (D.R.P. 75 738).

Patentanspruch: Neuerungen in dem Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen aus $\alpha_1\alpha_4$ -Dioxynaphtalin- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure, darin bestehend, dass man an Stelle der im Hauptp. (69 095) genannten Diazoverbindungen die Diazoverbin-

dungen nachbenannter Basen mit dieser Saure combinirt

$\alpha_1\alpha_3$ -Nitronaphtylamin,
 $\alpha_1\alpha_2$ -Nitronaphtylamin,
Nitronaphtionsaure,
Nitronaphtalidinsulfosaure
Nitro- β -naphtylamin- α -sulfosaure,
Nitro- β -naphtylamin- β -sulfosaure,
Nitro- β -naphtylamin- γ -sulfosaure,
Nitro- β -naphtylamin- δ -sulfosaure,

die letztgenannten vier Sauren erhalten entweder directes Nitriren der freien Sauren oder ihrer Acetyl-derivate

Benzoyl- α -Naphtylendiamin,
Acetyl-p-Phenylendiamin,
p-Amidodimethylamin,
Benzidinsulfon,
Diamidodiphenylmethan,
m-Amidotetraathyl-diamidotriphenylmethan,
m-Amidotetramethyl-diamidotriphenylmethan,
p-Amidophenol,
o-Amidophenol p-sulfosaure

$\text{OH SO}_3\text{H} \cdot \text{NH} = 1 \cdot 4 \cdot 2,$

m-Amidophenol-p-sulfosaure $= 1 \cdot 4 \cdot 3,$
o-Amido-o-kresolsulfosaure,
m-Amido-o-kresolsulfosaure,
m-Amido-p-kresolsulfosaure,
Amidonaphtalidinsulfosaure des Patentes No. 53023,

Naphtylamintrisulfosaure, welche man durch Nitriren und Reduciren der Naphtalintrisulfosaure des Patentes No. 39281 erhalt,

p-Amidodinitrodiphenylamin, welches man durch Einwirkung von Dinitrochlorbenzol auf p-Phenylendiamin erhalt (Nietzki)

Beizenfärbender Triphenylmethanfarbstoff derselben Farbwerke (D.R.P. No. 75803)

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung eines rothen, beizenfärbenden Triphenylmethanfarbstoffs, darin bestehend, dass p-Nitrobenzaldehyd mit Salicylsäure in Gegenwart eines Ueberschusses von Schwefelsäure condensirt wird.

Braune Baumwollfarbstoffe der Gesellschaft für chemische Industrie (D.R.P. No. 76127).

Patentanspruch: Aenderung des durch Pat. 46804 geschützten Verfahrens zur Darstellung brauner Baumwollfarbstoffe, darin bestehend, dass die m- und p-Diazobenzoesäure an Stelle der m- und p-Diazobenzolsulfosaure mit Bismarckbraun J und R vereinigt und die erhaltenen Producte in ihre wasserlöslichen Kal- oder Natronsalze übergeführt werden

Trisulfosäuren alkylirter Triphenylpararosanilinfarbstoffe von J. R. Geigy & Cp. (D.R.P. No. 76072).

Patentanspruch. Neuerung in dem Verfahren des Pat. 73092, bestehend in theilweisem oder vollständigem Ersatz der dort zur Verwendung kommenden Diphenylammonosulfosaure durch Methyl oder Benzyl-diphenylammonosulfosaure.

Blauer Farbstoff aus Tetraphenyltetraamidodiphenylmethan von Dahl & Cp. (D.R.P. No. 75806).

Patentanspruch. Verfahren zur Darstellung eines blauen Farbstoffs durch Erhitzen von 1 Mol. Tetraphenyltetraamidodiphenylmethan mit 3 Mol. salzsaurem Nitro-odimethylamin, am besten in alkoholischer Suspension oder Lösung.

Diphenylnaphtylmethanfarbstoffe der Farbenfabriken vorm Fr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 76073).

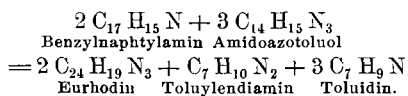
Patentansprüche

1. Verfahren zur Darstellung von alkalischen Diphenylnaphtylmethanfarbstoff-sulfosauren, darin bestehend, dass man α -Naphtylaminsulfosauren, welche dadurch charakterisirt sind, dass eine Sulfogruppe in Orthostellung zur Amidogruppe steht, mit alkylirten Amidobenzhydrolen condensirt und die so erhaltenen Leukoverbindungen oxydirt
2. Die Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens unter Anwendung der α_1 -Naphtylamin- β_4 -sulfosaure (Patentschrift No. 56563) und des Tetramethyl- bez. Tetraathyldiamidobenzhydrols
3. Die Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens unter Anwendung der α_1 -Naphtylamin- $\beta_1\beta_4$ -disulfosaure (Patentschrift No. 62634) und Tetramethyl- bez. Tetraathyldiamidobenzhydrols.
4. Die Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens unter Anwendung der α_1 -Naphtylamin- $\beta_1\alpha_2\beta_4$ -trisulfosaure (Patentschrift No. 22545) und Tetramethyl- bez. Tetraathyldiamidobenzhydrols.

Blauer basischer Farbstoff von Leonhardt & Cp. (D.R.P. No. 75753).

Patentanspruch: Aenderung des durch Anspruch 2 des Pat. 45268 geschützten Verfahrens zur Darstellung eines blauen Farbstoffs, indem an Stelle der Salze des Mononitrosodiathyl-m-amidophenols die des Mononitrosodimethyl-m-amidokresols mit α -Naphtylamin bei Gegenwart eines indifferenten Verdünnungsmittels erwärmt werden und der gebildete Farbstoff durch Krystallisirenlassen und Abfiltriren abgeschieden wird.

Zur Darstellung eines am Stickstoff alkylirten Eurhodins dient nach O. N. Witt (D.R.P. No. 75911) das von Frote und Tommasi beschriebene, bei 66 bis 67° schmelzende Monobenzylnaphtylamin. Erhitzt man dieses mit dem von Nölting und Witt entdeckten Amidoazo-p-toluol, so wird es, ebenso wie dies seiner Zeit für das α -Naphtylamin nachgewiesen wurde, in das zugehörige Eurhodin verwandelt. Aber während diese Reaction beim Naphtylamin wenig glatt verläuft, vollzieht sie sich bei dem Benzyl-derivat mit quantitativer Ausbeute nach der Formel:



Das entstandene Eurhodin bildet eigelbe, in den meisten Lösungsmitteln schwer lösliche Krystalle. Mit Mineralsäuren geht es unlösliche, prachtvoll krystallisierende Verbindungen von tieferer Farbe ein. Als Farbstoff hat dieses Eurhodin keinen Werth. Es wird aber in prächtige basische, saffraninartige Farbstoffe von gelbrother Nüance verwandelt, wenn man es unter Benutzung des in Pat. 66361 angegebenen Verfahrens mit Alkylhaloiden in geschlossenen Gefässen auf 120° erhitzt.

Patentanspruch: Die Herstellung eines rothen, basischen Farbstoffes aus Benzyl- α -naphtylamin durch Behandlung desselben mit salzsaurem Amidooztoluol und Erhitzen des zunächst als Zwischenproduct entstandenen Benzyleurhodins mit Alkylhaloiden und Holzgeist auf 120° unter Benutzung des im Patente No. 66361 angegebenen Verfahrens.

Sulfosäure des am Azinstickstoff alkylirten Indulins nach Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 75929). Beim Verschmelzen des Eurhodins $\text{C}_{16} \text{H}_{11} \text{N}_3$ oder des Eurhodols $\text{C}_{16} \text{H}_{10} \text{N}_2 \text{O}$ mit Anilin und Anilinsalz entsteht ein Phenyleurhodin, welches beim Behandeln mit Jodmethyl nach den im Pat. 66361 angegebenen Methoden ein am Azinstickstoff alkylirtes Indulin von der Zusammensetzung $\text{C}_{23} \text{H}_{17} \text{N}_3$ liefert. Beim Behandeln dieses Indulins mit concentrirter Schwefelsäure in gleicher Weise, wie dies für das Indulin $\text{C}_{24} \text{H}_{19} \text{N}_3$ angegeben ist, entsteht eine in Wasser schwer lösliche Sulfosäure des genannten Indulins, welche als Metamonosulfosäure bezeichnet wird. Dieselbe dient als Ausgangsmaterial für die Darstellung wasserlöslicher, zum Färben von Wolle geeigneter Sulfosäuren.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung der in Wasser schwer löslichen Metamonosulfosäure des Indulins $\text{C}_{23} \text{H}_{17} \text{N}_3$, darin bestehend, dass man in dem durch Pat. 66361, Anspr. 2 geschützten Verfahren das Indulin $\text{C}_{24} \text{H}_{19} \text{N}_3$ oder dessen Chlorhydrat durch das Indulin $\text{C}_{23} \text{H}_{17} \text{N}_3$ oder dessen Chlorhydrat ersetzt.

Patentanmeldungen.

Klasse:

(R. A. 14. Juni 1894.)

12. D. 5401 u. 5667. Darstellung einer Sulfosäure des β -Dinaphtyl-m-phenyldiamins. — Dahl & Co. in Barmen. 17. Oct. 1892 u. 20. März 1893.
- E. 4026. Herstellung von methylirten Basen. — W. Eschweiler in Hannover. 16. Dec. 1893.
- F. 7351. Darstellung von p-Amidodiphenylaminsulfosäure aus p-Nitrosodiphenylamin. — J. Frankel und K. Spiro in Berlin. 7. Febr. 1894.
- G. 7688. Darstellung von m-Amido- α - β -dioxychinoxalin. — A. Gallinek in Berlin N.W. 6. Sept. 1892.
- L. 8551. Darstellung von Azoxyverbindungen der aromatischen Reihe. — H. Loesner in Leipzig. 14. Dec. 1893.

12. P. 6248. Abzugsvorrichtung für Verticalfilter. — A. A. Pindstoffe in Kopenhagen. 7. April 1893.
22. F. 6597. Darstellung rother, violetter his blauer Azofarbstoffe aus $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidouaphtol- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure. (Z. z. P. No. 62368.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 21. Febr. 1893.
- L. 8171. Darstellung blavioletter basischer Farbstoffe. — A. Leonhardt & Co. in Mühlheim a. Main. 19. Juni 1893.
- M. 9627. Befestigung von Kaliwasserglas-Anstrichen auf Kalkmörtelflächen. — E. Meyer in Berlin N.W. 13. März 1893.
- O. 2034. Darstellung von α -Naphtoltrisulfosäure aus α -Chlor- α_1 -Chlornaphtalin- $\alpha_2 \beta_1 \beta_2$ -trisulfosäure. (Z. z. P. No. 74744.) — K. Oehler in Offenbach a. M. 27. Nov. 1893.
40. H. 11506. Ferrosilicium-Anode. (Z. z. P. No. 68748.) — C. Hopfner in Frankfurt a. M. 21. Sept. 1891.

(R. A. 18. Juni 1894.)

12. B. 15933. Darstellung von o-Nitrophenolsulfosäure, sowie deren Methyl- und Äthyläther. — O. Borgmann in Frankfurt a. O. 27. März 1894.
- F. 7152. Darstellung von Anthrarufin- und Chrysazin methyläther. (Z. z. P. No. 75054.) — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 11. Nov. 1893.
- H. 14508. Reinigung von rohem Toluolsulfonamid. — F. von Heyden Nachf. in Radebeul. 20. März 1894.
- H. 14532. Darstellung von Rhodanzinkdoppelsalzen der Cocaalkaloide. — R. Henriques in Berlin S.W. 28. März 1894.
- H. 14683. Kohlensäure-Abtreib-Apparat. — R. Hess in Berlin. 5. Mai 1894.
- Sch. 9660. Darstellung eines Ammonium-Antimon-Fluorürs $3 \text{SbF}_3, \text{NH}_4 \text{Fl}$. — Schill & Seilacher in Stuttgart. 17. April 1894.
22. B. 11876. Darstellung eines Monoazofarbstoffes aus $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalindisulfosäure R. — Badische Anilin- und Soda Fabrik in Ludwigshafen a. Rh. 15. April 1891.
- B. 15868. Darstellung eines Monoazofarbstoffes aus $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalindisulfosäure R. — Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh. 15. April 1891.
- D. 5959. Darstellung blauer Farbstoffe der Gallocyanin-gruppe. — L. Durand, Huguenin & Cie. in Hünningen i. E. 5. Oct. 1893.
- F. 6706. Darstellung von Oxazinfarbstoffen. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 30. März 1893.

(R. A. 21. Juni 1894.)

12. B. 15635. Darstellung von $\alpha_1 \beta_2$ -Dioxy- β_1 -naphtol- α_2 -sulfosäure. — Basler chemische Fabrik Bindschedler in Basel. 17. Januar 1894.
- B. 16038. Darstellung einer Monosulfosäure des $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidonaphtols. (Z. z. P. 62269.) — Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh. 18. April 1894.
- F. 6983. Darstellung von zweifach substituirten m-Naphtylendiaminsulfosäuren. (Z. z. P. No. 75296.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld. 11. August 1893.
18. H. 14413. Ofen zum Frischen von Roheisen. (Z. z. P. 62879.) — H. Hofer in Hagen i. W. 24. Februar 1894.
22. G. 7581. Darstellung blauer Farbstoffe der Triphenylmethanreihe. (Z. z. P. 73092.) — J. R. Geigy & Co. in Basel. 14. Juli 1892.
75. D. 6322. Füllkörper für Condensationsthürme. — M. J. Devaureix in St. Denis. 11. Mai 1894.

(R. A. 25. Juni 1894.)

12. C. 4775. Herstellung einer polymeren krystallisirten Base aus Amidoacetaldehyd. — Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering in Berlin N. 16. Oct. 1893.
- R. 7710. Condensation von p-Phenetidin und p-Anisidin mit Salicylaldehyd. — I. Roos in Frankfurt a. M. 15. Dec. 1892.
- T. 4010. Darstellung von p-Anisol- bez. p-Phenetolharbstoff. — E. Täuber in Berlin N. 18. Januar 1894.
22. F. 7485. Darstellung eines grün bis schwarz färbenden Beizenfarbstoffs der Anthracenreihe — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M. 9. April 1894.
23. P. 6615. Flammrohrkessel zum Destilliren von Petroleum. — J. Popelka in Budapest. 18. Dec. 1893.
40. V. 1950. Apparat zur Röstung von Grus oder Klein. — Ch. Vattier in Paris. 11. Febr. 1893.