

blausäurefreien Kirschsaft giebt, noch lange nicht eine Garantie für Reinheit des Himbeersaftes bietet; jedoch sei beim Eintritt der grünen Alkali-Reaktion eine Beimischung von Kirschsaft stark zu vermuten.

T.

**J. Walther. Carvonbestimmung in ätherischen Oelen.** (Pharm. Centralh. 41, 613.)

2 bis 5 g Carvon oder carvonhaltigen Öls werden in ein weithalsiges Kölbchen gebracht und etwa 10 g einer frisch bereiteten wässrigen Lösung von salzsaurem Hydroxylamin (2:3) hinzugefügt. Nach Zusatz von 25 ccm aldehydfreiem Alkohol und 2 g saurem kohlensaurem Natron wird das Kölbchen mit einem Rückflusskühler versehen und eine halbe Stunde in gelindem Sieden erhalten. Nach Abkühlung fügt man etwa 6 ccm Salzsäure hinzu, bringt die Lösung unter gutem Nachspülen und Umschütteln in einen Halbliterkolben und ist das zur Oximbildung nicht verbrauchte Hydroxylamin im aliquoten Theil der Gesamtlösung auf die früher vom Verf. angegebene Weise zu bestimmen.

T.

**A. Jolles. Kleine Beiträge zur Methodik der Harnuntersuchung.** (Z. anal. Chem. 39, 137.)

I. Über die quantitative Bestimmung des Harnstoffs im Harn. Der Verf. hat die von Freund und Töpfer (Wiener klin. Rundschau 1899, S. 371) und die von Pflüger (Z. anal. Chem. 25, 599) empfohlenen Methoden einer Nachprüfung unterzogen und sie genügend genau gefunden. Nach Freund und Töpfer werden 5 ccm Harn unter Zusatz der gleichen Menge 95-proc. Alkohols auf dem Wasserbade zur Trockene verdampft. Man extrahiert den Rückstand mit absolutem Alkohol, verdampft den alkoholischen Extract bis fast zur Trockene und versetzt ihn mit ca. 70 ccm gesättigter ätherischer Oxalsäurelösung. Nach einiger Zeit filtriert man den ausgeschiedenen oxalsäuren Harnstoff ab und wäscht ihn mit ca. 60—80 ccm Äther aus. In dem ausgewaschenen Niederschlage bestimmt man durch Titration mit Normallauge einerseits die an Harnstoff gebundene Oxalsäuremenge und dann nach Kjeldahl den Stickstoffgehalt. Beide Zahlen, auf Harnstoff umgerechnet, liefern ziemlich gut übereinstimmende Daten. Jolles hat diese Methode

dahin modifiziert, dass er die Stickstoffbestimmung im Azotometer mit Bromlauge ausführt. Diese Bestimmung lässt sich bedeutend rascher ausführen als die Kjeldahl'sche Stickstoffanalyse. Außerdem hat der Verf. eine Tabelle ausgearbeitet, aus welcher sich die 1 ccm Stickstoff, bei verschiedener Temperatur und Barometerdruck ablesen, entsprechenden Mengen Harnstoff entnehmen lassen.

Bei der Pflüger'schen Methode hat der Verf. constatirt, dass eine vollständige Fällung der mit Phosphorwolframsäure fällbaren Substanzen bereits in 4 Stunden anstatt der vorgeschlagenen 24 erfolgt. Die Bestimmung führt Jolles in folgender Weise aus:

10 ccm Harn werden in einem 100 ccm-Kölbchen mit 30 ccm Wasser und der nötigen Menge salzsäurehaltiger Phosphorwolframsäure versetzt (100 ccm Salzsäure von 1,124 spec. Gewicht + 900 ccm Phosphorwolframsäure 1:10). Man erwärmt auf dem Wasserbade ca.  $\frac{1}{4}$  Stunde lang, lässt 4 Stunden bei gewöhnlicher Temperatur stehen und füllt mit destillirtem Wasser bis zur Marke auf. Man filtrirt durch ein trockenes Filter von schwedischem Papier und bestimmt in 25 ccm Filtrat = 2,5 ccm Harn den Stickstoffgehalt. Auch hier wendet der Verf. anstatt der Kjeldahl-Methode die Bestimmung im Azotometer an.

II. Über den Nachweis von Albumin im Harn. Nach dem Verf. eignet sich ein Reagens von folgender Zusammensetzung:

Hydrargyrum bichloratum	
corrosivum	10,0
Acidum succinicum	20,0
Natrium chloratum	20,0
Aqua destillata	500,0

vorzüglich zum Nachweis des Albumins. Dieser ist schärfer als derjenige mit Ferrocyanalium und auch als die Spiegler'sche Probe. 4—5 ccm filtrirten Harn versetzt man mit 1 ccm 30 proc. Essigsäure, fügt 4 ccm des obigen Reagens hinzu und schüttelt gut um. In gleicher Weise macht man in einem zweiten Reagensglase eine zweite Probe, indem man statt der 4 ccm Reagens 4 ccm destillirtes Wasser anwendet. Der Vergleich beider Proben gestattet mit Sicherheit den Nachweis von Eiweißspuren.

-br-.

## Patentbericht.

### Klasse 12: Chemische Verfahren und Apparate.

Colonnenapparat zur continuirlichen Destillation. (No. 115 921; Zusatz zum Patente 99 379 vom 22. December 1896. Dr. Heinrich Hirzel in Leipzig-Plagwitz.)

Bei dem durch Patent 99 379 geschützten Verfahren zum Abtreiben von Rohbenzol aus Waschöl und den durch die Zusatz-Patente 112 451 und 109 915<sup>1)</sup> bekannt gewordenen Verfahren zur Destillation von Theer, Erdöl etc. wurden diese

Flüssigkeiten in Destillations-Colonnen mit einzeln mittels besonderer über den Böden liegender Dampfschlangen heizbaren Colonnenbecken behandelt. Die den Gegenstand vorliegender Erfindung bildende neue Heizvorrichtung des Colonnenapparates unterscheidet sich von dem im Haupt-Patent beschriebenen darin, dass, anstatt besondere, in die Colonnenbecken eingeführte, über den Böden beliegene Heizschlangen zu verwenden, die Beckenböden selbst beliebig hohl gemacht werden, so dass diese Höhlungen direct als Heizkanäle dienen. Wie beim Haupt-Patent 99 379 bez. bei den Zusatzpatenten 109 915 und 112 451 fliesst das zu reinigende Waschöl bez. der zu destillirende Theer,

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chem. 1900, 307.

Erdöl etc. durch die seitlich oben in der Colonne befindliche Öffnung *a* (Fig. 3 u. 4) ein, während der erhitze Wasserdampf oder auch erwärmte Gase, beispielsweise die heissen Koksofengase, eventuell auch Hochofengase, unten durch das Ventil *i* in die Colonne *h* geleitet werden. Die als Heizcanäle dienenden, mit Aussparungen *e* versehenen Colonnenbeckenböden *c* stehen durch Dampfröhren *d* mit Ventilen *d*<sup>1</sup> in Verbindung,

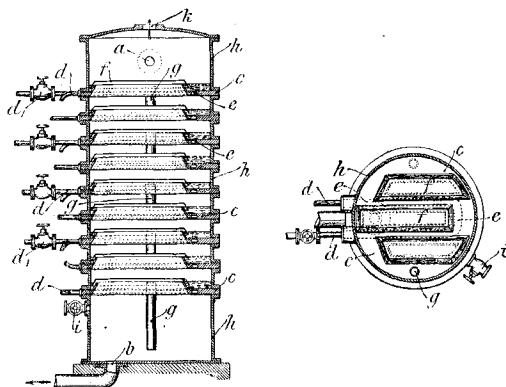


Fig. 3

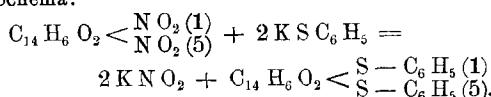
Fig. 4

derart, dass jedes einzelne Becken in bekannter Weise auf die für die Destillation erforderliche Temperatur gebracht werden kann. Die Durchgangsöffnungen der Colonnenböden *e* sind in gleichfalls bekannter Weise durch Hauben (Glocken) *f* überdeckt und die Flüssigkeit gelangt mittels der Überfallrohre *g* von einem Becken zum anderen. Der Colonnenrückstand fliesst durch eine Öffnung *b* im Boden der Colonnen ab, während die eingeführte heisse Luft mit den Destillaten durch eine Öffnung *k* im Deckel der Colonne aus dieser in bekannter Weise austritt.

*Patentanspruch:* Colonnenapparat zur Ausübung des im Patent 99 379 beschriebenen Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, dass die oben flachen, einzelnen Beckenböden als Heizkörper benutzt werden und zu diesem Zwecke beliebig hohl gestaltet sind, derart, dass die Höhlungen der Beckenböden direct, an Stelle der seither verwendeten besonderen Heizröhren, als Heizkanäle dienen.

Darstellung von Mercaptanäthern der Anthracenreihe. (No. 116 951. Vom 21. Juni 1899 ab. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. in Elberfeld.)

In den Nitroderivaten des Anthrachinons können durch Einwirkung von Mercaptanen in Gegenwart von Alkali die Nitrogruppen mit überraschender Leichtigkeit durch den betreffenden Mercaptanrest ersetzt werden, wobei man zu Äthern von Mercaptanen der Anthrachinonreihe gelangt. Bei Anwendung von 1.5-Dinitroanthrachinon und Thiophenol z. B. verläuft die Reaction nach folgendem Schema:



Die so erhaltenen Mercaptanäther sollen zur Darstellung von Farbstoffen Verwendung finden.

*Patentanspruch:* Verfahren zur Darstellung von Mercaptanäthern der Anthracenreihe, darin bestehend, dass man auf Nitroderivate des Anthracchinons Mercaptane der aromatischen Reihe zusammen mit ätzendem Alkali einwirken lässt.

## Klasse 18: Eisen-Hüttenwesen.

Verfahren, mulmige Eisenerze oder Gichtstaub durch Vereinigen zu festen Stücken für den Hochofen verhüttbar zu machen. (No. 117 191. Vom 13. Mai 1899 ab. E. Cramer in Berlin.)

1933 des. 1. Januar in DARMSTADT  
**Patentansprüche:** 1. Verfahren, mulmige Eisenérze oder Gichtstaub durch Vereinigen zu festen Stücken für den Hochofen verhüttbar zu machen, gekennzeichnet durch den Zusatz von hydraulisch erhärtenden Körpern, wie hydraulischem Gyps, Kalk und Portland-Cement, sowie Wasser als Bindemittel, erforderlichenfalls unter gleichzeitiger Verwendung von schwefelsaurer Thonerde als Härtmittel. 2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Masse nach Anspruch 1 nach ihrer Formgebung gedarrt wird.

## Klasse 22: Farbstoffe, Firnisse, Lacke, Anstriche, Klebemittel.

Darstellung von Sulfoxyindophenolthiosulfosäuren. (No. 116 765. Zusatz zum Patent 109 273<sup>1</sup>). Vom 7. November 1894 ab. Chemische Fabrik vorm. Sandoz in Basel.)

In der Patentschrift 109 273 ist ein Verfahren zur Darstellung von Oxy- und Sulfooxyindophenolthiosulfosäuren beschrieben, dadurch gekennzeichnet, dass man 1, 2-Naphtochinon-4-monosulfosäure in der Kälte auf schwach essigsäure, neutrale oder sodaalkalische Lösungen der Thiosulfosäuren unsymmetrisch substituierter p-Diamine oder p-Diaminsulfosäuren einwirken lässt. Die Neuerung des vorliegenden Verfahrens besteht nun darin, dass an Stelle der im Hauptpatente verwendeten 1, 2-Naphtochinon-4-sulfosäure hier solche Disulfosäuren des  $\beta$ -Naphtochinons benutzt werden, welche eine Sulfogruppe in der 4-Stellung, die zweite aber im nicht substituierten Benzolkern enthalten. Derartige Naphtochinondisulfosäuren reagieren wie die 1, 2-Naphtochinon-4-monosulfosäure unter Abspaltung der Sulfogruppe in der 4-Stellung. Die so erhältlichen Sulfooxyindophenolthiosulfosäuren sind wohl charakterisierte Verbindungen, während die Disulfooxyindophenolthiosulfosäuren wegen ihrer übergrossen Löslichkeit sich nur schwer isolieren lassen und auch die von ihnen derivirenden Thiazindisulfosäuren, abgesehen von ihrer geringen Farbkraft, nicht mehr so gut auf Beizen ziehen. Werden kaustisch alkalische Lösungen der Sulfooxyindophenolthiosulfosäuren gekocht, so findet in wenigen Minuten unter Ringschluss an der 4-Stelle Übergang in Thiazinsulfosäuren statt.

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von Sulfooxyindophenolthiosulfosäuren, darin bestehend, dass man im Patentanspruch 1. des D.R.P.

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chemie 1900, 203.

109 273 die 1, 2-Naphtochinon-4-monosulfosäure ersetzt durch solche 1, 2-Naphtochinondisulfosäuren, die eine Sulfogruppe in 4-Stellung enthalten. 2. Die besonderen Ausführungsformen des Anspruchs 1. unter Anwendung der Thiosulfosäuren des p-Amidodimethylanilins und p-Amidodiäthylanilins einerseits und der 1, 2-Naphtochinon-4, 6-Disulfosäure, der 1, 2-Naphtochinon-4, 7-disulfosäure und der 1, 2-Naphtochinon-4, 8-disulfosäure andererseits.

**Herstellung von Phtaleinfarbstoffen aus Sulfosäureestern des Fluoresceins.** (No. 116 415. Vom 1. August 1899 ab. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning in Höchst a. M.)

In der Patentschrift 112 177<sup>1)</sup> ist gezeigt worden, dass die Alkylester der aromatischen Sulfosäuren mit Ammoniak oder primären, secundären und tertiären Basen unter Bildung der sulfosäuren Salze alkylirter Basen reagiren und nicht unter Bildung der entsprechenden Sulfamide und Alkohol. Es wurde daher versucht, die Reaction auf die Alphylester der aromatischen Sulfosäuren zu übertragen. Thatsächlich zeigte sich, dass z. B. die Sulfosäureester des Fluoresceins beim Erhitzen mit den Basen der Fettreihe und der aromatischen Reihe in diesem Sinne reagiren; es werden z. B. beim Behandeln des p-Toluolsulfosäureesters des Fluoresceins mit salzaurem Dimethylamin u. s. w. Tetramethylrhodamin neben etwas Rhodol in glatter Ausbeute erhalten. Die Carbonsäureester des Fluoresceins zeigen diese Eigenschaft nicht; die Sulfosäureester verhalten sich also ähnlich dem Fluoresceinchlorid. Die Sulfosäureester des Fluoresceins sind noch nicht bekannt; man erhält sie leicht aus Fluorescein, besser noch Fluoresceinnatrium, und den Chloriden der aromatischen Sulfosäuren, z. B. p-Toluolsulfochlorid durch Erhitzen auf ca. 140°.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung von Phtaleinfarbstoffen, darin bestehend, dass man Fluorescein in die Ester aromatischer Sulfosäuren überführt und diese mit primären oder secundären Fetten oder aromatischen Basen zur Umsetzung bringt.

**Darstellung schwarzer direct färbender Baumwollfarbstoffe.** (No. 116 354. Vom 6. Juni 1899 ab. Deutsche Vidal-Farbstoff-Actiengesellschaft in Koblenz.)

Wenn man 1, 2, 4-Diamidophenol in freiem Zuge oder als Salz mit einer wässrigen Lösung von unterschwefliger Natron erhitzt, so verwandelt es sich in eine deutlich krystallinische, sich leicht aus der Lösung ausscheidende Masse, die unter Zusatz von Alkalien mit tiefblauer Farbe in Lösung geht und Baumwolle in der Kälte rein blau färbt. Ebenso verhalten sich das 1, 3, 4, 6-Diamidoresorcin, das 1, 2, 4-Triamidobenzol und ganz allgemein alle Amidoxy- oder Amidoderivate des Benzols oder Toluols, in welchen wenigstens 3 Substitutionen stattgefunden haben. Unter denselben Bedingungen erhält man aus Diamidoresorcin einen mit blauvioletter Farbe in Alkalien löslichen

Farbstoff, während das Triamidobenzol ein mit fuchsinsrother Farbe in Säuren lösliches Product ergiebt. Werden diese Producte für sich oder mit einem organischen Lösungsmittel von ziemlich hohem Siedepunkt, wie Kresol, Anilin oder Phenol, erhitzt, so erleiden sie eine Umwandlung. Besonders die Derivate des 1, 2, 4-Diamidophenols, der 1, 2, 3, 5- und 1, 3, 4, 6-Diamidokresole, welche sich von den o- und m-Kresolen ableiten, werden mit intensiv schwarzer Farbe in kaustischen Alkalien und Schwefelalkalien gelöst und färben in diesem Zustande Baumwolle direct tief-schwarz. Unter denselben Bedingungen erhält man aus 1, 3, 4, 6-Diamidoresorcin einen schwärzlich violetten Farbstoff.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Herstellung von schwarzen, direct färbenden Baumwollfarbstoffen, dadurch gekennzeichnet, dass man solche Amidoxy- oder Amidoderivate des Benzols, welche mindestens 3 Substituenten enthalten, mit einer wässrigen Lösung von unterschwefliger Salzen bei ca. 100° behandelt, und die so erhaltenen Producte im Ölbad bis auf 200° mit oder ohne Zusatz eines organischen Lösungsmittels, wie Anilin, Kresol oder Phenol, erhitzt.

**Darstellung eines Baumwolle direct färbenden Farbstoffs.** (No. 116 721. Vom 30. Januar 1900 ab. Actien-Gesellschaft für Anilinfabrikation in Berlin.)

Das Verfahren gründet sich auf die unerwartete Beobachtung, dass Pikraminsäure bereits beim Kochen mit einer Lösung von Schwefel und Schwefelnatrium am Rückflusskühler einen geschwefelten Farbstoff liefert, welcher Baumwolle in schwefelnatrium- und salzhaltigem Bade direct violettschwarz anfärbt. Die Pikraminsäure lässt sich auch durch die äquivalente Menge Pikrinsäure ersetzen, welche letztere Säure bekanntlich bei der Reduction mit Schwefelnatrium zunächst in Pikraminsäure übergeht.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines Baumwolle direct färbenden Farbstoffs, darin bestehend, dass man Pikraminsäure bez. Pikrinsäure mit Schwefel und Schwefelalkalien in wässriger Lösung zum Sieden erhitzt.

**Darstellung eines schwarzen Schwefelfarbstoffes.** (No. 116 338. Vom 25. Februar 1900 ab. Dahl & Co. in Barmen.)

Die schwarzen oder grünschwarzen Schwefelfarbstoffe, welche aus den einfachen Oxybenzolderivaten, wie Nitrophenol, Dinitrophenol, gewonnen werden und sich in Wasser mit „flaschengrüner Farbe“ lösen, sind für sich nicht genügend waschecht, sondern bedürfen stets einer Nachbehandlung mit oxydierenden Mitteln. Ausserdem zeigen diese Farbstoffe die unangenehme Eigenschaft, an der Oberfläche der Färbeflotte ein kupferiges Häutchen abzuscheiden, welches sich auf der zu färbenden Faser niederschlägt und ihr ein bronziges Aussehen verleiht. Andererseits entsteht ein direct sehr waschechter, aber nicht lichtechter und daher technisch wertloser, schön grün färbender Farbstoff durch Verschmelzen von p-Amidophenolsulfosäure mit Schwefel und Schwefelalkali. Es wurde nun gefunden, dass nur durch Schmelzen gleicher Mole-

<sup>1)</sup> Zeitschr. angew. Chemie 1900, 672.

cüle [p-Amidophenolsulfosäure und Dinitrophenol ( $\text{OH} : \text{NO}_2 : \text{NO}_2 = 1:2:4$ ) mit Schwefelnatrium und Schwefel ein neuer Farbstoff entsteht, der wesentlich verschieden ist von den Farbstoffen, welche aus den einzelnen Componenten erhalten werden. Er färbt Baumwolle in rein schwarzen Tönen an; die Färbung ist ohne Nachbehandlung direct vollkommen waschecht und durchaus egal, da sich auf der Oberfläche der Flotte kein Küpenhäutchen abscheidet.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines schwarzen Schwefelfarbstoffes, darin bestehend, dass man gleiche Moleküle p-Amidophenolsulfosäure und Dinitrophenol ( $\text{OH} : \text{NO}_2 : \text{NO}_2 = 1:2:4$ ) mit Schwefelnatrium und Schwefel verschmilzt.

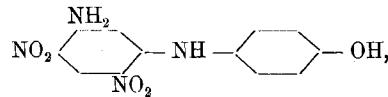
**Darstellung violettblauer direct färbender Schwefelfarbstoffe.** (No. 116 339. Vom 16. März 1900 ab. Gesellschaft für chemische Industrie in Basel.)

Schwefelfarbstoffe von violettblauer Nuance werden aus gewissen neuen Oxyphenyldinitranilinsulfosäure-derivaten durch Erhitzen mit Alkalipolysulfiden auf hohe Temperaturen erhalten. Die zur Darstellung der Farbstoffe benötigten Ausgangsprodukte werden dargestellt durch Einwirkung von p-, m- oder o-Amidophenol und deren Substitutionsprodukten auf folgende Dinitrochlorbenzolsulfosäuren: 4,6-Dinitro-1,2-Chlorbenzolsulfosäure und 2,6-Dinitro-1,4-Chlorbenzolsulfosäure (franz. Pat. 287 180) bez. Gemische dieser beiden Dinitrochlorbenzolsulfosäuren, wie sie durch Sulfiren des technischen Gemisches von o- und p-Chlornitrobenzol und nachherige Einführung einer weiteren Nitrogruppe mittels Salpeterschwefelsäure in der Wärme erhalten werden.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung violettblauer directe Schwefelfarbstoffe, dadurch gekennzeichnet, dass Oxyalphyldinitranilinsulfosäure-derivate (aus Dinitrochlorbenzolsulfosäure 4, 6, 1, 2 bez. 2, 6, 1, 4 und Amidophenolen bez. deren Derivaten) mit Alkalipolysulfiden erhitzt werden.

**Darstellung schwarzer substantiver Baumwollfarbstoffe.** (No. 116 172. Vom 15. December 1899 ab. Badische Anilin- und Soda-fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Das Dinitroamido-p-oxydiphenylamin aus 2, 4-Dinitrochlorbenzol und 2, 4-Diamidophenol, welches die Amidogruppe im hydroxylirten Kern, die beiden Nitrogruppen im anderen Kern enthält, liefert nach der Patentschrift 107 971 beim Verschmelzen mit Schwefel und Schwefelalkali einen schwarzen Baumwollfarbstoff. Es wurde nun gefunden, dass auch das Dinitroamido-p-oxydiphenylamin von der Formel:



dessen Nitro- und Amidogruppen Substituenten ein und desselben Kernes sind, in der Schwefelschmelze ein schönes, durch hervorragende Echtheitseigenschaften ausgezeichnetes substantives Schwarz liefert. Ferner hat sich ergeben, dass man ganz ähnliche schwarze Baumwollfarbstoffe erhält, wenn man an Stelle dieses Dinitroamido-

p-oxydiphenylamins dessen Sulfo- oder Carbonsäuren oder das isomere Dinitroamido-o-oxydiphenylamin mit Schwefel und Schwefelalkali verschmilzt. Die Darstellung der genannten Dinitroamidoxydiphenylamine gelingt dadurch, dass man die durch Combination von 1 Mol. 1, 3-Dinitro-4, 6-dichlorbenzol mit 1 Mol. eines Amidophenols erhältlichen Dinitrochloroxydiphenylamine mit Ammoniak unter Druck behandelt; sie tauschen dabei ihr noch reactionsfähiges Chloratom gegen die Amidogruppe aus.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung schwarzer substantiver Farbstoffe, darin bestehend, dass man die durch Einwirkung von Ammoniak auf die Condensationsprodukte aus 1 Mol. 1, 3-Dinitro-4, 6-dichlorbenzol und 1 Mol. o-Amidophenol oder p-Amidophenol bez. dessen Sulfo- oder Carbonsäure erhältlichen Dinitroamidoxydiphenylamine mit Schwefel und Schwefelalkalien erhitzt.

**Darstellung brauner Baumwollfarbstoffe.** (No. 116 677. Vom 24. December 1899. Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a. Rh.)

Das o-o-Dinitro-p-dichlorbenzol ( $\text{Cl} : \text{NO}_2 : \text{Cl} : \text{NO}_2 = 1 : 2 : 4 : 6$ ), welches als Hauptproduct der Nittrirung von p-Dichlornitrobenzol entsteht, reagirt unter geeigneten Bedingungen, bei Gegenwart von Halogenwasserstoffsäure bindenden Mitteln, wie Soda, Natriumacetat u. s. w. mit einer wässrigen oder zweckmässiger alkoholischen Lösung von p-Amidophenol unter Bildung eines Dinitrochlor-p-oxydiphenylamins. Das letztere liefert in der Schwefelschmelze einen Baumwolle in schönen dunkelbraunen Tönen färbenden Farbstoff von ausgezeichneten Echtheitseigenschaften. Bei Nachbehandlung mit Kupfervitriol werden die Färbungen dunkler und vorzüglich waschecht. Wendet man an Stelle von p-Amidophenol p-Amidophenol-o-sulfosäure an, condensirt diese mit dem oben genannten Dinitrochlorbenzol und unterwirft die so gebildete Sulfosäure des Dinitrochlor-p-oxydiphenylamins der Einwirkung von Schwefel und Schwefelalkali, so erhält man ein ähnliches Product. Es hat sich ergeben, dass gerade durch die o-Stellung der beiden, in demselben Benzolkern befindlichen Nitrogruppen zum Imid ein ganz besonderer Effect erreicht wird, sofern nicht etwa das gleichzeitig vorhandene Chlor, über dessen Wirkung man zur Zeit nichts weiß, eine besondere Rolle spielt. Denn bekanntlich liefert das ebenfalls in demselben Benzolkern dinitrirt, die Nitrogruppen jedoch in o- und p-Stellung zum Imid enthaltende o-p-Dinitro-p-oxydiphenylamin in der Schwefelschmelze schwarze bez. blauschwarze Farbstoffe.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung Baumwolle direct braun anfärbender Schwefelfarbstoffe, darin bestehend, dass man das durch Condensation von 1, 4-Dichlor-2, 6-dinitrobenzol mit p-Amidophenol, bez. p-Amidophenol-o-sulfosäure erhältene o-o-Dinitro-p-chlor-p'-oxydiphenylamin bez. dessen Sulfosäure mit Schwefel und Schwefelalkali erhitzt.

**Klasse 89: Zucker- und Stärkegewinnung.****Entfärben von Zuckerlösungen.** (No. 116 985.

Vom 14. November 1899 ab. Isidor Kitsée  
in Philadelphia (V. St. A.).)

Vorliegende Erfindung ist bei der Herstellung von raffinirtem Zucker anzuwenden und besteht darin, den in Lösung befindlichen Zucker den auf einander folgenden Einwirkungen zweier Agentien auszusetzen, von denen das erste die Lösung entfärbt und das zweite zur Ausscheidung des ersten dient, so dass das Bleichmittel nicht in dem fertigen Zucker verbleibt.

**Patentanspruch:** Verfahren zum Entfärben von Zuckerlösungen, darin bestehend, dass die Lösung zuerst mit Chlor als Bleichmittel und alsdann mit einem Kohlenwasserstoffgas, z. B. mit Äthylen, behandelt wird, welches mit dem Chlor ohne Bildung von Chlorwasserstoff eine unlösliche Substanz bildet, die auf geeignete Weise aus der Lösung entfernt werden kann.

**Trocknen von Scheideschlamm.** (No. 116 760.

Vom 31. August 1899 ab. Gustav Groppe  
in Zuckerfabrik Niezychowo (Bez. Bromberg.). Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass auf maschinellem Wege jede beliebige Menge billig bewältigt werden kann und das Trockenmittel, der gebrannte Kalk, den Düngewert des getrockneten Scheideschlammes erhöht. Der im Rohzuckerfabrikbetrieb abfallende Scheideschlamm wird in einer geeigneten Misch- oder Knetmaschine mit zerkleinertem gebrannten Kalk versetzt. Der gebrannte Kalk entzieht dabei dem Schlamm begierig Wasser und bildet damit Calciumhydroxyd, wobei eine so grosse Wärmeentwicklung stattfindet, dass eine weitere Menge des Wassers des Scheideschlammes verdampft wird und der Scheideschlamm selbst mit dem Calciumhydroxyd ein trockenes, feines, streubares Pulver bildet. Je nach dem Wassergehalt des zu trocknenden Scheideschlammes ist es möglich, mit 1 Gewichtstheil gebrannten Kalkes 5, 6 und mehr Gewichtstheile des Schlammes zu trocknen.

**Patentanspruch:** Verfahren zum Trocknen des bei der Rohzuckerfabrikation sich ergebenden Scheideschlammes, dadurch gekennzeichnet, dass der Scheideschlamm mit gebranntem Kalk vermischt wird, wodurch Wasser gebunden und verdampft und wodurch der Scheideschlamm selbst in ein streubares Pulver übergeführt wird, dessen Düngewert durch das gebildete Calciumhydroxyd erhöht wird.

**Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung von Circulation in Verdampfapparaten.**

(No. 115 256. Vom 27. Januar 1900 ab.  
Julius Schwager in Berlin.)

Die bisherigen Verdampfapparate mit Circulation der zu verdampfenden Flüssigkeit leiden an dem Übelstande, dass in den Röhren, durch welche die Circulation der Füllmasse eingeleitet wird, ein dieser entgegenwirkender Auftrieb stattfindet, gleichgültig, ob die Circulation durch in der Mitte des

Apparates oder am Umfange angeordnete Röhren statthat, oder durch concentrische Röhren. Die vorliegende Erfindung bezweckt, den Auftrieb in den Umlaufröhren zu verhindern. Zu dem Zwecke werden die Umlaufröhren (Fig. 5 u. 6), während die Flüssigkeit durch sie niedersinkt, gegen Wärmeaufnahme dadurch geschützt, dass die einzudampfende Flüssigkeit als Kühlmittel über die Aussenfläche des Umlaufrohres geleitet wird, so dass also die in dem oberen Theil des Verdampfapparates von den Heizröhren aufsteigende Flüssigkeit durch das Umlaufrohr niedersinkt, während neu zu verdampfende Flüssigkeit an dem äusseren Theil des Rohres herabfließt und beide vereinigt wieder dem Heizraum zugeführt werden.

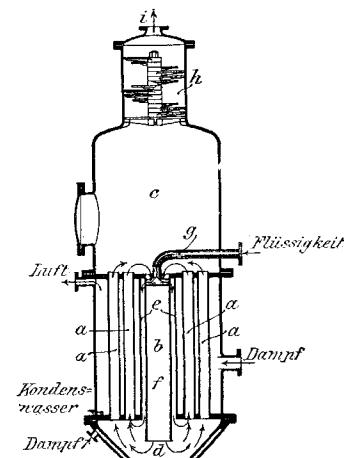


Fig. 5.

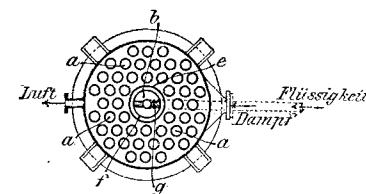


Fig. 6.

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Erzeugung von Circulation in mit Circulationsröhren versehenen Verdampfapparaten, dadurch gekennzeichnet, dass die Circulationsröhre, in denen die Verdampfung bereits unterworfen Flüssigkeit abwärts sinkt, durch die in den Verdampfer neu eingeführte zu verdampfende Flüssigkeit gekühlt werden. 2. Verdampfapparat zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein centrales Circulationsrohr (b) von einem zweiten, oben gegen den Verdampfraum (c) abgeschlossenen Rohr (e) concentrisch umgeben wird und mit diesem einen ringförmigen Raum (f) bildet, welcher mit einem Speiserohr (g) für neu eintretende zu verdampfende Flüssigkeit verbunden ist, zum Zweck, die letztere an der Außenwand des centralen Rohres (b) herabrieseln zu lassen und hierdurch das Innere gegen Beheizung zu schützen.