

Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, den 21. März 1891.

Organische Verbindungen, verschiedene. E. Jacobsen in Berlin. Verfahren zur Darstellung neutraler Thiole. (D. P. 54501 vom 18. April 1889, Kl. 12.) Ein Braunkohlentheeröl, welches ca. 40 pCt. ungesättigte Kohlenwasserstoffe enthält, wird, wie im Patent 38416¹⁾ angegeben, durch Kochen mit Schwefel geschwefelt. Von der erhaltenen Masse behandelt man einen Gewichtstheil mit einem gleichen Gewichtstheil Schwefelsäure von 1.844 spec. Gew.²⁾ und giesst nach beendigter Reaction in Wasser. Die sich hierbei auscheidende hárzartige Masse wird durch Auskneten mit Wasser von der anhängenden Säure und dem unveränderten Mineralfett möglichst befreit. Dann löst man die Masse in Wasser, neutralisirt die noch vorhandene Mineralsäure mit Ammoniak oder dergleichen, entfernt das Mineralfett durch geeignete Extractionsmittel (z. B. Schütteln mit Ligroin), salzt das Thiol mit Kochsalz, Glaubersalz oder dergleichen aus und bringt die ausgesalzene, in wenig Wasser gelöste Masse auf den Dialysator. Das so gereinigte Thiol kann durch Eintrocknen bei mässiger Temperatur (ca. 70^o) und im Vacuum zu einer wasserlöslichen, schwarzbraunen, amorphen Masse gebracht werden.

R. Hirsch in Berlin. Verfahren zur Trennung von Benzidin, Methylbenzidin und Tolidin. (D. P. 54112 vom 24. Juli 1889, Kl. 22.) Wird ein Gemenge von Nitrobenzol und Orthonitrotoluol in molecularen Verhältnissen bei Gegenwart von Alkohol und Natronlauge der Reduction mit Zinkstaub unterworfen, so ist das Endproduct der Reaction ein Gemenge von Hydrazobenzol, Hydrazotoluol und Methylhydrazobenzol. Als Zwischenproducte treten — neben den symmetrischen Verbindungen — Methylazoxybenzol und Methylazo-

¹⁾ Diese Berichte XX, 3, 181.

²⁾ Um eine Schwefelsäure vom spec. Gew. 1.844 zu erhalten, welche zur Bildung von wasserlöslichem Thiol unumgänglich nothwendig ist, wird eine Handelssäure von 66^o B. und eine anhydridhaltige, im Handel als 78^o B. stark bezeichnete Säure in dem Verhältniss gemischt, dass eine Säure von 81.90 pCt. SO₃-Gehalt und dem spec. Gew. 1.844 bei 15^o C. entsteht.

benzol auf. Eine scharfe Trennung dieser homologen Hydrazoverbindungen gelingt nicht; es ist daher zweckmässiger, nach dem Abdestillieren des Alkohols durch Behandeln mit Salzsäure umzulagern, Benzidin und dessen Homologe als Sulfate zu fällen und die drei Basen in folgender Weise zu trennen: 15 kg des durch das oben beschriebene Verfahren erhaltenen Basengemisches werden in 1000 L Wasser aufgekocht und von ungelöster Base siedend heiss filtrirt. Der Rückstand, nochmals mit 400 L Wasser ausgekocht, ist reines Tolidin (ca. 2.5 kg). Die vereinigten Lösungen der ersten und zweiten Kochung werden auf 25° abgekühlt, und es wird von der dadurch erhaltenen Ausscheidung, welche mit A bezeichnet wird, abfiltrirt. Das Filtrat wird mit ca. 1.5 kg Schwefelsäure gefällt; der Niederschlag B besteht zu etwa 85 pCt. aus dem Sulfat von Methylbenzidin und zu ca. 15 pCt. aus Benzidinsulfat. Er wird von der Lösung abfiltrirt, letztere mit Natronlauge vorsichtig neutralisirt und wieder zu einer zweiten und dritten Auskochung der Ausscheidung A in gleicher Weise wie oben benutzt. Bei einer vierten Auskochung giebt die erkaltete und filtrirte Lösung nicht mehr auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure sofort einen reichlichen pulverigen, sondern erst nach einigen Secunden einen geringen schimmernden Niederschlag als Zeichen, dass der Rückstand (ca. 2.5 kg) reines Benzidin ist. Die vereinigten Niederschläge B werden mit 3.5 kg Aetznatron und 400 kg Wasser dreimal ausgekocht. Benzidin bleibt wesentlich ungelöst, und aus den drei Krystallisationen werden ca. 8.5 kg Methylbenzidin rein erhalten.

Farbstoffe. Société anonyme des matières colorantes et produits chimiques de St. Denis in Paris. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen aus Nitrosodialkylanilin und Dinitro-*m*-dimethylamidodiphenylamin. (D. P. 54157 vom 18. December 1889, Kl. 22.) Die Darstellung dieser Farbstoffe geschieht durch Condensation von Nitrosodimethyl- oder Nitrosodiäthylanilin mit Dinitro-*m*-dimethylamidodiphenylamin, welches letztere durch Einwirkung von *m*-Amidodimethylanilin auf Dinitrochlorbenzol [C₆H₄ClNO₂ (1:2:4)] erhalten wird, indem man Dinitrochlorbenzol mit *m*-Amidodimethylanilin in alkoholischer Lösung einige Zeit hindurch im Wasserbad erhitzt. Die Reaktionsmasse sondert, nachdem sie getrocknet und abermals mit Benzol oder Alkohol auf heissem Wege behandelt ist, beim Abkühlen sehr schöne orangenfarbene Blättchen ab, deren Schmelzpunkt 136.5° ist. Das so erhaltene Dinitro-*m*-dimethylamidodiphenylamin wird mit salzsaurem Nitrosodimethylanilin in essigsaurer oder alkoholischer Lösung erhitzt; die Masse nimmt bald eine blaue, schwach violette Färbung an, der Farbstoff wird durch Zusatz von Kochsalz gefällt. Der Farbstoff wird wieder aufgelöst und von Neuem gefällt und bildet alsdann eine braunrothe,

glänzende Masse von bedeutender Färbkraft. Wird das salzsaure Nitrosodimethylanilin durch salzsaures Nitrosodiäthylanilin ersetzt, so erhält man einen Farbstoff, welcher dem vorigen beinahe gleicht. Die wässerigen Lösungen dieser Farbstoffe zeigen eine starke rothe Fluorescenz, welche nach dem Färben auf Seide und Baumwolle bestehen bleibt, auf letzterer bei künstlichem Licht gesehen. Die Farbstoffe färben Wolle blaviolett, mit Tannin gebeizte Baumwolle blaviolett, fluorescirend bei künstlichem Licht, und Seide violett.

Société anonyme des matières colorantes et produits chimiques de St. Denis in Paris. Verfahren zur Darstellung von grünblauen Farbstoffen aus Tetramethyldiamidobenzhydrol und *p*-Toluidin. (D. P. 54113 vom 16. August 1889, Kl. 22.) Das Verfahren desteht darin, dass man Tetramethyldiamidobenzhydrol entweder in salzsaurer oder in schwefelsaurer Lösung mit Paratoluidin condensirt. Die hierbei entstehenden beiden Leukobasen (von verschiedener Constitution), welche sich insofern unterscheiden, als sie nach der Oxydation verschiedene Farbstoffe geben, können, wie alle Leukobasen, direct oxydirt werden.

Vortheilhafter ist es, dieselben zunächst zu benzyliren und zu sulfuriren und dann durch Oxydiren in Farbstoffe umzuwandeln, welche Wolle im sauren Bade färben. Zu dem Ende werden die Leukobasen mit Benzylchlorür, Natriumcarbonat und Wasser am Rückflusskühler erwärmt. Das überschüssige Benzylchlorür wird mittelst Wasserdampfes ausgetrieben und die dibenzylirte Base im Zustande von Sulfat getrocknet. Die dibenzylirte Base ist unlöslich in Wasser und löslich in Alkohol. Die beiden Leukobasen geben dieselbe dibenzylirte Verbindung. — Alsdann erhitzt man das Sulfat dieser benzylirten Leukobase in rauchender Schwefelsäure, bis eine Probe in heissem Wasser leicht löslich ist. Man lässt hierauf in Wasser einlaufen, neutralisirt die überschüssige Säure, verwandelt in das Natriumsalz und oxydirt in der Kälte mit Bleisuperoxyd und Salzsäure von 20° Bé. Die erhaltene Farbstofflösung wird entweder concentrirt und in dieser Form in den Handel gebracht, oder aus derselben wird mittelst Natriumbisulfats der Farbstoff in Gestalt einer zum Trocknen geeigneten Paste gefällt.

Die auf diese Art erhaltenen Farbstoffe sind grünlichblau, sehr löslich in Wasser und färben die Wolle im sauren Bade.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung rother basischer Diphenylmethanfarbstoffe. (D. P. 54190 vom 11. April 1889, Kl. 22.) Entsprechend der von Döbner¹⁾ angegebenen Reaction, wonach sich

¹⁾ Diese Berichte XII, 812.

bei Einwirkung von 1 Molekül Methylenjodid auf 2 Moleküle Dimethylanilin Tetramethylamidodiphenylmethan bildet, erhält man durch die Einwirkung von 1 Molekül Methylenchlorid, -bromid oder -jodid auf 2 Moleküle *m*-Oxydimethylanilin bezw. *m*-Oxydiäthylanilin bei Temperaturen von 130 bis 180° zunächst die salzsauren Salze der entsprechenden dihydroxylierten Tetramethyl- bezw. Tetraäthylamidodiphenylmethane, welche aber beim langsamen Eintragen in die vier- bis fünffache Menge concentrirter Schwefelsäure und circa 1/2 stündigem Erhitzen auf 150 bis 160°, wobei sich schweflige Säure entwickelt, in schöne rothe, stark fluorescirende Farbstoffe übergehen, die ähnliche Eigenschaften wie die Rhodamine besitzen. Zur Abscheidung des Farbstoffes wird in viel kaltes Wasser gegossen und die überschüssige Schwefelsäure durch Kalkmilch nahezu neutralisirt. Nachdem gut aufgekocht ist, wird absitzen gelassen, decantirt, filtrirt und aus der filtrirten Lösung die Farbbase durch wenig überschüssige Natronlauge gefällt. Die Flüssigkeit wird von der harzartig ausgeschiedenen Base abgegossen, letztere dann in verdünnter Salzsäure gelöst und der Farbstoff mittelst Chlorzinks und Kochsalzes als Chorzinkdoppelsalz gefällt.

Das zuerst harzige Präcipitat wird nach Verlauf von 24 Stunden krystallinisch fest und wird zweckmässig bei 30 bis 40° getrocknet. Der so dargestellte Farbstoff stellt ein grün bronzeglänzendes, in kaltem Wasser leicht lösliches Pulver dar und färbt thierische Faser und tannirte Pflanzenfaser ähnlich wie Rhodamin.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung schwarzer Farbstoffe aus Amidoflavopurpurin und Amidoanthrapurpurin. (D. P. 54624 vom 11. April 1890, Kl. 22.) Aus dem Flavopurpurin kann durch Nitrirung und geeignete Behandlung des β -Nitroflavopurpurins mit Reductionsmitteln ein Amidoflavopurpurin, $C_{14}H_7O_5.NH_2$, erhalten werden, aus welchem durch Behandlung mit Glycerin, Schwefelsäure und einem Oxydationsmittel die entsprechende Chinolinverbindung gewonnen wird. Zur Darstellung von Amidoflavopurpurin oder Amidoanthrapurpurin erwärmt man ein in Wasser unlösliches Salz der Nitropurpurine, z. B. das Kalk- oder Barytsalz, mit einem alkalischen Reductionsmittel, wie Schwefelnatrium, Traubenzucker, Zinnchlorürlösungen, bis die rothe Farbe des Kalksalzes in die schwarze der Amidoverbindung übergegangen ist, filtrirt ab, wäscht aus und fällt mit Salzsäure die freie Amidoverbindung aus. Zur Darstellung der Chinolinverbindung wird 1 Theil gepulvertes Amidoflavopurpurin in 7 Theilen Schwefelsäure (66°) gelöst und mit 0.5 Theilen Glycerin und mit 0.5 Theilen Nitrobenzol versetzt. Anstatt Nitro-

benzol können andere aromatische Nitroverbindungen, wie Nitrotoluol, Nitroxylol u. s. w. verwendet werden. Man erwärmt langsam auf 110° und behält diese Temperatur während 8 Stunden bei. Die Schmelze wird in kaltes Wasser gedrückt und das abgeschiedene schwefelsaure Salz durch Filtration und Waschen mit Wasser in die freie Base zerlegt. Um aus diesem Rohproduct das Chinolin rein zu erhalten, benutzt man dessen Eigenschaft, mit Bisulfit eine in Wasser leicht lösliche Verbindung zu bilden. Aus der durch Filtration von den Unreinigkeiten befreiten Bisulfitlösung fällt das Chinolin durch Uebersättigen mit Salz- oder Schwefelsäure aus. Es wird abfiltrirt, ausgewaschen und kann entweder für sich als Farbstoff oder durch Zugabe von Bisulfit als Lösung zum Färben von Wolle und Drucken von Baumwolle Verwendung finden.

Der neue Farbstoff unterscheidet sich vom Alazarinblau durch seine grauen bis schwarzen Färbungen. Er löst sich viel leichter in Bisulfit als das Alizarinblau, und aus den nicht zu concentrirten Lösungen mit Bisulfit kann er auf Zugabe von Natronlauge nicht wie das Alizarinblau als schwer lösliches Natronsalz abgeschieden werden, weil der Farbstoff sich leicht in Natronlauge mit violetter Farbe löst. Die Patentschrift giebt noch eine Reihe Unterschiede und besondere Eigenschaften an.

Das Anthrapurpurinchinolin ist dem beschriebenen Flavopurpurinchinolin in seinen chemischen und physikalischen Eigenschaften sehr ähnlich; nur liefert es beim Färben auf Wolle oder im Druck auf Baumwolle bläuliche Nüancen.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung fuchsinrother Azofarbstoffe aus der Dioxynaphtalinmonosulfosäure S. (D. P. 54116 vom 25. October 1889, Kl. 22.) Durch Einwirkung von Diazobenzol und dessen Homologen, sowie deren Sulfosäuren auf Naphtolsulfosäuren erhält man bekanntlich orangefarbene bis gelbrothe Azofarbstoffe. Durch Einwirkung der genannten Azoverbindungen auf diejenige Dioxynaphtalinsulfosäure, welche durch Verschmelzen der α -Naphtoldisulfosäuren S des Patentes 40571¹⁾ gewonnen wird, werden nun prachtvolle fuchsinrothe Farbstoffe von grosser Klarheit erhalten, welche als Ersatz für Säurefuchsin sehr gut geeignet sind und sich durch grosse Lichtechtheit auszeichnen. Diese hier verwendete Dioxynaphtalinmonosulfosäure S ist neu und unterscheidet sich scharf von denjenigen Dioxynaphtalinsulfosäuren, welche bis jetzt bekannt sind und durch Verschmelzen von Naphtalintrisulfosäure und Naphtoldisulfosäuren erhalten worden sind. Sie unterscheidet sich aber auch

¹⁾ Diese Berichte XX, 3, 607.

sehr charakteristisch von denjenigen Dioxynaphtalinsulfosäuren, welche durch Weitersulfiren der Dioxynaphtaline erhalten werden, speciell von der in dem Patent 41934 ¹⁾ beschriebenen, sich von einem α -Dioxynaphtalin ableitenden α -Dioxynaphtalinmonosulfosäure durch ihre Beständigkeit, aber auch durch die sich von ihr ableitenden Farbstoffe, welche sehr lichtecht sind, während sämtliche Dioxynaphtalinsulfosäuren, die durch Weitersulfiren von Dioxynaphtalinen erhalten werden, sehr lichtunecht, werthlose Farbstoffe liefern. — Das Verfahren zur Herstellung dieser neuen Farbstoffe ist folgendes: Man lässt die Diazoverbindungen der Amine in eine durch Soda alkalisch gehaltene Lösung der Dioxynaphtalinsulfosäure einfließen, oder besser, man bringt die Componenten in essigsaurer Lösung zusammen und macht dann mit Soda alkalisch. Von technischem Werth haben sich bisher die Farbstoffe aus Anilin, Toluidin, Xylidin, Cumidin, Anisidin, Cresidin, Anilin- bezw. Toluidinsulfosäuren erwiesen. Alle diese Farbstoffe zeigen in ihrer Nuance nur geringe Unterschiede; sie färben sämmtlich mehr oder weniger gelblich oder bläulich fuchsinroth. Dem Säurefuchsin am nächsten stehen die aus Diazotoluol und Diazoanisol darstellbaren Farbstoffe.

Al. Fr. Poirrier und D. A. Rosenstiehl in Paris. Verfahren zur Darstellung gelber Disazofarbstoffe aus Azoxyanilin bezw. -toluidin. (D. P. 54529 vom 13. März 1890. Dritter Zusatz zum Patente 44045 vom 27. Juli 1887, Kl. 22.) Im Hauptpatent 44045 ²⁾ und dessen erstem Zusatz 44554 ³⁾ ist ein Verfahren zur Darstellung von *m*-Azoxyanilin, *m*-Azoxytoluidinen und *m*-Azoxyxylidin, sowie die Darstellung von mehreren von diesen Körpern sich ableitenden Azofarbstoffen beschrieben. Den Gegenstand des vorliegenden Zusatz-Patentes bildet die Darstellung von Farbstoffen durch Verbindung der Salicylsäure bezw. von deren Homologen, der *m*- oder *o*- oder rohen Kresotinsäure mit den oben genannten Azoxyaminen. Es entstehen dadurch gelbe Farbstoffe, die sich durch die Eigenschaft auszeichnen, mit Chromoxyd gebeizte Wolle licht- und walkecht anzufärben.

Badische Anilin- und Soda-Fabrik in Ludwigshafen a./Rh. Verfahren zur Darstellung von rothen substantiven Farbstoffen aus Ortho-meta-tolidin und Mono-meta-methylbenzidin. (D. P. 54599 vom 22. März 1889, Kl. 22.) Vorliegende Erfindung beruht auf der Beobachtung, dass die Benzidin-Homologen, bei welchen nur eine einmalige Substitution von Methyl in der

¹⁾ Diese Berichte XXI, 3, 118.

²⁾ Diese Berichte XXI, 3, 766.

³⁾ Diese Berichte XXI, 3, 817.

m-Stellung vorliegt, mit Naphtionsäure werthvolle, rothe, substantive Farbstoffe geben, was mit dem ungenügenden Färbevermögen der entsprechenden orangegelben Combination des zweifach *m*-substituirtten Benzidins im unerwarteten Widerspruche stehe. Ein derartiges Homologen des Benzidins ist das *o-m*-Tolidin von G. Schultz¹⁾ und das bisher unbekannte Mono-*m*-methylbenzidin.

I. Farbstoff aus *o-m*-Tolidin. 10 kg *o-m*-Tolidinsulfat werden mit 18.5 kg Salzsäure (25 pCt. HCl), 300 kg Wasser und 100 kg Eis angerührt bezw. gelöst und mit einer Lösung von 4.5 kg Natriumnitrit (96 pCt. NaNO₂) in 9 kg Wasser diazotirt, zu welchem Zweck man nach dem Einlaufen der Nitritlösung noch 2 Stunden lang bei Nullgrad rührt. Die Disazoverbindung wird hierauf in eine auf Nullgrad abgekühlte Lösung von 22.6 kg krystallisirtem naphtionsauren Natron und 20 kg krystallisirtem Natriumacetat in 450 kg Wasser eingetragen. Nach 1 Stunde fügt man 9 kg calcinirte Soda hinzu. Nach 3 — 4 tägigem Rühren ist die Farbstoffbildung vollendet. Der mit Kochsalz gefällte und getrocknete Farbstoff bildet ein rothbraunes, in Wasser leicht lösliches Pulver, das Baumwolle in alkalischem Bade ohne Hülfe von Beize mit lebhaft gelbrother Nüance färbt.

II. Farbstoff aus Mono-*m*-methylbenzidin. Zur Darstellung des Mono-*m*-methylbenzidins wird eine abgekühlte Mischung von 10 kg Anilin und 42.5 kg Salzsäure (25 pCt.) mit 20 kg Eis versetzt und unter Kühlung mit einer Lösung von 7.8 kg Natriumnitrit (96 pCt. NaNO₂) in 20 kg Wasser diazotirt. Das Diazobenzolchlorid wird in 60 kg *o*-Toluidin eingetragen und 12 Stunden bezw. so lange gerührt, bis eine Probe, mit Salzsäureüberschuss erhitzt, keine Stickstoffentwicklung mehr zeigt. Hierauf wird der Ueberschuss von *o*-Toluidin mit Dampf abgetrieben. Das so entstandene Amidoazobenzoltoluol enthält wechselnde Mengen von *o*-Amidoazotoluol; für die weitere technische Verwendung ist die Abtrennung desselben nicht nöthig. 10 kg des wie vorstehend erhaltenen Amidoazobenzoltoluols werden dann in 100 kg Sprit (95 pCt.) gelöst, die Lösung wird mit 12.5 kg Schwefelsäure (66° B.) unter Kühlen und beständigem Rühren versetzt. Zu dem auf Nullgrad abgekühlten Brei giebt man eine Lösung von 3.4 kg Natriumnitrit (96 pCt. NaNO₂) in 4.5 kg Wasser. Nach Zusatz derselben rührt man noch einige Stunden unter Kühlen und erhitzt schliesslich unter beständigem Rühren im Wasserbad am Rückflusskühler bis zur Beendigung der Stickstoffentwicklung, worauf der Alkohol abdestillirt wird. 10 kg des so erhaltenen und gereinigten Azobenzoltoluols werden dann in 20 kg Sprit (95 pCt.) unter Erwärmen gelöst; die warme Lösung wird in eine Lösung von 26 kg Zinnchlorür (SnCl₂ + 2 aqu) in 60 kg Salzsäure (25 pCt. HCl) allmählich eingetragen.

¹⁾ Diese Berichte XVII, 3, 471.

Man erhitzt auf dem Wasserbade, bis die Mischung durch Ausscheidung von Krystallen des entstandenen *m*-Methylbenzidinchlorhydrats eine weisse Färbung angenommen. Die zinnfrei gemachte Lösung versetzt man mit einer Lösung von 20 kg Glaubersalz in 40 kg Wasser, wodurch das Sulfat des *m*-Methylbenzidins als weisser krystallinischer Niederschlag ausfällt. Zur Darstellung des rothen Naphtionsäure-Farbstoffes verfährt man wie unter I. beschrieben, mit der Modification, dass auf 10 kg Mono-*m*-methylbenzidinsulfat 20 kg Salzsäure (25 pCt. HCl) und 5 kg Nitrit für die Darstellung der Disazoverbindung und 24 kg krystallisirtes naphtionsaures Natron und 21 kg krystallisirtes essigsäures Natron für die Darstellung des Farbstoffes verwendet werden. Der Farbstoff stellt ein braunrothes, in Wasser leicht lösliches Pulver dar. Derselbe färbt ungebeizte Baumwolle in alkalischem Bad ohne Hülfe von Beize lebhaft roth, von mehr bläulicher Nüance als der unter I. beschriebene. Das Patent ist abhängig von dem ursprünglichen Congopatente 28753¹⁾.

H. D. Kendall in Lowell (V. St. A.). Verfahren zur Darstellung eines braunen Farbstoffes aus Dinitrosoresorcin. (D. P. 54615 vom 6. Juni 1889, Kl. 22.) 3 Gewichtstheile Dinitrosoresorcin in Teigform mit einem Wassergehalt von etwa 25pCt. werden in ein mit einem Rührwerk versehenes, irdenes Gefäss gebracht und nach und nach 1 Gewichtstheil einer Lösung von hydroschwefligsaurem Natrium (NaHSO_2) zugesetzt, die in bekannter Weise durch Reduction von Natriumbisulfid durch metallisches Zink erhalten wird. (75 l Natriumbisulfidlösung von 25° B., 10 kg Zink; Dauer 2½ bis 3 Stunden.) Diese Mischung wird beständig gerührt, wobei die Temperatur allmählig auf 57° C. steigt, welchen Temperaturgrad sie beibehält, bis die Reaction nach etwa einer Stunde beendet ist. Die resultirende, den neuen Farbstoff enthaltende Flüssigkeit hat eine röthlich braune Farbe. Der Farbstoff ist sowohl in Wasser, als auch in Alkohol, schwach sauren oder alkalischen Lösungsmitteln löslich; in Benzin hingegen ist er fast unlöslich. Baumwolle kann mit dem »Essaeine« genannten Farbstoff mittelst der üblichen Beizen gefärbt werden; am besten eignen sich dazu aber Chrombeizen, da hierdurch Färbungen erzielt werden, die ausserordentlich rein und glänzend und echt gegen alle Einwirkungen von Seife, Licht, Luft, Säuren und Alkalien sind. Wolle und Seide können ebenfalls unter Anwendung der bekannten Verfahren damit gefärbt werden.

Brenn- und Leuchtstoffe. A. Kitson in Philadelphia, Pennsylvanien V. St. A. Verfahren und Apparat zur Erzeugung von Leucht- bezw. Heizgas. (D. P. 53823 vom 17. Januar 1890,

¹⁾ Diese Berichte XVII, 3, 453.

Kl. 26.) Das Verfahren besteht darin, dass in eine glühende Kohlenmasse von unten Dampf und Luft, sei es im Gemisch oder einzeln, und gleichzeitig von oben Dampf und flüssiger Kohlenwasserstoff einblasen wird, während die entstehenden Gase zur Mischung an einem mittleren Punkt in eine gemeinsame Ableitung abgesaugt werden. Der hierzu dienende Apparat ist ein sich nach unten erweiternder Schachtlofen, welcher mit den erforderlichen Hilfsapparaten zur Erzeugung überhitzten Dampfes, zum Einblasen des flüssigen Kohlenwasserstoffes, mit Zu- und Ableitungsröhren etc. ausgestattet ist.

Sprengstoffe. W. Schückher in Wien. Gekörntes rauchloses Schiesspulver, aus Nitrobenzol und Nitrostärke bestehend. (D. P. 54434 vom 25. März 1890, Kl. 78.) Zur Erzeugung solchen rauchlosen Schiesspulvers, werden 5 bis 10 pCt. Nitrobenzol mit 95 bis 90 pCt. Nitrostärke innig durch Abarbeiten mit den Händen vermengt, worauf die so gemengte Masse zunächst in Kugelmühlen, wie sie bei der Fabrikation des schwarzen Schiesspulvers üblich sind, durch 6 bis 12 Stunden gemahlen wird. Das auf diese Weise erhaltene, ziemlich trockene Pulver wird bei einem Drucke von etwa 1000 kg per Quadratcentimeter in Kuchen gepresst, welche man dann mittelst der gleichfalls bei der Pulverfabrikation in Verwendung stehenden Körnmaschine körnt. Die Körner rundet man, indem man sie 10 bis 16 Stunden in grossen rotirenden Trommeln belässt, und schliesslich werden sie in ähnlichen Trommeln polirt und mit Graphit überzogen.

St. H. Emmens in Emmens (County of Westmoreland, V. St. A.). Verfahren zur Herstellung eines Nitrocellulose und Ammoniumpikrat enthaltenden Sprengstoffes. (D. P. 54528 vom 11. März 1890, Kl. 78.) Die Erfindung bezweckt die Herstellung schiessbaumwollartiger Sprengstoffe von grösserer Dauerhaftigkeit und zugleich grösserer Sprengkraft als bisher. Die Herstellung geschieht in der Weise, dass nitrirtes Papier oder solche Papiermasse mit einer Lösung von kohlensaurem Ammoniak, darauf mit einer solchen von Pikrinsäure getränkt und sodann der Einwirkung von Ammoniakgas bis zur Sättigung der Pikrinsäure ausgesetzt wird.