

## Bericht über Patente

von

Ulrich Sachse.

Berlin, 1. März 1893.

**Instrumente.** Fr. Frh. von Lupin in München. Flüssigkeits-Thermometer. (D. P. 66445 vom 18. Februar 1892, Kl. 42.) An mit Alkohol gefüllten Minimumthermometern macht sich häufig der Uebelstand bemerkbar, dass vom Fadenende Flüssigkeit abdunstet und sich am Rohrende condensirt, sodass die Angaben des Thermometers unrichtig werden. Dies lässt sich vermeiden, wenn man Schwefelsäure von 36—40 pCt. Monohydratgehalt oder Chlorcalciumlösung mit ca. 15 pCt. Gehalt zur Füllung benutzt. Diese Flüssigkeiten lassen bei den in Betracht kommenden Temperaturen kein Wasser abdunsten und gefrieren erst unter 80° C.

**Metalle.** C. Höpfner in Giessen. Zugutemachung kupferhaltiger Laugen, (D. P. 66096 vom 2. Juli 1890, Kl. 40.) Die Lauge wird, falls das Kupfer als Sulfat darin enthalten ist, mit einer äquivalenten Menge Alkalichlorid oder falls sie überschüssiges Alkalichlorid enthält, mit einer dem letzteren äquivalenten Menge Kupfersulfat versetzt und sodann metallisches Kupfer, Kupferoxydul oder Kupferoxydulcarbonat zugefügt, wodurch etwa vorhandenes Silber als Metall, das Kupfer dagegen als Chlorür niedergeschlagen wird. Die hinterbleibende Lösung kann sodann auf das in ihr enthaltene Alkalisulfat weiter verarbeitet werden.

A. Pertsch in Frankfurt a/M. Elektrolytische Gewinnung von Zink, Eisen, Blei, Kupfer unter Zusatz von Oxalat. (D. P. 66185 vom 20. März 1892, Kl. 40.) Die die Haloidverbindungen der genannten Metalle enthaltende Lösung, welche der Elektrolyse unterworfen werden soll, wird mit dem oxalsauren Salz des auszuscheidenden Metalles versetzt.

W. L. Brockway in New-York, City (V. St. A.). Verfahren zum Entzinnen von Weissblech. (D. P. 66350 vom 13. Mai 1891, Kl. 40.) Die zu entzinnenden Eisen- und Stahlgegenstände werden in einer Heizkammer unter Luftabschluss bis zur Rothgluth erhitzt, wodurch die Adhäsion zwischen dem Zinn und dem Grundmetall aufgehoben und eine vollkommene Trennung ohne Anwendung mechanischer Mittel erreicht wird.

J. B. Hasenclever & Söhne in Remscheid. Darstellung von Metallen und Metalloïden, insbesondere der Metalle der Alkalien, alkalischen Erden und Erden. (D. P. 65921 vom 11. Januar 1891, Kl. 40.) Das Erz, welches das Metall oder Metalloïd enthält, wird in Gegenwart eines Reductionsmittels (Kohle, Zink u. s. w.), welches die mit dem Metall bezw. Metalloïd verbundenen Stoffe aufnehmen oder entfernen soll, in einem geeigneten Raum der Einwirkung von Wärme und von Reibungselektricität (erzeugt durch Influenzmaschine, Reibungsmaschine u. dergl.) oder Inductionselektricität (erzeugt durch einen Ruhmkorff'schen Funkeninductor oder dergl.) ausgesetzt. Um beim Entstehen eines Vacuums in dem Reductionsraum ein Eindringen von atmosphärischer Luft zu verhindern, steht der Ofen mit einem Cylinder in Verbindung, welcher mit glühendem Koks angefüllt ist.

E. Placet und J. Bonnet in Paris. Elektrolytische Gewinnung von Chrom. (D. P. 66099 vom 5. December 1890, Kl. 40.) Man löst ein Chromsalz in soviel Wasser auf, dass dieses etwa zum fünften Theil gesättigt ist, fügt sodann das abzuscheidende Metall chemisch nicht beeinflussende Stoffe, z. B. Alkali- oder Erdalkalisulfate oder Chloride, allein oder in Verbindung mit organischen Stoffen, z. B. Gummi oder Dextrin, bis zur Sättigung hinzu und elektrolyst dieses Gemisch in kaltem oder warmen Zustande. Dabei muss der Chromsalzgehalt des Bades möglichst constant gehalten werden.

M. Krieg in Magdeburg. Verfahren zur Gewinnung von metallisch reinem Wolfram unter theilweiser Benutzung des durch Patent 40354<sup>1)</sup> geschützten Verfahrens. (D. P. 66177 vom 27. Septbr. 1891, Kl. 40.) Das Verfahren besteht darin, Chlorverbindungen des Wolframs herzustellen, diese zu zerlegen, in Wolframsäure überzuführen und diese letztere sodann in geeigneter Weise zu metallischem Wolfram zu reduciren. Aus Wolframmineralien und Retortenkoks werden nach dem Verfahren des Patentes 40354 Bogenlichtelektroden hergestellt, und durch dieselben unter gleichzeitiger Einwirkung von Chlorgas ein starker elektrischer Strom geführt. Hierdurch werden salzsaure Wolframverbindungen gewonnen, die sodann mit kochender conc. Salzsäure behandelt werden. Hierbei erhält man schliesslich in Salzsäure unlösliches Wolframsäureanhydrid, welches durch Auswaschen gereinigt, sodann getrocknet und wiederum mit Kohlenpulver zu Elektroden geformt wird. Diese werden in einem luftdicht verschlossenen Gefässe mit hochgespannter Elektricität behandelt, wobei metallisches Wolfram erhalten wird.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 21, 3, 106.

**Soda.** A. Kind in Mailand. Verfahren zur Darstellung von Krystallsoda in kleinen Krystallen. (D. P. 66327 vom 12. Mai 1891, Kl. 75.) Man mischt 100 Th. Ammoniaksoda in Form eines feinen Pulvers allmählich und unter fortwährendem Rühren mit ca. 70 Th. Wasser von 80—90° C. und bearbeitet mechanisch die erhaltene teigige Masse so lange, bis alles Wasser gebunden ist. Ein schäumendes Waschpräparat erhält man, indem man dem Wasser vor dem Mischen eine beliebige Menge Seife zusetzt.

**Plastische Massen u. dergl.** H. Koller in Wien. Verfahren zur Herstellung einer plastischen Masse als Ersatzmittel für Celluloïd. (D. P. 66055 vom 29. März 1892, Kl. 39.) Möglichst dickflüssiges stark concentrirtes Collodium, welches man durch Eintragen von Nitrocellulose in Aetheralkohol, Methyläther, Essigäther, Aceton oder Mischungen dieser Stoffe bis zur vollständigen Sättigung des Lösungsmittels erzeugt, mischt man in einem Autoclaven mit einer breiartigen Masse aus nitrirter Wolle oder nitrirtem Papier, welches mit Terpentinöl getränkt ist, in welchem Schwefel, Ricinusöl und Harz oder Terpentinharz, Schellack, Colophonium, Mastix, Canadabalsam, Copalharz gelöst sind. Die erhaltene Mischung erhitzt man im Autoclaven vorsichtig auf 100—150° C., wobei gleichzeitig durch eine Druckpumpe die Spannung auf 12 Atmosphären gebracht wird. Das hierbei sich bildende völlig durchsichtige gallertförmige Gemisch formt man, z. B. zu dünnen Platten, welche als Träger der lichtempfindlichen Emulsionsschicht für photographische Zwecke verwendet werden, oder durch Pressen durch faconirte Querschnitte zu Schläuchen oder Riemen.

G. Hagemann in Ludwigshafen a. Rh. Korkähnliche Masse und Verfahren zu ihrer Herstellung. (D. P. 66240 vom 2. Februar 1892, Kl. 39.) Zerkleinerter Kork wird mit einer Lösung von nitrirter Cellulose (Schiessbaumwolle) in Aether und Alkohol getränkt und in den zur Formgebung benutzten Formen unter Druck so lange gelassen, bis ein grosser Theil des Lösungsmittels verdunstet ist und beim Oeffnen der Form die Masse ihre Form behält, bei kleineren Gegenständen 4—6 Tage. Die Formen sind, um die Verdunstung zu erleichtern, durchlocht und mit Drahtgewebe ausgekleidet. Das Product, der »Suberit« dient als Ersatz für Kork, z. B. zu Flaschenstopfen und zu Platten für Isolierzwecke.

E. de Soye in Paris. Verfahren, Gelatine oder andere plastische Stoffe mit Metallüberzügen zu versehen. (D. P. 66299 vom 2. Februar 1892, Kl. 39.) Man überzieht eine Platte von Glas oder Marmor, welche auch mit vertieften oder erhabenen Mustern versehen sein kann, auf bekannte Weise mit einem Metallüberzug, übergiesst diesen mit Gelatine und trennt nach vollständiger Austrock-

nung letztere von der Unterlage los, wobei das Metall auf der Gelatine haften bleibt. Mit Gold theilweise oder ganz überzogene Gelatineblätter sollen in der Photographie, in der Bilder- und Luxuspapierfabrikation verwandt werden.

M. von Kalkstein in Heidelberg. Verfahren zur Herstellung von Masse für Tintenlöscher, sowie für Schreib- und Tintenlösch-Unterlagen. (D. P. 65533 vom 13. Mai 1892, Kl. 70.) Zur Herstellung dieses Tintenlöschapparates bezw. der Schreiblösch-Unterlage dient eine gussfähige poröse Mineralmasse, welche wie folgt erhalten wird: 1 Gewichtstheil Kieselsäure, 1 Gewichtstheil kohlen saure Magnesia, 1 Gewichtstheil schwefelsaurer Kalk werden zusammen zu einem feinen Pulver gemahlen und gehen durch ein Sieb von 5000 Maschen auf das Quadratcentimeter. Das so gewonnene staubfreie Pulver wird mit  $1\frac{1}{4}$  Gewichtstheil Wasser zu einer Paste angerührt und durchgeknetet und dann während mehrerer Stunden auf ungefähr  $140^{\circ}$  erhitzt. Alsdann wird es in heissem Zustande wiederum gemahlen und entweder so belassen oder mit irgend einem passenden Theerfarbstoff bezw. einer Erd- oder Metallfarbe gefärbt. Drei Gewichtstheile des auf diese Weise erhaltenen Pulvers werden zur Herstellung der Löschiweige mit  $1\frac{1}{6}$  Gewichtstheil  $25^{\circ}$  warmen Wassers angerührt und in Metallformen gegossen. Das Gussstück wird nach der Erhärtung aus der Form genommen, mit einem in Wasser getauchten Schwamm gewaschen und in einen Ofen gebracht, in welchem ein Luftstrom von ungefähr  $80^{\circ}$  etwa 4 Stunden über dasselbe hinweggeleitet wird, in welcher Zeit die Trocknung vollzogen ist.

Farben, Lacke, Klebmittel. J. Castañeda in Mexico. Trennung der Druckerschwärze von der zum Abwischen gravirter Platten benutzten Gaze, zum Zweck der Wiederverwendung beider. (D. P. 66214 vom 23. März 1892, Kl. 15.) Die Gaze wird wiederholt mit Naphta ausgezogen, die erhaltene Fettlösung von der sich zu Boden setzenden Druckerschwärze getrennt und letztere durch Ersatz des Oeles, welches ihr bei der Extraction entzogen ist, wieder gebrauchsfähig gemacht, während die Naphta aus der Fettlösung durch Destillation zurückgewonnen wird.

B. B. Goldsmith in New-York (V. St. A.). Verfahren zum Lackiren von Holzgegenständen. (D. P. 66199 vom 11. November 1891, Kl. 22.) Ein äusserst feiner Glanz unter Erhaltung der natürlichen Farbe und des Kornes des Holzes wird dadurch erzielt, dass die Holzfläche mit einer Schicht von Pyroxylin oder einer Mischung von Pyroxylin mit Harz oder Harzen überzogen wird, ehe die gewöhnliche Harzlackschicht, welche den Glanz hervorbringen soll, aufgetragen wird. Auf die Harzlackschicht kann dann noch eine

Pyroxylinlackschicht kommen, um die erstere vor den zersetzenden Einflüssen der Luft zu schützen.

**E. Rauppach und L. Bergel in Lauchtel (Mähren).** Verfahren zum Leimen mittels Caseïnleims. (D. P. 66202 vom 12. Januar 1892, Kl. 22.) Die zu leimenden Flächen werden mit ammoniakalischem Caseïnleim (erhalten durch Vermischen von reinem Caseïn mit Ammoniak und Erwärmen des Gemisches) bestrichen und getrocknet, hierauf mit Kalkmilch überstrichen, und sodann aneinander gepresst. In der Fuge verbindet sich das Calciumoxyd der Kalkmilch mit dem Caseïn unter gleichzeitigem Freiwerden des Ammoniaks. Das entstandene Calciumcaseat bindet die Flächen ungemein schnell und fest aneinander.

**Medicamente.** **W. Kirchmann in Ottensen.** Verfahren zur Herstellung von Pastillen aus stark reizenden Medicamenten. (D. P. 66244 vom 13. Februar 1892, Kl. 30.) Die Medicamente werden warm mit Gelatine zu einer Milch (Emulsion) verrieben, die erkaltete, steif gewordene Gelatine-Emulsion mit einem Pastillen- (Plätzchen-) stecher dosirt und dann mit elastischer Gelatine überzogen, die von Arzneistoffen frei ist. Eine solche Pastille ist geruchlos und zerfließt im Magen, ohne die Wände desselben zu reizen, langsam als Milch.

**Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld.** Insekten-Vertilgungsmittel. (D. P. 66180 vom 9. Februar 1892, Kl. 45.) Als sehr geeignetes Mittel zur Vertilgung der Nonnenraupe und anderer Insekten haben sich die wasserlöslichen Salze des Dinitro-*o*-kresols erwiesen. Dieselben sind für die Pflanzen absolut unschädlich, während Raupen und sonstiges Ungeziefer schon durch eine wässrige Lösung von 1:300 innerhalb 24 Stunden getödtet werden. Bei der Anwendung wird die wässrige Lösung in der oben angegebenen Verdünnung auf die von den Insekten angegriffenen Bäume und Sträucher gespritzt.

**Farbstoffe.** **Dahl & Comp. in Barmen.** Verfahren zur Darstellung eines blauschwarzen substantiven Trisazofarbstoffs aus Amidobenzolazo-naphtylamin und Naphtylendiaminsulfosäure. (D. P. 65834 vom 27. März 1892, Kl. 22.) Aus der  $\alpha$ -Naphtylamindisulfosäure II des Patentes 41957<sup>1)</sup> lässt sich eine Naphtylendiaminsulfosäure ( $\alpha_1 : \beta_3 : \alpha_2$ ) darstellen, welche mit gewissen Tetrazoverbindungen werthvolle Farbstoffe liefert. Als besonders hervorragead hat sich die Combination erwiesen, welche durch Einwirkung der Tetrazoverbindung des *p*-Amidobenzolazo- $\alpha$ -naphtylamins auf obige Naphtylendiaminsulfosäure entsteht. Dieser Farbstoff färbt Baumwolle tief blauschwarz an; durch Weiterdiazotiren

<sup>1)</sup> Diese Berichte 21, 3, 119.

auf der Faser und darauffolgende Combination mit *m*-Phenylendiamin erhält man ein tiefes Reinschwarz.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung von Isochinolin. (D. P. 65947 vom 18. März 1892, Kl. 22.) Das Lacton der Phenylglycerincarbon-säure (diese Berichte 15, S. 1493) verwandelt sich beim Erhitzen für sich auf 200—220° oder mit concentrirter Schwefelsäure in das Lacton der *o*-Phenyl- $\alpha$ -oxyacrylsäure. Wird diese Verbindung mit 10 Theilen Ammoniak (25 pCt) auf 100—150° erhitzt, so scheidet sich nach dem Erkalten das Ammonsalz der Isocarbostyrylcarbonsäure ab. Dieselbe liefert beim Destilliren mit der 20- bis 30fachen Menge Zinkstaub unter Abspaltung von Kohlensäure Isochinolin.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung von Aethern der *m*-Oxy-*p*-di-alkylamidobenzophenone. (D. P. 65952 vom 29. März 1892, Kl. 22.) Die aus den metasubstituirten Benzaldehyden erhaltlichen Triphenylmethanfarbstoffe lassen sich auch in der Weise darstellen, dass man von metasubstituirten Benzophenonen ausgeht. Man stellt zu diesem Zweck zunächst das Anilid der Methoxyl- oder Benzyl-*m*-oxybenzoësäure dar, verwandelt dieselben durch Behandeln mit Phosphoroxychlorid und einer tertiären Base in farbstoffartige Condensationsproducte, welche durch Erhitzen mit verdünnten Säuren sich in Anilin und die betreffenden Benzophenone spalten. Es sind auf diese Weise dargestellt worden: *m*-Methoxy-*p*-dimethylamidobenzophenon; Schmp. 67°; *m*-Methoxy-*p*-diäthylamidobenzophenon; Schmp. 121°; *m*-Aethoxy-*p*-dimethylamidobenzophenon; Schmp. 90°; *m*-Aethoxy-*p*-diäthylamidobenzophenon; Schmp. 104°; *m*-Benzyloxy-*p*-dimethylamidobenzophenon; Schmp. 86°.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung eines gelben basischen Farbstoffes der Acridinreihe. (D. P. 65985 vom 2. April 1892, Kl. 22.) Bei der Einwirkung von *m*-Nitranilin auf salzsaures *p*-Toluidin bei Gegenwart von Eisenchlorid entsteht ein gelber basischer Farbstoff, der das erste Homologe des Phosphins in der Gruppe des Diamidophenylacridins darstellt. Die freie Base ist fast unlöslich in Wasser, löslich in Benzol, Alkohol und Aether mit gelber Farbe und grüner Fluorescenz. Schmp. 230°. Das salpetersaure Salz ist in Wasser leicht löslich und färbt Wolle, Seide und tannirte Baumwolle röthlichgelb. Zur Darstellung des Farbstoffes werden 100 Theile salzsaures *p*-Toluidin, 30 Theile *p*-Toluidin und 10 Theile Eisenchlorür auf 190—200° erhitzt, worauf man 30 Theile *m*-Nitranilin einträgt. Die Schmelze wird wiederholt mit Salzsäure ausgekocht und mit Kochsalz und Chlorzink der Farbstoff gefällt.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung blauvioletter, blaugrüner bis schwarzer, secundärer Disazofarbstoffe aus 1. 8-Dioxy-naphtalinsulfosäuren. (D. P. 66021 vom 25. März 1891; II. Zusatz zum Patente 61707 <sup>1)</sup> vom 8. Oktober 1889, Kl. 22.) Ausser den in der Patentschrift 61707 genannten Amidosulfosäuren lassen sich in diesem Verfahren auch noch folgende Verbindungen in vorzüglicher Weise zur Darstellung von beizenfärbenden secundären Disazofarbstoffen benutzen: Xylidinmonosulfosäure, die  $\alpha$ -Naphtylamin-sulfosäuren der Patente 56563 <sup>2)</sup>, 27346 <sup>3)</sup>, 45776 <sup>4)</sup>, die  $\gamma$ -Amidonaphtolmonosulfosäure und 1. 8-Amidonaphtol-3. 6-disulfosäure. Die Darstellung der Farbstoffe geschieht in der Weise, dass man diese Verbindungen mit  $\alpha$ -Naphtylamin kuppelt, die entstandenen Amidoazoproducte weiter diazotirt und mit den 1. 8-Dioxy-naphtalinsulfosäuren vereinigt. Die Farbstoffe erzeugen auf Wolle im sauren Bad, sowie auf chromgebeizter Wolle grünstichige, blauebisschwarze Nuancen.

L. Cassella & Co. in Frankfurt a. M. Verfahren zur Darstellung einer  $\beta$ -Naphtylamin- und  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure (C). (D. P. 65997 vom 13. Dezember 1890, Kl. 22.) Bei der Behandlung von 1. 5-Naphtalindisulfosäure mit einer Mischung von concentrirter Schwefelsäure und Salpetersäure von 40° B. bei ca. 0° entsteht neben der  $\alpha$ -Nitronaphtalindisulfosäure (1. 4. 8) eine  $\beta$ -Nitroverbindung, deren Natronsalz im Gegensatz zu dem der ersteren in Wasser schwer löslich ist und welche die Constitution ( $\text{NO}_2 : \text{SO}_3\text{H} : \text{SO}_3\text{H} = 2 : 4 : 8$ ) besitzt. Durch Reduction entsteht daraus die entsprechende Amidodisulfosäure, welche durch die Schwerlöslichkeit ihrer Diazoverbindung, sowie durch die Unfähigkeit, sich mit Diazoverbindungen zu vereinigen, charakterisirt ist. Beim Erhitzen mit Wasser entsteht aus der Diazodisulfosäure glatt die  $\beta$ -Naphtoldisulfosäure (2 : 4 : 8), welche mit Diazosalzen besonders reine und echte Farbstoffe liefert.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung von Triphenyl- bzw. Diphenyl-naphtylmethanfarbstoffen. (D. P. 66072 vom 14. August 1891, III. Zusatz zum Patente 58483 <sup>5)</sup> vom 22. August 1890, Kl. 22.) Das Verfahren des Hauptpatentes wird in der Weise abgeändert, dass man an Stelle von 1 Mol. alkylsubstituirtter Amidobenzhydrole 2 Mol. auf je 1 Mol. einer aromatischen Sulfo- oder Carbonsäure einwirken lässt. Die Darstellung der Leukokörper geschieht in der Weise, dass man die nach dem Verfahren des Hauptpatents hergestellten Leuko-

<sup>1)</sup> Diese Berichte 25, 3, 488 und 702.    <sup>2)</sup> Diese Berichte 24 3, 682.

<sup>3)</sup> Diese Berichte 17, 3, 266.    <sup>4)</sup> Diese Berichte 21, 3, 917.

<sup>5)</sup> Diese Berichte 52, 3, 356 und 24, 3, 873 und 926.

verbindungen in concentrirter Schwefelsäure bei 60—70° mit einem zweiten Molekül Hydrol zusammenbringt. Weniger vortheilhaft ist es, das Gemenge von 2 Mol. Hydrol und 1 Mol. der betr. Componenten in concentrirter Schwefelsäure auf 60—70° zu erwärmen. Bei der Oxydation zu den Farbstoffen werden hier 2 Mol. Bleisuperoxyd angewendet. Die Farbstoffe zeigen stark basische Eigenschaften und eignen sich vor allem zum Baumwolldruck, wobei schwarzblaue Nuancen erzeugt werden.

Actiengesellschaft für Anilinfabrikation in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Rosanilinreihe. (D. P. 66125 vom 25. Februar 1892, Kl. 22.) Nach den Angaben der Patentschrift 30357<sup>1)</sup> kann man durch gemeinsame Oxydation von Methylanilin mit primären aromatischen Basen Rosanilinfarbstoffe erhalten. Bessere Resultate erhält man bei Anwendung von Chlor-methyl und Anilin bezw. Toluidin. Man erhitzt zu diesem Zweck z. B. ein Gemisch von salzsaurem *o*-Toluidin, Toluidin, Chlormethyl, *o*-Nitrotoluol und Eisenchlorür in einem geschlossenen Gefäss auf 150°. Nach Beendigung der Reaction wird der Farbstoff nach dem Abblasen der unangegriffenen Oele mit Kochsalz gefällt.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen aus Alizarinbordeaux. (D. P. 66153 vom 21. Februar 1891; IV. Zusatz zum Patente 62018<sup>2)</sup> vom 12. Juni 1890, Kl. 22.) Bei der Oxydation von Alizarinbordeaux mit Braunstein und Schwefelsäure entstehen im Wesentlichen drei verschiedene Endproducte: das Alizarinpentacyanin, das Alizarinhexacyanin und das Alizarinhexaoxyanthrochinon. Ersteres bildet sich ausschliesslich, wenn die Oxydation bei nicht zu hoher Temperatur (bei ca. 25°) und mit einer nicht zu grossen Menge Braunstein ausgeführt wird. Bei weiterer Oxydation oder bei höherer Temperatur entstehen daraus zwei isomere Hexaoxyanthrachinone, das Alizarinhexacyanin und das Hexaoxyanthrachinon des Patents 64418<sup>3)</sup>. Dieselben können mittels ihrer Hexaacetylverbindungen leicht getrennt werden, da diejenige des Hexacyanins in Aceton leicht löslich ist, die isomere Verbindung dagegen sich in diesem Mittel als fast unlöslich erweist. Die beiden Cyanine sind scharf durch die Absorptionsspectren ihrer Lösungen in concentrirter Schwefelsäure unterschieden. Bei der Oxydation des Alizarinbordeaux treten die sogen. Zwischenproducte auf, welche als Anthradichinone bezeichnet werden, da sie ausser der Doppelketongruppe des Anthrachinons noch eine wahre Chinongruppe enthalten. Diese Anthradichinone entstehen meist, wenn die Oxydation bei relativ niedriger Temperatur ausgeführt

<sup>1)</sup> Diese Berichte 18, 3, 8.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 25, 3, 611 u. 612.    <sup>3)</sup> Diese Berichte 25, 3, 886.



wird; sie zeigen alle Eigenschaften der wahren Chinone, vor allem die leichte Reducirbarkeit mittels schwefliger Säure, wobei die entsprechenden Hydrochinone, die Cyanine, entstehen. Das Chinon des Pentacyanins färbt Chrombeizen rothstichiger als das Chinon des Hexacyanins.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Ueberführung tetraalkylierter Rhodamine in höher alkylierte Farbstoffe. (D. P. 66238 vom 12. December 1891, Kl. 22.) Die als Rhodamine bezeichneten *m*-Amidophenolphthaleine vermögen als Farbbasen durch die Einwirkung von Halogenalkylen in neue Farbstoffe überzugehen, welche als Anisoline bezeichnet werden. Dieselben besitzen einen blauerer Farbenton, stärker basischen Charakter und grössere Affinität zur Faser als die Ausgangsproducte. Sie können entweder als Ammoniumverbindungen oder als Ester der betreffenden Phtaleine aufgefasst werden. Die Darstellung geschieht in der gebräuchlichen Weise, indem man die Rhodaminbasen in alkoholischer Lösung mit Methyl-, Aethyl-, Isoamyl-, Benzyl-, Methylen- und Aethylenchlorid bezw. den entsprechenden Brom- oder Jodverbindungen unter Druck auf eine Temperatur von über 100° erhitzt. Die Anisoline färben Bromwolle auch ohne Hülfe von Beizen.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung von *m*-Amidobenzaldehyd in wässriger saurer Lösung. (D. P. 66241 vom 5. Februar 1892, Kl. 22.) *m*-Nitrobenzaldehyd lässt sich in der Form seiner Bisulfitverbindung durch Behandeln mit Eisenvitriol und Schlemmkreide quantitativ zu *m*-Amidobenzaldehyd reduciren. Die Reactionsflüssigkeit wird in der in der Patentschrift 62950<sup>1)</sup> angegebenen Weise weiter verarbeitet und liefert dann beim Uebersättigen mit Alkali den als Anhydro-*m*-amidobenzaldehyd bezeichneten Körper.

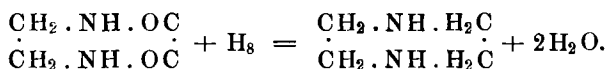
L. Cassella & Co. in Frankfurt a. M. Verfahren zur Darstellung von Trisazofarbstoffen aus Amidonaphtholdisulfosäuren. (D. P. 66351 vom 7. Juni 1891; Zusatz zum Patente 65651<sup>2)</sup> vom 28. Februar 1891, Kl. 22.) Die aus 1 Molekül *p*-Nitranilin mit Amidonaphtholdisulfosäure H dargestellten Azofarbstoffe vermögen mit 1 Molekül der Tetrazoverbindungen der *p*-Diamine sogen. Zwischenproducte zu bilden, welche dann mit einem weiteren Molekül eines Phenols oder Amins bezw. deren Sulfo- und Carbonsäure werthvolle Farbstoffe liefern. Dieselben färben Wolle im sauren Bad, ungebeizte Baumwolle im salzhaltigen, neutralen oder schwach alkalischen Bad grün bis blauschwarz.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 25, 3, 830.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 26, 3, 167.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung secundärer Disazofarbstoffe mit einem  $\alpha$ -Naphtylaminrest in Mittelstellung aus Dioxynaphtalindisulfosäure. (D. P. 66371 vom 21. Mai 1889, Kl. 22.) Violett bis blauschwarz färbende Azofarbstoffe für Wolle bilden sich, wenn man die Diazoverbindungen, welche durch Paarung von Diazosulfosäuren mit  $\alpha$ -Naphtylamin und nachfolgender Diazotirung entstehen, auf diejenige Dioxynaphtalindisulfosäure einwirken lässt, welche durch Verschmelzen der  $\beta$ -Naphtoltrisulfosäure des Patentes 22038<sup>1)</sup> mit Alkali erhalten wird. Die Combination mit  $\alpha$ -Naphtylamin findet in salzsaurer, die zweite mit der Dioxynaphtalindisulfosäure in essigsaurer oder alkalischer Lösung statt. Die Nuancen der zahlreichen, auf diese Weise dargestellten Farbstoffe bewegen sich zwischen rothviolett und rein blau.

**Organische Verbindungen, verschiedene.** Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering) in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Piperazin. (D. P. 66461 vom 15. Juli 1892, Kl. 12.) Aethylenoxamid,  $C_2H_4(NH)_2 \cdot C_2O_2$ , wird durch Einwirkung von Reductionsmitteln, wie Zinkstaub und Natronlauge oder metallischem Natrium, in Piperazin übergeführt. Die Reaction vollzieht sich nach der Gleichung:



Anilinöl-Fabrik A. Wülfing in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung von *o*-Nitranilin. (D. P. 66060 vom 7. April 1892, Zusatz vom Patente 65212<sup>2)</sup> vom 30. Oktober 1891, Kl. 22.) Die Darstellung von *o*-Nitranilin aus der im Hauptpatent beschriebenen Dinitrooxaniliddisulfosäure kann auch in der Weise ausgeführt werden, dass man an Stelle von Salzsäure unter Druck verdünnte Schwefelsäure bei 120—150° anwendet. Die Ausbeute beträgt dabei ca. 75 pCt. der Theorie.

<sup>1)</sup> Diese Berichte 16, 1, 981.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 26, 3, 115.