

Bericht über Patente

von

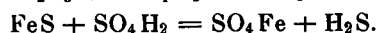
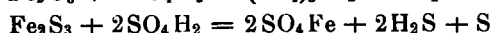
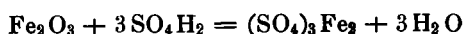
Ulrich Sachse.

Berlin, den 29. April 1894.

Elektrolyse. W. Spilker in Berlin. Anode zur Elektrolyse von Salzlösungen. (D. P. 73221 vom 29. Juli 1893, Kl. 75.) Die Erfindung bezweckt die Beseitigung des Uebelstandes, dass bei der Elektrolyse von Lösungen unter Anwendung von unlöslichen Anoden, wie z. B. von Kohle, nach längerem Betriebe stets eine Gaspolarisation auftritt und dann selbst die härtesten Retortengraphitanoden nach gar nicht langer Zeit zerstört werden. Dies erreicht der Erfinder durch eine aus Kohle und Blei bestehende Anode, welche Metalle, z. B. in Form von Stäben, derart nahe an einander gerückt und ausserhalb oder auch innerhalb des Elektrolyten durch eine gemeinsame Leitung mit einander derart verbunden sind, dass beide an der Elektrolyse theilnehmen. Die Blei-Kohlen-Anode erleidet z. B. während der Elektrolyse von Kochsalz folgende Veränderungen: Das Blei bedeckt sich im Anfang mit einem weissen Belag von Bleichlorid, der aber allmählich in einen nicht sehr festen braunen Ueberzug von Bleisuperoxyd übergeht, und ebenso bedeckt sich die Kohle mit einem fest anhaftenden Belage von Bleisuperoxyd. In dem Maasse, wie diese Bildung des Superoxyds fortschreitet, erhöht sich die Spannung, d. h. die Gaspolarisation nimmt ab und wird auf Kosten des ganz allmählich zerstörten Bleies aufgehoben. In der combinirten Anode kann die Kohle durch Platin ersetzt werden.

F. M. Lyte in London. Kohlen-Elektrode mit Metallkern. (D. P. 73364 vom 27. Juni 1893, Kl. 40.) Die Kohlen-Elektrode, welche bei der feuerflüssigen Elektrolyse Verwendung finden soll, besteht aus einem ausgehöhlten Kohlenstift, welcher zum Theil mit einem leichtschmelzbaren Metall (Zinn, Blei oder geeigneter Legirung) angefüllt wird. In die Höhlung der Kohle wird, nachdem das leichtschmelzbare Metall flüssig gemacht worden ist, ein aus schwerem schmelzbaren Metall bestehender, mit der Stromleitung in Verbindung stehender Stift eingesetzt, sodass er zum Theil in das leichtschmelzbare Metall taucht. Hierdurch wird ein guter Contact gesichert.

Metalloide. A. Buisine in Lille (Nord-Frankreich). Verfahren zur Darstellung von Schwefel aus Schwefelkiesen unter gleichzeitiger Gewinnung von schwefelsaurem Eisenoxydul. (D. P. 73222 vom 16. August 1893, Kl. 75.) Das Verfahren kennzeichnet sich dadurch, dass die an der Luft nur unvollkommen gerösteten Pyrite (Fe S_2) mit concentrirter heisser Schwefelsäure (60°B.) behandelt werden. Bei der Erhitzung auf etwa 100° tritt eine ziemlich heftige Reaction ein, unter Entweichen von Wasserdampf mit Spuren von Schwefel, schwefliger Säure und Schwefelwasserstoff, welche in einem Waschapparat zurückgehalten werden. Durch Auslaugen des Reactionsproductes mit heissem Wasser erhält man eine Lösung von schwefelsaurem Eisenoxydul und im Rückstande fast den gesamten Schwefel in ungebundenem Zustande, der entweder durch Schmelzen oder durch Auswaschen mit Schwefelkohlenstoff abgeschieden wird. Die Einwirkung der Schwefelsäure auf den unvollkommen gerösteten und dann hauptsächlich aus Eisenoxyd, Eineinhalbfach-Schwefeleisen und Einfach-Schwefeleisen bestehenden Pyrit verläuft nach folgenden Gleichungen:



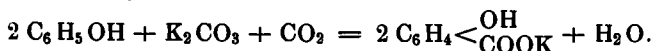
Der Schwefelwasserstoff reducirt aber das schwefelsaure Eisenoxyd: $(\text{SO}_4)_3\text{Fe}_2 + \text{H}_2\text{S} = 2\text{SO}_4\text{Fe} + \text{S} + \text{SO}_4\text{H}_2$; ist dabei Ueberschuss an Schwefelwasserstoff vorhanden, so zersetzt sich derselbe durch die Schwefelsäure: $3\text{H}_2\text{S} + \text{SO}_4\text{H}_2 = 4\text{S} + 4\text{H}_2\text{O}$. Es sind also die Producte des Processes einzig und allein Schwefel und schwefelsaures Eisenoxydul.

Metalle. K. Hoepfner in Frankfurt a. M. Darstellung von Kupferoxydul. (D. P. 73179 vom 19. Juli 1892, Kl. 40.) Das Verfahren besteht darin, dass gemahlene schwefelkupferhaltige Erze und Hüttenproducte mit einer zweckmässig erwärmten Lösung von Kupferchlorid in Kochsalzlauge ausgelaut werden. Die erhaltene Kupferchlorürlauge wird von den Rückständen getrennt und darauf von Silber, Wismuth, Eisen, Arsen, Antimon, Blei u. s. w. durch Zusatz von Kupferoxydul oder aber durch Alkalien, alkalische Erden u. s. w. gereinigt, worauf die nunmehr reine Kupferchlorürlauge getheilt wird. Die eine Portion wird durch Zusatz von Kupferoxydul oder Kupferoxydulcarbonat vom Kupfer befreit, die andere durch Einwirkung von Säuren unter dem Einfluss der atmosphärischen Luft wieder in Kupferchloridlauge umgewandelt, um von Neuem zur Erzlaugerei verwendet zu werden.

C. M. Allen in Butte City (Montana, V. St. A.). Verfahren und Ofen zur Verarbeitung roher sulfidischer Erze. (D. P.

73232 vom 25. April 1893, Kl. 40.) Das Verfahren besteht darin, dass das sulfidische Erz in einem Schachtofen niedergeschmolzen wird, wobei ein durch das unterhalb des Schlackenabflusses sich ansammelnde, geschmolzene Sulfid hindurchgeblasener Luftstrom das Sulfid zerlegt und die durch die Verbrennung des Schwefels erzeugte Wärme zum Schmelzen der rohen Sulfide verwendet wird. Die Düsen des Ofens sind mit einer Kammer verbunden, in welcher sich aus dem rohen Sulfid hergestellte Pfropfen befinden. Diese werden, wenn der Gebläsewind abgestellt werden soll, mittels einer Stange in die Düse hineingeschoben, in Folge dessen kein Metall aus dem Ofen in die Düse eindringen kann. Beim Wiederanlassen des Windes werden dieselben in den Ofen hineingestossen, wo sie, ohne den Betrieb zu stören, schmelzen.

Organische Verbindungen, verschiedene. S. Marasse in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Salicylsäure. (D. P. 73279 vom 21. Februar 1893, Kl. 12.) Man lässt auf ein inniges Gemisch von Phenol und Pottasche in einem geschlossenen Gefäss Kohlensäure bei erhöhter Temperatur (am vortheilhaftesten zwischen 130 und 160° C.) einwirken:

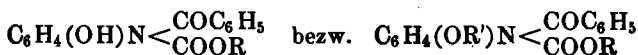


Hierbei ist es ganz besonders wichtig, die Pottasche im Ueberschuss anzuwenden, damit das Gemenge auch in der Wärme seine pulvrig-trockene, von der Kohlensäure leicht in allen seinen Theilen durchdringbare Beschaffenheit behält. Aus dem Reactionsgemisch wird in bekannter Weise die Salicylsäure durch Zusatz einer Mineralsäure gefällt und dann gereinigt.

E. Merck in Darmstadt. Darstellung der Benzoylverbindungen der *p*-Oxyphenylurethane oder deren Aether. (D. P. 73285 vom 2. Juni 1893; Zusatz zum Patente 69328¹⁾ vom 12. November 1892, Kl. 12.) In derselben Weise wie die Acetyl- und Propionylverbindungen der *p*-Oxyphenylmethane bezw. deren Aether



im Hauptpatent, lassen sich auch die Benzoylverbindungen derselben:



durch Benzoylirung (mit Benzoësäureanhydrid oder Benzoylchlorid) gewinnen. Diese neuen Körper bilden wohlcharakterisirte, krystallisirende Körper von vortheilhaften medicinischen Eigenschaften, analog den Acetyl- und Propionylverbindungen des Hauptpatentes.

¹⁾ Diese Berichte 26, Ref. 732.

Chemische Fabrik auf Actien (vorm. E. Schering) in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Piperazin. (D. P. 73354 vom 23. April 1893, Zusatz zum Patent 67811¹⁾ vom 13. Juli 1892, Kl. 12.) Anstatt, wie im Hauptpatent, Säurederivate des Aethylen-diamins auf Glycolnatrium einwirken zu lassen, kann man auch auf umgekehrtem Wege durch Erhitzen der Natriumverbindungen der Säurederivate des Aethylen-diamins mit wasserfreiem Glycol auf 170 bis 200° oder mit Aethylenchlorid oder -bromid auf niedrige Temperatur zum Piperazin gelangen. Bei Verwendung von Aethylenchlorid bezw. -bromid entsteht zunächst das Säurederivat des Piperazins, welches dann durch Säure oder Alkali verseift wird. Die genannten Natrium-Säurederivate des Aethylen-diamins erhält man, indem man Natrium entweder auf das geschmolzene Säurederivat oder auf das in einem geeigneten Lösungsmittel (z. B. Anilin) gelöste Säurederivat bei Siedetemperatur des Lösungsmittels einwirken lässt.

Actien-Gesellschaft für Anilinfabrication in Berlin. Verfahren zur Darstellung von Salol aus Polysalicyd und Phenol. (D. P. 73452 vom 14. April 1892, Kl. 12.) Das Polysalicylid $(C_7H_4O_2)_x$ der Patentschrift 68960²⁾ und Phenol werden in offenem Gefäss oder unter Druck auf Temperaturen von 180 bis 220° erhitzt. Aus dem Reaktionsgemisch wird durch fractionirte Destillation (am zweckmässigsten unter vermindertem Druck) das rohe Salol gewonnen, das durch Umkrystallisiren aus einem geeignetem Lösungsmittel gereinigt wird.

Fette. E. Petit in Paris. Verfahren und Apparat zur Mischung von Fetten mit Schwefelsäure. (D. P. 73271 vom 1. Juli 1892, Kl. 23.) Bei der Verseifung der Fette mittels verdünnter Schwefelsäure, wobei allerdings bessere Ausbeuten erzielt werden, als durch Verseifung mit Wasser oder mit Kalkwasser unter Druck, bilden sich doch Zersetzungsproducte, welche die Menge der Fettsäuren herabsetzen. Diese Nebenproducte bilden sich, weil die Säure mit den Fetten in Berührung kommt, ohne dass beide fein genug vertheilt sind. Um nun eine möglichst innige Mischung der Säure und der Fette zu bewirken, wird ein Cylinder benutzt, in welchem um eine Verticalachse drehbar eine Anordnung von Platten oder Tellern sich befindet. In je zwei, dicht übereinander angeordnete Teller gelangt aus einem Rohr in die eine die Säure, in die andere das Fett aus einem zweiten Zuleitungsrohr. Bei der Drehung des Apparates wird sowohl das Fett als die Säure in dünn ausgebreiteten Schichten an die Wand des Cylinders geschleudert, und auf diese Weise eine innige Mischung erreicht.

¹⁾ Diese Berichte 26, Ref. 560.

²⁾ Diese Berichte 26, Ref. 651.

L. Krause und J. Mayer in Wittenberge. Fractionirte Destillation von Wollfett. (D. P. 73379 vom 15. Februar 1893, Kl. 23.) Durch das Verfahren wird eine einfache und billige Verarbeitung des Wollfettes unter Trennung der Fettsäuren von den unverseifbaren Cholesterinen bezweckt. Dasselbe beruht darauf, dass die Fettsäure früher destilliren, als die Cholesterine. Die fractionirte Destillation kann mit überhitztem Wasserdampf ausgeführt werden, erfolgt jedoch einfacher trocken; in letzterem Fall müssen die gasförmigen Zersetzungsproducte abgeleitet werden. Die erste Hälfte des Destillats von hellgelber Farbe und niedrigem Schmelzpunkt besteht grösstentheils aus leicht verseifbaren Fettsäuren und wird als Lanolein bezeichnet; der andere Theil besitzt schwarzbraune Farbe und hohen Schmelzpunkt, und wird als »Rohcholesterin« zu verschiedenen Zwecken in der Fettindustrie benutzt.

Anstriche und Farbstoffe. Ch. Blancan in Paris. Anstrichmasse. (D. P. 73266 vom 16. December 1892, Kl. 22.) Die Masse besteht aus einer Mischung von Aluminiumpulver mit einer mittels Borax, kaustischen oder kohlen-sauren Alkalien hergestellten, concentrirten (10—30 pCt.) Schellacklösung. Zur Färbung setzt man auf 1 L etwa 1—20 g Anilinfarben zu. Zur Erhöhung der Geschmeidigkeit empfiehlt sich ein Zusatz von Auszügen aus Ochsen-galle, Quillayarinde, Seifenkraut u. dergl., welcher etwa $\frac{1}{10}$ bis $\frac{1}{20}$ des gelösten Schellacks betragen soll. Die Masse eignet sich zum Anstreichen und Drucken, sowie zum Gebrauch als Tinte und Malerfarbe.

L. Durand, Huguenin & Co. in Hünigen i. E. Verfahren zur Darstellung von Thiodioxydiphenylmethansulfosäuren. (D. P. 73267 vom 30. December 1892, Kl. 22.) Beim Eintragen von Dioxidiphenylmethan in eine Auflösung von Schwefelsesquioxid in concentrirter Schwefelsäure entstehen Sulfosäuren des Thiodioxydiphenylmethans. Durch Eingiessen der Reactions-masse in Eiswasser, Neutralisation mit Kalk und Umsetzung mit Soda erhält man die in Wasser leicht löslichen Natronsalze in Form eines braunen Pulvers; wird dieses Product mit 30procentiger Schwefelsäure auf 130° C. erhitzt, so bildet sich unter Abspaltung der Sulfogruppen Thiodioxydiphenylmethan, dessen alkalische Lösung im Gegensatz zu derjenigen der Sulfosäuren durch Mineralsäuren gefällt wird. Die neuen Körper lassen sich mit Diazoverbindungen zu Farbstoffen vereinigen.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Darstellung einer α_1 -Amido- α_3 -naphthol- β_4 -sulfosäure. (D. P. 73276 vom 3. Januar 1893, Kl. 22.) Nach den Angaben der Patentschrift 69555¹⁾ erhält man durch Sulfurirung

¹⁾ Diese Berichte 26, Ref. 849.

der Acetyl- α_1 -naphtylamin- α_3 -sulfosäure und darauffolgende Abpaltung der Acetylgruppe die α_1 -Naphtylamin- $\alpha_3\beta_4$ -disulfosäure; wird diese mit 3 Theilen Natronhydrat und 1 Theil Wasser bei 170° verschmolzen, so bildet sich die α_1 -Amido- α_3 -naphtol- β_4 -sulfosäure. Sie vereinigt sich mit Diazoverbindungen zu Azofarbstoffen von grosser Echtheit, welche die werthvolle Eigenschaft besitzen, auf der Faser weiter diazotirbar zu sein; mit salpetriger Säure entsteht eine orange-gelbe Diazoverbindung, welche ebenfalls zur Darstellung von Azofarbstoffen dienen kann. Von den bisher bekannten Amidonaphtol-sulfosäuren ist die vorliegende verschieden.

Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a./M. Verfahren zur Darstellung von Säurefarbstoffen der Malachitgrünreihe, der Sulfosäuren der Alkylderivate des Diamidodiphenyl-*m*-tolylcarbols. (D. P. 73303 vom 2. Februar 1893, Kl. 22.) *m*-Tolylaldehyd (Sdp. 199 — 200°) condensirt sich bei Gegenwart von concentrirter Schwefelsäure mit secundären und tertiären aromatischen Basen zu Leukokörpern, welche sulfurirt und oxydirt, oder erst oxydirt und dann sulfurirt, grüne bis blau-grüne Säurefarbstoffe liefern. In einer Tabelle sind die Reactionen für die Farbstoffe zusammengestellt, welche mittels Methyl-, Aethyl-, Dimethyl-, Diäthyl-, Methylbenzyl- oder Aethylbenzylanilin oder Methyl- oder Aethyl-*o*-toluidin erhalten werden. Die monoalkylirten Basen geben die blauen, die benzylirten die grünen Nüancen.

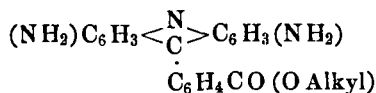
Farbwerke vorm. Meister, Lucius & Brüning in Höchst a. M. Verfahren zur Darstellung des in der Patentschrift 70885¹⁾ beschriebenen Farbstoffs aus *p*-Phenylendiamin und $\alpha_1\alpha_4$ -Dioxynaphtalin- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure. (D. P. 73321 vom 14. Mai 1893, Kl. 22.) Der in der Patentschrift 70885 beschriebene, blauviolette Amidoazofarbstoff aus *p*-Phenylendiamin und Chromotropsäure kann auch in der Weise dargestellt werden, dass man diazotirtes Acet-*p*-phenylendiamin mit der $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure kuppelt und den erhaltenen Farbstoff nach dem durch das Patent 70345²⁾ geschützten Verfahren mit Alkali oder Mineralsäure im offenen oder geschlossenen Gefäss einige Stunden auf ca. 100° erhitzt.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Darstellung von gelben Farbstoffen der Acridinreihe. (D. P. 73334 vom 20. Mai 1893, Kl. 22.) Wird die beim Erhitzen von Fluoresceïn mit Ammoniak entstehende Verbindung $C_{20}H_{15}N_3O_2$ (R. Meyer und Oppelt³⁾) in alkoholischer Lö-

¹⁾ Diese Berichte 26, Ref. 997. ²⁾ Diese Berichte 26, Ref. 955.

³⁾ Diese Berichte 21, 3367.

sung mit starken Mineralsäuren behandelt, oder in Form von Salzen mit Halogenalkylen erhitzt, so geht sie in esterartige Farbstoffe über, denen jedenfalls die Constitution



zukommt. Der Aethylester bildet ein orangefarbenes Pulver, das sich in Wasser und Alkohol mit rothgelber Farbe und starker gelbgrüner Fluorescenz löst. In concentrirter Schwefelsäure löst es sich mit gelber Farbe. Die (nicht zu verdünnte) wässrige Lösung giebt auf Zusatz von Salzsäure oder verdünnter Schwefelsäure, auch Salpetersäure, einen gelbrothen Niederschlag. Natriumacetat, Soda, Aetznatron oder Ammoniak erzeugen in der wässrigen Lösung einen orangegelben Niederschlag der Farbbase, welcher auf Zusatz von Alkohol leicht wieder gelöst wird. Auch Aether, Benzol u: s. w. lösen ihn reichlich; durch Ausschütteln mit verdünnter Salzsäure kann diesen Lösungen der Farbstoff wieder entzogen werden. In seinen Farbeigenschaften ist der Farbstoff sehr ähnlich dem Chrysanilin (Phosphin) und kann dasselbe in vielen Fällen mit Vortheil ersetzen.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Darstellung von Baumwollazofarbstoffen aus geschwefelten Basen und α_1 -Naphtol- β_2 -sulfosäure. (D. P. 73349 vom 5. Februar 1893, Kl. 22.) Während man bei der Kupplung der Diazverbindungen der sogenannten Thioamidbasen mit den α -Naphtolsulfosäuren im Allgemeinen nur unechte und technisch werthlose Nüancen erhält, hat sich gezeigt, dass man bei der Verwendung solcher α -Naphtolsulfosäuren, welche eine Hydroxyl- und eine Sulfo-Gruppe in Metastellung enthalten, zu äusserst blauen und hervorragend echten Farbstoffen gelangt; daraus erklärt sich auch die Bedeutung der unter dem Namen »Erika« bekannten Combination aus Thio-*m*-xylidin mit α -Naphtol- β_2 α_4 -disulfosäure (ϵ). Als besonders wichtig werden die Producte aus Dehydrothio-*p*-toluidin, -*m*-xylidin, - ψ -cumidin, deren Sulfosäuren, ferner aus Primulinbase und Primulin mit der α_1 -Naphtol- β_2 -monosulfosäure bezeichnet. Diese Farbstoffe erzeugen blaurothe Töne von grosser Lichtechtheit und Beständigkeit gegen Säuren und Alkalien.

Badische Anilin- und Sodafabrik in Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Darstellung von Azofarbstoffen mit *m*-Phenylendiamindsulfosäure. (D. P. 73369 vom 9. Juli 1893, Kl. 22.) Im Gegensatz zu den säureunechten Combinationsproducten der in Ann. d. Chem. 205, 104 beschriebenen *m*-Phenylendiaminsulfosäure liefert eine neuerdings hergestellte Isomere bei der Kupplung mit Diazverbindungen Azofarbstoffe, welche dem Echtgelb nahestehen

und gleichzeitig geringe Empfindlichkeit gegen Säuren zeigen. Die hier verwendete *m*-Phenylendiaminsulfosäure entsteht durch Einwirkung rauchender Schwefelsäure auf *m*-Phenylendiamin oder dessen Salze, wobei 2 Moleküle Anhydrid auf 1 Molekül des Diamins kommen müssen. Als werthvoll werden dargestellt die Combinationen mit den Diazoverbindungen des Anilins, *o*- und *p*-Toluidins, *m*-Xylidins oder des Primulins.

Kalle & Co. in Biebrich a. Rh. Verfahren zur Herstellung wasserlöslicher Bisulfitverbindungen des *o*-Nitrophenylmilchsäureketons. (D. P. 73377 vom 8. Januar 1893, Kl. 22.) Das Verfahren zur Ueberführung des *o*-Nitrophenylmilchsäureketons in wasserlösliche Verbindungen, um mittels der letzteren Indigo in der Faser zu erzeugen, gründet sich auf folgende Beobachtungen. Erwärmt man 1 Molekül des Ketons mit 1 Molekül Natriumbisulfit, so findet bei 50—55° fast augenblicklich Lösung statt, während oberhalb dieser Temperatur das gelöste Keton sich emulsionsartig wieder abscheidet. Die klare Lösung erstarrt beim Erkalten zu einer Paste von kleinen Kryställchen; die letzteren sind in dieser Form, sowie auch nach dem Trocknen in kaltem Wasser leicht löslich.

Sandoz & Co. in Basel. Verfahren zur Darstellung von Dialkylamidophenylnaphtylamin. (D. P. 73378 vom 3. Februar 1893, Kl. 22.) Beim Zusammenschmelzen unsymmetrisch substituierter aromatischer Diamine auf α - oder β -Naphtol entstehen dialkylierte Amidophenylnaphtylamine; die Schmelze wird wegen der leichten Oxydirbarkeit der Diamine zweckmässig unter Luftabschluss vorgenommen; Condensationsmittel sind dabei nicht nothwendig. Es wurden auf diese Weise dargestellt: *p*-Dimethyl- und Diäthylamidophenyl- α -naphtylamin, *p*-Dimethyl- und Diäthylamidophenyl- β -naphtylamin und *m*-Dimethylamidophenyl- β -naphtylamin. Diese Verbindungen krystallisiren aus Alkohol in Form schwach grünlich weisser bis blaugrau gefärbter Nadelchen; sie sollen theils zur Darstellung von Triphenylmethanderivaten, theils zur Synthese von Azinfarbstoffen Verwendung finden.

L. Cassella & Co. in Frankfurt a. M. Verfahren zur Darstellung von $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol aus $\alpha_1\alpha_4$ -Naphtylen-diamin- α_3 -sulfosäure oder $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- α_3 -sulfosäure. (D. P. 73381 vom 21. Februar 1893, Kl. 22.) Beim Erhitzen der $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- α_3 -sulfosäure mit verdünnter Schwefelsäure auf 140° wird die Sulfogruppe abgespalten und man erhält das $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol. Da jedoch die $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- α_3 -sulfosäure auch durch mässiges Erhitzen der $\alpha_1\alpha_4$ -Diamidonaphtalinsulfosäure

des Patentes 70019¹⁾ entsteht, so ist es selbstverständlich leicht möglich, auch durch Erhitzen der $\alpha_1\alpha_4$ -Diamidonaphtalin- α -sulfosäure mit verdünnter Schwefelsäure direct zum $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol zu gelangen. Das letztere krystallisirt als Sulfat aus der erkalteten Reactionsmasse aus.

Färben. Fr. Obermayer in Wien. Färben thierischer Fasern und Gewebe unter Erzeugung von Azoderivaten ihrer eiweissartigen Bestandtheile. (D. P. 73093 vom 12. August 1892, Kl. 8.) Das neue Verfahren geht von der bekannten Beobachtung aus, dass sich Wolle und Seide durch Behandlung mit salpetriger Säure und alkalischen Lösungen von Phenolen (wie Phenol, Resorcin, Pyrogallussäure, α - und β -Naphtol) in lebhaften Tönen färben lassen²⁾, was auf der Bildung von Diazoderivaten von eiweissartigen Bestandtheilen der Wolle und Seide und Combination der Diazokörper mit den Phenolen zu beruhen scheint. Diese Diazotirung nun lässt sich mit allen eiweissartigen Körpern und die Combination oder Kupplung wie in der Technik der Azofarbstoffe nicht nur mit Phenolen und deren Sulfon- und Carbonsäuren, sondern auch mit gewissen aromatischen Aminen ausführen, wobei lebhaftere, echte Färbungen entstehen. Thierische Fasern und Gewebe (Seide, Wolle, Haare, Rauhwaare, Leder, Horn) diazotirt man durch stark verdünnte kalte Lösungen von salpetriger Säure unter möglichstem Ausschluss von Licht, wäscht mit Wasser und ertheilt dann die Ausfärbung durch neutrale auf 80° erwärmte Phenollösungen oder kalte schwach ammoniakalische Alkaliphenolatlösungen oder durch verdünnte wässrige oder schwach essigsäure Aminlösungen oder verdünnte schwach essigsäure auf etwa 80° erwärmte Lösungen der Alkalisalze der Sulfosäure von Aminen oder verdünnte wässrige auf etwa 80° erwärmte Lösungen der freien Phenolcarbonsäuren. Auf diese Weise auf der Faser hergestellte Amidoazofarbstoffe lassen sich weiter in Disazofarbstoffe überführen, indem man sie weiter diazotirt und aufs Neue mit Phenolen oder Aminen kuppelt, sowie in ihrer Nüance abändert, indem man sie mit sehr verdünnten Lösungen von Kupferchlorid oder Eisenchlorid unter Zusatz von Salzsäure oder essigsäurem Zink oder mit einer mit der äquivalenten Menge Schwefelsäure angesäuerten Lösung von Kaliumbichromat erwärmt. Als Beispiele werden z. B. Ausfärbungen von diazotirter Wolle oder Seide mit β -Naphtol, α -Naphtol, Naphtionsäure und Paraphenylendiamin besprochen, welche bei β -Naphtol schön rothbraun, bei α -Naphtol und Naphtionsäure scharlachroth und bei Paraphenylendiamin tief blauschwarz sind; ferner sind beispielsweise die Ausfärbungen mit Anilin dunkelrothgelb, Phenol gelb,

¹⁾ Diese Berichte 26, Ref. 952.

²⁾ Richard, Moniteur scient. 1888 [4], 2, 1379.

Resorcin dunkelorange gelb, Tannin dunkelgelb, β -Naphtylamin orange gelb, α -Naphtylamin hellrothbraun, *m*-Phenylendiamin dunkelviolethroth und Benzidin holzbraun.

Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Co. in Elberfeld. Verfahren zur Erzeugung von Farbstoffen auf der Faser. (D. P. 73112 vom 17. December 1892; Zusatz zum Patent 68381¹⁾ [Kl. 22] vom 29. April 1892, Kl. 8.) Nach dem Hauptpatent entstehen bei der Einwirkung alkylirter Amidobenzhydrole auf gewisse Oxazine, besonders die aus Nitrosodialkylanilinen und β -Naphtol entstehenden Körper, mit grosser Leichtigkeit neue, zum Zeugdruck geeignete, werthvolle Farbstoffe. Dieselben Farbstoffe werden nun beim Druck selbst auf der Faser gebildet, wenn der Druckpaste innige Gemische der beiden Componenten: der Hydrole und der Oxazine, in molecularen Verhältnissen zugesetzt werden.

Plastische Massen u. dergl. E. und W. Gelinek in Komotau (Böhmen). Herstellung von Leimpatrizen. (D. P. 72965 vom 5. März 1893, Kl. 39.) Die Leimpatrizen stellt man dadurch her, dass man die trockene, nicht lackirte Gypsform wiederholt mit Thonwasser anfüllt, schwenkt und nach Ansetzen einer Thonschicht etwas trocknen lässt, worauf man in die zunächst lackirte und geölte Form geschmolzenen Tischlerleim giesst, welcher nach dem Erstarren als elastische Patrizie dient, welche um die Dicke des herzustellenden Gegenstandes concentrisch kleiner ist als die Gypsform. Die neuen Patrizien dienen zur Herstellung von Gegenständen aus Papierstoff.

R. Henriques in Berlin. Herstellung von Kautschuksurrogaten aus trocknenden Oelen und Chlorschwefel. (D. P. 73045 vom 17. Februar 1893, Kl. 39.) Das Verfahren unterscheidet sich von der bekannten Behandlung von trocknenden Oelen, wie Lein-, Rüb-, Mohn-, Hauf- und Cottonöl mit Chlorschwefel dadurch, dass man die Oele vor dieser Behandlung oxydirt, um schwefel- und chlorarme nicht klebrige Kautschuksurrogate zu erzielen, welche gegenwärtig unter der Bezeichnung »Faktis« schon vom Auslande her in den Handel gelangen. Es hat sich nämlich durch Versuche ergeben, dass genannte Oele, wenn man sie vorher bei höherer Temperatur der Luft aussetzt, wobei sie bekanntlich Sauerstoff absorbiren und die in ihnen enthaltenen Glyceride der Leinölsäure-Reihe in Glyceride von Oxylfettsäuren übergehen, sämmtlich bereits mit 18 pCt. Chlorschwefel und weniger, je nach der Menge des aufgenommenen Sauerstoffs, in sogen. Faktis umgewandelt werden, ja beim Leinöl kann man mit 10 pCt. Chlorschwefel auskommen. Man erhält so Producte, welche nur 4¹/₂ bis 6¹/₂ pCt.

¹⁾ Diese Berichte 26, 3, 633.

Schwefel und etwa gleich viel Chlor enthalten und wie die sogen. Faktis des Handels krümelige elastische Massen bilden, welche in allen Lösungsmitteln fast unlöslich sind, von alkoholischen Alkalilaugen aber unter Elimination des Chlors zu schwefelhaltigen Fettsäuren von gleichem Schwefelgehalt verseift werden. Die gewonnenen schwefel- und chlorarmen Faktis-Sorten liefern bei Zumischung von Kautschuk Waaren, welche stets weich und geschmeidig bleiben, während Kautschukwaaren, denen gewöhnliche Faktis-Sorten von höherem Schwefel- und Chlorgehalt zugesetzt sind, im Laufe der Zeit brüchig und schlecht werden.

W. Gutwasser in Königsberg i. Pr. Herstellung von Fussbodenplatten aus Holzmasse. (D. P. 73072 vom 3. Juni 1893, Kl. 39.) Wasserfeste und temperaturbeständige Parquett- und Mosaik-Fussbodenplatten werden durch Vermischen von Sägespänen bzw. Holzabfällen mit in Spiritus gelöstem Schellack und Käsekit und Pressen der Masse in erhitzten Formen hergestellt.

Holz. K. Grünhagen in Braunschweig. Verfahren zur Fournirung von Holz- oder Metallflächen mittelst Glas. (D. P. 72826 vom 15. October 1891, Kl. 38.) Eine durchsichtige Glasplatte wird auf ihrer Rückseite entsprechend bemalt und unter Einschaltung einer Zwischenlage aus Gewebe oder Pappe mit der Holz- oder Metallplatte durch ein Klebemittel verbunden. Es lässt sich so eine gute Verbindung des Holzes mit der Glasplatte, z. B. für Tischplatten, auch dann erreichen, wenn die Glasplatte nicht überall dicht anliegt. Durch Bemalung der Glasplatte kann man leicht jede Art Maserung oder Marmorirung täuschend nachahmen.

Fette und Oele. J. Meyer in Frankfurt a. M. Verfahren zur Herstellung von halb- und ganzconsistenten Oelen und Fetten. (D. P. 73283 vom 14. Mai 1893, Kl. 23.) Während die festen Mineralöl-Maschinenfette im Allgemeinen in der Weise hergestellt werden, dass man die verseiften Oele oder Fette in Mineralöl löst, kann nach diesem Verfahren die Verseifung vermieden werden. Es beruht darauf, dass eine Lösung von Wollfett in Mineralöl auf Zusatz von Kochsalzlösung fest wird. Durch Beimischung von Harz, Paraffin, Wachs u. dergl. können dem fest zu machenden Oele noch besondere Eigenschaften verliehen werden.

Sprengstoffe. O. Borgmann in Halle a. S. Verfahren zur Darstellung von Sprengstoffen unter Verwendung der aus Dinitrophenolen und Ammoniak bzw. aromatischen Amininen erhaltenen Verbindungen. (D. P. 72945 vom 2. Februar 1893, Kl. 78.) Der Sprengstoff besteht aus den salzartigen Verbindungen, die durch Vereinigung von Dinitrophenol oder -kresol

mit Ammoniak, Anilin, *o*-Toluidin, *p*-Toluidin oder α -Naphtylamin entstehen. Gewünschten Falles setzt man dem Sprengstoff noch Sauerstoffträger in Gestalt von Alkalinitraten zu.

O. Borgmann in Halle a. S. Verfahren zur Darstellung von Sprengstoffen unter Verwendung der aus Dinitrophenolen und Naphtalin bezw. den Nitroverbindungen des Benzols, Toluols oder Naphtalins erhaltenen Verbindungen. (D. P. 73205 vom 18. April 1893; Zusatz zum Patente 72945 vom 2. Februar 1893, Kl. 78, siehe vorstehend.) Stellt man den Sprengstoff nach dem Verfahren des Hauptpatentes dar, so kann wegen des hohen Schmelzpunktes des Dinitrophenol- bezw. Dinitrokresol-Ammoniaks nur ein trockenes und daher ungenügendes Mischen mit den Sauerstoffträgern vorgenommen werden. Es wurde daher empfohlen, eine der leicht schmelzenden Verbindungen der Dinitrophenole mit den aromatischen Aminen zuzusetzen. Diese Verbindungen lassen sich nun nach vorliegender Erfindung vortheilhaft durch Dinitrophenol-Naphtalin, Dinitro-*o*-Kresol-Naphtalin sowie die Nitroverbindungen des Benzols, Toluols oder Naphtalins ersetzen.