

vorgenommen werden darf, weil die Gefahr vorliegt, dass dies Säuregemisch nitrose Dämpfe absorbirt. Schon aus diesem Grunde ist die Aufschliessung ohne Salpetersäure zweckmässiger, aber auch weil in rein schwefelsaurer Lösung zugleich der Stickstoff bestimmt werden kann. Dies habe ich durch eine grosse Anzahl von Parallelbestimmungen mit Schwefelsäure-Kupfersulfat und Schwefelsäure-Phosphorsäure bestätigt, bei denen ich stets denselben Stickstoffgehalt im Knochenmehl gefunden habe. Ich setze übrigens die Schwefelsäure in 2 Portionen zu, die zweite erst, nachdem die Verkohlung durch die erste vollendet ist; dadurch ist auch ohne Paraffinzusatz die Gefahr des Überschäumens leicht zu vermeiden; sobald dann der braune Schaum zergangen ist, steigt die Flüssigkeit nicht mehr über.

Einer Anregung von O. Foerster (Chemzg. 1892, 109) folgend, habe ich in einer anderen Reihe von Parallelbestimmungen den Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat mit einer Lösung von 50 g Ammonnitrat im Liter 2,5 proc. Ammoniaks ausgewaschen in der Absicht, einen sich leichter weiss brennenden Rückstand zu bekommen, habe aber gefunden, dass man hierdurch leicht etwas zu wenig erhält und den Zweck oft doch nicht erreicht. Dagegen habe ich den Niederschlag zwar wie gewöhnlich mit reiner 2,5 proc. Ammoniakflüssigkeit ausgewaschen, dann aber, nachdem das Filter sammt Inhalt im Platinriegel gänzlich getrocknet war, ein paar cc concentrirter Ammonnitratlösung darauf getropfelt, dann bei bedecktem Tiegel vorsichtig erhitzt, bis keine Dämpfe mehr entwichen, und hierauf im schrägen gelegten offenen Tiegel stärker erhitzt. Auf diese Weise habe ich jedesmal in relativ kurzer Zeit blendend weisses Magnesiumpyrophosphat erhalten.

Nach der Uran-Methode hatte ich auf keinerlei Art befriedigende Resultate, obwohl ich dies auf einem neuen Wege zu erreichen hoffte. Ich berechnete mir, nachdem der aus Calciumphosphat erhaltene Titer keine übereinstimmenden Zahlen ergab, den Titer aus dem Knochenmehl selbst, deren Phosphorsäure nach gewichtsanalytischen Methoden bestimmt war; kam ich bei einer Reihe von Proben auf einen genügend übereinstimmenden Titer, so konnte ich diesen bei anderen Proben zu Grunde legen. Aber auch diese Abänderung führte nicht zum Ziel, weil die so errechneten Titer zu verschieden waren.

Bestimmung des Volums des Rückstandes im Kolben. Bei Gelegenheit vor-

stehender Arbeiten fiel es mir auf, dass in der Litteratur nirgends das Volum des beim Aufschliessen von Knochenmehl nach den vorigen Methoden verbleibenden Rückstandes berücksichtigt wird. Ich habe deshalb mehrfach den ganzen Rückstand auf einem Filter mit gypsumhaltigem Wasser einige Male ausgewaschen, getrocknet, dann so viel wie möglich vom Filter geschabt und dessen Volum im Pyknometer bestimmt. Dasselbe betrug bei 5 g Knochenmehl etwa 1,5 cc, einerlei, ob mit Schwefelsäure allein oder im Gemisch mit Salpetersäure aufgeschlossen war. Demgemäß setze ich 1,5 cc Wasser mehr zu und habe gleich eine entsprechende Marke am Halse des Zersetzungskolbens angebracht.

4. Reduction der Eisenoxydsalze durch Zink behufs Titrirung mit Chamäleon. Um mich über die Fehlerquellen und die Grösse der Differenzen zu informiren, löste ich eine grössere Menge Blumendraht, dessen Gewicht, nach Fresenius mit 0,996 multiplicirt, als reines Eisen angenommen wurde, in verdünnter Schwefelsäure auf und oxydirte mit Brom, das dann durch Abdampfen entfernt wurde. Aliquote Theile dieser Lösung wurden zur Reduction genommen; dieselbe geschah stets in einem Kolben mit Stopfen und zweimal gebogenem Glasrohr, das zur Abhaltung der Luft in Wasser tauchte. Der Titer der Chamäleonlösung war auf Oxalsäure gestellt und auf Eisen umgerechnet und auch direct aus Eisendraht erhalten. Als Resultat aus einer grossen Anzahl Bestimmungen fand ich, dass auf 250 cc Flüssigkeit der Eisengehalt nicht über 0,15 g betragen darf, dass hierauf nicht weniger wie 20 g Zink und 30 bis 50 cc concentrirter Schwefelsäure zuzusetzen sind, und dass vor Allem nach Schluss der Reduction, nicht früher wie nach 5 bis 6 Stunden, unter Luftabschluss gekocht werden muss. Nur wenn diese Bedingungen innegehalten sind, ist die Titrirung mit Chamäleon genau, andernfalls können ganz erhebliche Fehler gemacht, es kann sogar fast die doppelte Menge gefunden werden.

### Elektrochemie.

Vorrichtung zum Erhitzen von Tiegeln mittels eines elektrischen Lichtbogens von A. Ch. Gerard und E. A. G. Street (D.R.P. No. 78 237). Der Tiegel  $v$  (Fig. 32) ist in der Mitte des Ofens mittels

seines Randes auf dem ringförmigen Vorsprung eines Kohlenblockes *a* aufgehängt, welcher auf Absätzen eines aus feuerfestem Material bestehenden Blockes *g* ruht; letzterer liegt auf einem anderen, aus feuerfestem Material gebildeten Block *f*. Ein ebenfalls aus feuerfestem Material bestehender Block *h* bedeckt die oberen Theile von *a* und *g*, während zwei aus Kohlenstoff bestehende Blöcke *c* und *b* die innere Ofeneinrichtung vervollständigen. Diese Theile werden von einem Eisenrohr *w* umschlossen, welches an seinem unteren und oberen Ende von je einem, beispielsweise aus Bronze bestehenden und in nicht leitender Verbindung mit dem Rohre *w* stehenden Deckeln *j* und *j'* bedeckt ist. Die Mittel zur Verhinderung der elektrischen Verbindung zwischen *j*, *j'* und *w* sind in der Zeichnung der Deutlich-

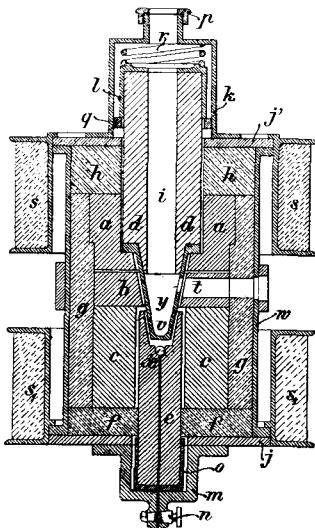


Fig. 32.

keit halber fortgelassen. Die Blöcke *c* und *f* sind behufs Durchtritts einer Kohlelektrode *e* durchbohrt, welche den unteren Theil des Tiegels *v* umschliesst, ohne ihn jedoch an irgend einem Punkt zu berühren. Die Elektrode *e* ist mit einer mittleren senkrechten Bohrung versehen, auf welcher oben eine Kugel *x* aus Kohlenstoff liegt, und steckt mit ihren unteren Enden in einem Kohlenhalter *o*, welcher in einer mittels Bajonetverschlusses oder in sonst geeigneter Weise an dem unteren Abschlussdeckel *j* befestigten Kappe *m* befestigt ist. Letztere ist mit einem Hahn *n* und mit einem Anschlussstutzen *u* versehen. Der Tiegel *v* wird auf seinem Sitz *a* mit Hülfe eines vorn in dem Kohlenhalter *l* steckenden Kohlenstöpsels *d* gehalten; der Kohlenhalter *l* sitzt in einer mittels Bajonetverschlusses oder in anderer Weise an dem oberen Abschluss-

deckel *j'* befestigten Haube *k* mit Gewindestützen und Gewindedekel zum Einklemmen einer Glimmerplatte, und wird mittels der in der Haube angeordneten Feder *r* auf einen innen in die Haube eingeschraubten Ring *q* herabgedrückt. Der Kohlenstöpsel *d* hat eine mittlere rohrförmige Bohrung *i* erhalten. Beim Festklemmen der Haube *k* auf dem Deckel *j'* drückt man den Stöpsel *d* mit einer der Wirkung der Feder *r* entsprechenden Kraft gegen den Tiegel *v*.

Wenn man die obere und untere Abschlussplatte *j* und *j'* mit den beiden Polen einer Stromquelle in Verbindung bringt, kann man zwischen dem Tiegel *v* und der Kohle *e* einen Lichtbogen erzeugen. Zur Entwicklung dieses Lichtbogens kann man einen Kohlenstab durch die senkrechte Bohrung der Kohle *e* einführen, mit dem Boden des Tiegels in Berührung bringen und hernach herausziehen. Um diesem Lichtbogen, welcher sich stetig bildet, eine um die äussere Fläche des Tiegels herum kreisende Bewegung zu verleihen, werden um den Eisenmantel *w* herum zwei Solenoide *s* und *s'* angeordnet, welche von dem elektrischen Strom in solchen Richtungen durchflossen werden, dass sich an den Enden des Eisenmantels *w* zwei entgegengesetzte Pole bilden. So wird in dem Innern des Ofens ein magnetisches Feld erzeugt, welches den Lichtbogen veranlasst, eine Kreisbewegung in einer senkrecht zur Tiegelachse liegenden Ebene zu beschreiben. Man kann die Entzündung des Ofens auch durch die in der Aushöhlung der Kohlelektrode *e* liegende Kohlenkugel *x* bewirken. Zu diesem Zwecke wird ein Kautschukrohr an den Stutzen angeschlossen, dessen anderes Ende mit einem Kautschukball beliebiger Grösse in Verbindung steht. Beim Zusammendrücken dieses Balles wird die Kugel emporgeworfen, so dass sie den Boden des Tiegels *v* berührt, um sodann wieder in die Aushöhlung der Elektrode *e* zurückzufallen. Den auf diese Weise entwickelten Lichtbögen setzt man durch Einfluss des magnetischen Feldes in schnell drehende horizontale Bewegung. Der Hahn *n* dient dazu, nach der Entwicklung des Lichtbogens das Innere des Ofens von der äusseren Atmosphäre abzuschliessen.

Der Tiegel erhält in gewisser Höhe eine Öffnung *y*, entsprechend einem durch die Blöcke *b*, *g* und das äussere Eisenrohr *w* gebohrten Kanal *t*.

Wenn das in den Tiegel *v* eingeführte Material mit Hülle der in vorliegendem Apparat erzielbaren hohen Temperatur geschmolzen ist, dreht man den Ofen um die waagrechte Achse in einer senkrecht zum Kanal *t* liegenden Ebene, damit das Material ausliessen und aufgefangen werden kann.

Die Öffnung *y* kann durch eine auf dem oberen Theil des Tiegels vorzusehenden Ausflussschnabel ersetzt werden, welcher mit dem Ausflussloch durch einen in dem inneren Ofenfutter geeignet angeordneten Kanal in Verbindung steht.

Die Drehachse des Ofens ist in zwei Theilen von der Ofenmasse isolirt und einmal mit dem Tiegel *v* mit Hülfe des Stöpsels *d* und der Haube *k* und das andere Mal mit der Elektrode *e* mit Hülfe

der Haube  $m$  in elektrischer Verbindung. Die Solenoide  $s$  und  $s'$  werden in geeigneter Weise in den Stromkreis entweder parallel oder neben einander eingeschaltet. Der Strom wird an zwei isolirten Stellen der Drehachse durch die Lage dieser Achse geleitet, was die Drehung des Ofens gestattet, ohne den Lichtbogen auszulöschen und ohne die Abkühlung des in dem Tiegel befindlichen Materials herbeizuführen.

Die Öffnung der Abflussrinne  $t$  kann während der Erhitzung luftdich verschlossen werden, in analoger Weise wie die Öffnung  $i$  in dem Stöpsel  $d$ . Zu letzterem Zweck kann der Stöpsel  $d$  einen frei in die Öffnung  $i$  eintretenden Verschlussstopfen aufnehmen, welcher die Wärme auf das im Tiegel befindliche Material concentrirt und den Gasraum des Ofens abschliesst.

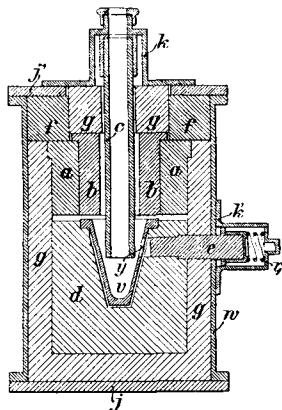


Fig. 33.

Fig. 33 zeigt ein Ausführungsbeispiel des Ofens für den Fall, dass man die Erhitzung des Tiegels mittels eines auf dessen Innenseite kreisenden Lichtbogens bewirken will. Der Tiegel  $v$  wird hier von einem Kohlenblock  $d$  umschlossen, der von einem aus Magnesia, Kieselerde o. dgl. bestehenden Körper  $g$  umgeben wird.  $a$  und  $b$  sind Kohlenblöcke zur Wärmeconcentratur in dem Tiegel;  $f$  und  $g$  sind Blöcke aus schlecht leitendem Material. Die Blöcke  $a$  und  $b$  sind derart in dem Ofen angeordnet, dass sie gleichzeitig den Tiegel  $v$  und die Elektrode  $c$  von dem Ofen isolieren. Die Elektrode  $c$  ist rohrförmig und sitzt in einem mittels Bajonetverschlusses an dem oberen Abschlussdeckel  $j'$  befestigten und von dem Eisenmantel  $w$  isolirten Kohlenhalter  $k$ . Die Elektrode  $c$  kann in ähnlicher Weise wie bei vielen Bogenlampen in einem drehbaren Kohlenhalter sitzen, um sie zwecks Erzeugung des Lichtbogens mit dem Tiegel  $v$  in Berührung zu bringen, welcher Lichtbogen dann mittels eines geeigneten, beispielsweise des mit Bezug auf Fig. 32 beschriebenen magnetischen Feldes auf der inneren Fläche des Tiegels  $v$  zwischen diesem und der äusseren Fläche der Elektrode  $c$  herumbewegt wird. Die Zuführung des Stromes zum

Tiegel  $v$  geschieht mittels der Kohlenelektrode  $e$ , welche in einem Kohlenhalter sitzt, der in dem an dem Metallmantel  $w$  mittels Bajonetverschlusses oder in anderer Weise befestigten Gehäuse  $k'$  angeordnet und mittels einer Feder  $r'$  angedrückt wird. Von der Kohlenelektrode  $e$  geht der Strom zum Block  $d$  und von dort zum Tiegel  $v$ . Um den Tiegelinhalt auslaufen zu lassen, wie mit Bezug auf Fig. 32 beschrieben, zieht man die Elektrode  $e$  mit Kohlenhalter und dem Gehäuse  $k$  aus dem Ofen heraus.

~~Fig. 33.~~ Wenn man den Lichtbogen auf der Oberfläche des Tiegels kreisen lassen will, so besteht der Mantel  $w$  zweckmässig aus nicht magnetisirbarem Material (Fig. 34).

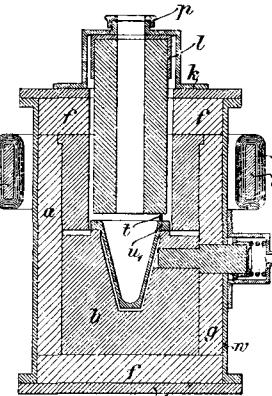


Fig. 34.

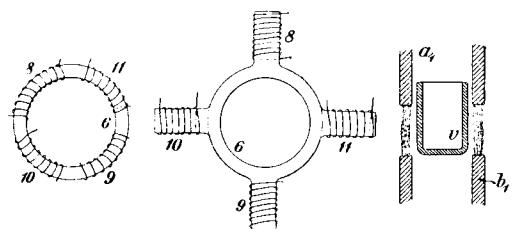


Fig. 35.

Fig. 36.

Fig. 37.

Das magnetische Feld wird geschaffen von einem concentrisch um den Ofenmantel gelagerten Eisenkern 6 mit zwei Windungen, die von zwei Wechselströmen in auf einander folgenden Phasen durchflossen werden, derart, dass der Maximalpunkt der einem Phase dem Nullpunkt der anderen Phase entspricht. Fig. 35 u. 36 zeigen Beispiele in der Anordnung zweier solcher magnetischer Felder. Die Windungen 8 und 9 liegen in demselben Stromkreis und sind so gruppiert, dass sie in dem Eisenring 6, in dem in Fig. 35 gezeigten Falle, zwei entgegengesetzte Pole diametral bilden und in dem Falle Fig. 36 gleichfalls ungleichmässige Pole erzeugen, welche letzteren aber an den Stellen entstehen, wo die von den Windungen magnetisirten Eisenkerne mit dem Eisenring 6 zusammen treffen. Die Windungen 10 und 11 sind so gruppiert, dass sie bez. dieselben Wirkungen erzielen, wie sie mit den Windungen 8 und 9 erreicht sind.

Wenn unter obigen Bedingungen die Windungen 8 und 9 von einem Wechselstrom und die Windungen 10 und 11 von einem anderen Wechselstrom durchflossen werden, welche beiden Ströme in solchen Phasen auf einander folgen, dass der Maximalpunkt der einen dem Nullpunkt der anderen Phase entspricht, so wird in dem Innern des Ringes ein magnetisches Feld geschaffen, welches sich um die durch den Mittelpunkt des Ringes gehende senkrechte Achse mit einer Geschwindigkeit dreht, welche der Anzahl der Polaritätswechsel der angewendeten Ströme entspricht.

Ein solches auf den Lichtbogen  $t^1 u^1$  (Fig. 34) wirkendes magnetisches Feld sucht diesen Lichtbogen in einer zu diesem parallelen und durch den Mittelpunkt des das magnetische Feld bestimmenden Ringes gehenden Achse zu drehen. Beihufs Entwicklung des Lichtbogens können besondere selbstthätig oder von Hand zu betätigende Vorrichtungen angewendet werden. Die vorbe-

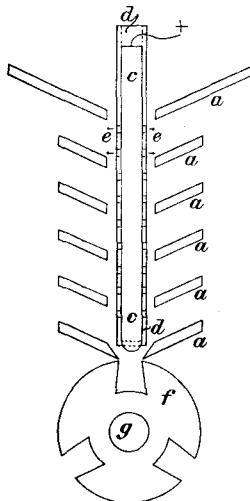


Fig. 38.

schriebenen Öfen sind mit Abflusskanälen, Drehbez. Kippvorrichtungen und anderen Vorrichtungen ausgestattet, um den Tiegel zu entleeren, ohne die Erhitzung zu unterbrechen.

Die Fig. 37 zeigt eine Anordnung, bei welcher mit Hülfe des magnetischen Feldes (Fig. 34) ein Lichtbogen gedreht wird, der sich zwischen den Enden zweier als Elektroden dienenden Rohre  $a^1 b^1$ , in deren Innenraum sich der Tiegel befindet, bildet. Man erhält zufolge der Wirkung des magnetischen Feldes einen Lichtbogen, welcher sich mit grosser Geschwindigkeit um den Tiegel  $v$  dreht, und erzielt eine entsprechend hohe Hitze.

Anode für elektrolytische Verarbeitung von Erzen besteht nach W. Günther (D.R.P. No. 78 564) aus zwei Reihen jalousieartig über einander liegender, nicht leitender Platten oder Bretter  $a$  (Fig. 38 u. 39), welche an ihren Enden in einem Gestell von ebenfalls nicht leitendem Material  $b$  befestigt sind. Zahl, Neigung und Breite der innen tiefer liegenden Platten hängt von dem Böschungs-

winkel des Erzes in der Flüssigkeit ab, d. h. sie werden so bemessen, dass ein Überfallen der Körner nicht stattfindet. Der Stromzufloss erfolgt durch Kohlenstäbe  $c$ , welche zwischen den Jalousien senkrecht hängen; zwischen mehreren dieser Kohlenstäbe liegt jedesmal eine Röhre  $d$ , welche mit seitlichen Öffnungen  $e$  versehen ist; mit einem höher liegenden Behälter verbunden, führen dieselben die an der Kathode abfliessende Lauge, nachdem sie gehoben, bei der Anode wieder in den Process zurück.

In Folge der Leitungsfähigkeit des zu elektrolysirenden Materials wird die ganze Erzschicht mehr oder weniger selbst zur Anode, und es treten deshalb dieselben Reactionen auf wie an löslichen Anoden, d. h. die Gelegenheit des Anions, Metall zu lösen,

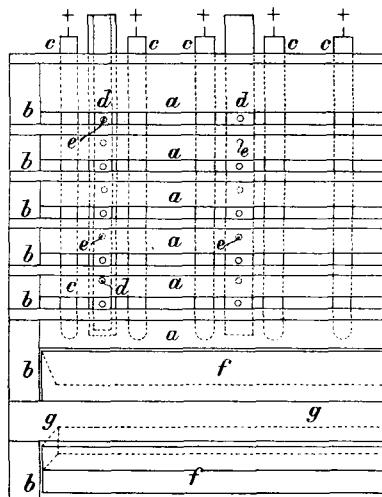


Fig. 39.

und in Folge dessen geringe Spannung im Bade; andererseits findet eine Regeneration der Lauge und ein Auslaugen des Erzes im Bade selbst statt. Eine Anode genügt für zwei Kathoden. Nach unten erfolgt der Abschluss durch einen Schieber oder eine um die Achse  $g$  drehbare Walze  $f$ , welche mit Längsnuthen versehen ist und ein gleichmässiges Entfernen gestattet.

Zur electrolytischen Zersetzung von Alkalosalzen empfiehlt C. Kellner (D.R.P. No. 79 258) Diaphragmen aus Seife, allein oder in Verbindung mit einem unterstützenden Gerüste aus von den auftretenden Zersetzungsp producten nicht angreifbarem Materiale, wie Glaswolle oder Asbest. Kellner meint:

Es ist eine bekannte Thatsache, dass aus einem Gemenge verschiedener Substanzen, die man zur Diffusion durch ein Diaphragma zwingt, diejenige am raschesten diffundirt, welche eine Art

chemischer Affinität zur Substanz des Diaphragmas besitzt. Die bei der Elektrolyse von Kochsalzlösung auftretenden gelösten Substanzen sind hauptsächlich Kochsalz und Ätznatron. Trennt man nun in der Zersetzungszelle den Anodenraum vom Kathodenraum durch ein Seifen-Diaphragma und zwingt durch Zufuhr der Kochsalzlösung im Anodenraume diese zur Diffusion durch das Seifen-Diaphragma, so wird die Rückdiffusion von Ätznatron aus dem Kathodenraume in den Anodenraum fast vollständig verhindert. Man kann diesen Vorgang auffassen als Folge einerseits einer Art chemischen Abstossung zwischen Seife und Kochsalzlösung, andererseits einer Art chemischen Anziehung zwischen Seife und Ätzalkali, durch welche das Ätzalkali in der Seife zurückgehalten wird.

Auf diese Weise wird eine continuirliche Kochsalzspaltung möglich; dasselbe gilt wie für Kochsalz auch für andere Alkalialze, insbesondere für Chlorkalium. Man wird natürlich am vortheilhaftesten jene Seife zur Herstellung des Diaphragmas wählen, welche dasselbe Alkali wie das zu zersetzende Salz enthält, also für Kochsalz Natronseifen, für Chlorkalium Kaliseifen.

Das engl. Pat. von Parker und Robinson (Engl. Pat. 1893 No. 4920) ist sehr ähnlich.

Diaphragmenkasten für elektrolytische Zwecke<sup>1)</sup>. Nach C. Pieper (D.R.P. No. 78 732) ist das aus einer durchlässigen Membran (Pergament, Glasgewebe, Asbestpappe und dergl.) bestehende Diaphragma *d* zwischen zwei gitterartigen Systemen paralleler Stäbe oder Streifen *g*, *g'* aus säurefestem Material, wie Glas, Porzellan, eingepresst, und zwar können die Gitter so einander gegenüber angeordnet sein, dass sie sich decken (Fig. 40) oder gegen einander um ein bestimmtes Stück, z. B. halben Sprossenabstand, verschoben sind (Fig. 42); auch können dieselben passend in gleicher Ebene sich befinden, wobei sich das Diaphragma gleichsam zwischen denselben hindurchwindet (Fig. 44), oder gedreht sein (Fig. 46 und 47). Durch Vereinigung mehrerer derart von Gittern eingeschlossenen Diaphragmen wird ein Kasten gebildet, dessen besondere Gestaltung im einzelnen Fälle von den örtlichen Bedingungen und der Wahl der Materialien abhängig ist. Ersichtlich hängt bei der geringen Widerstandsfähigkeit des Diaphragmas die Sicherheit des Betriebes hierbei fast ganz von der sicheren Aufstellung der Gitter ab und von ihrer Fähigkeit, in der einmal bestimmten Stellung und Lage unverrückbar zu verharren. Um dieses zu erreichen, werden die Stäbe der Gitter insgesamt an zwei wagrechten Rahmen *r*, *r'* befestigt (Fig. 48), deren einer

den oberen Rand des Diaphragmengefäßes bildet, während der andere den Boden des selben umschliesst oder selbst als Bodenplatte ausgebildet ist. Entsprechend kann der obere Rand als Deckel ausgebildet werden.

Die Rahmen *r*, *r'* werden zur zweckmässigen Befestigung der Gitter an ihren Rändern mit

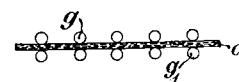


Fig. 40.

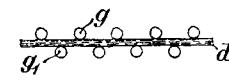


Fig. 42.

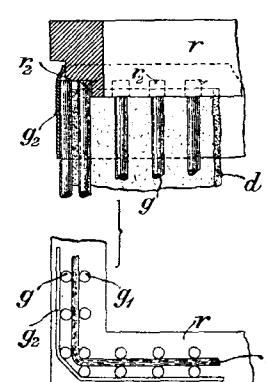


Fig. 41.

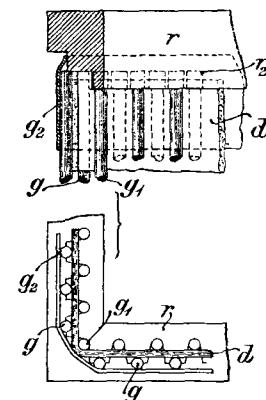


Fig. 43.



Fig. 44.



Fig. 46.

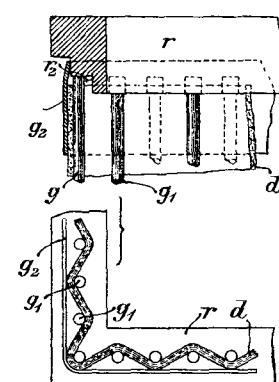


Fig. 45.

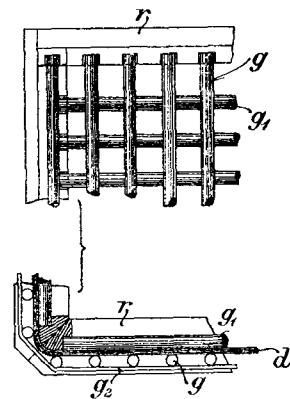


Fig. 47.

einer Reihe von Zahnschnitten *r*\* versehen (Fig. 41, 43, 45). In letztere werden die inneren Stäbe *g'* gelegt, so dass dieses System eine Art Käfig bildet. Um dasselbe wird die durchlässige Membran *d* fest herumgelegt und hierauf mit einem zweiten (äußeren) Gitter von parallelen Stäben *g* umgeben, welches durch Gummiringe *g*\* oder Drahtwickelungen und dergl. festgehalten und an das Diaphragma angepresst wird (Fig. 48). Um die Stabilität des Systems noch zu er-

<sup>1)</sup> Das engl. Pat. 1894 No. 15 276 lautet auf Kiliani, Suter und Elektrochemische Werke:

höhen, kann der untere Rahmen  $r^1$  oder die Bodenplatte durch eine Anzahl von Trägern mit dem oberen Rahmen verbunden werden.

Für die Zwecke des Grossbetriebes werden häufig Diaphragmenkästen von solcher Höhe erforderlich sein, dass die Breite einer

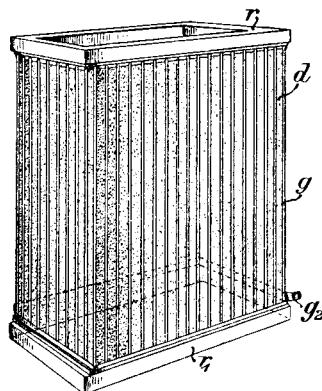


Fig. 48.

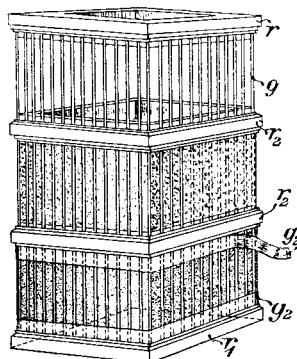


Fig. 49.

einzelnen Membran nicht ausreicht oder durch die übermässige Länge der Gitterstäbe die Sicherheit des Systems beeinträchtigt wird. In diesen Fällen bietet diese Anordnung des Rahmenaufbaues den Vortheil, dass mehrere Rahmensysteme durch Einfügung von Zwischenrahmen  $r^2$  gleicher Beschaffenheit mit einander combinirt werden können (Fig. 49).

**Vorrichtung zur Elektrolyse.** Nach A. Sinding-Larsen (D.R.P. No. 78 906) wird der oberflächlich amalgamirte Blechzylinder  $A$  (Fig. 50 bis 52) von der mit Riemscheibe versehenen Welle  $B$  getragen, indem derselbe mittels einer Scheibe  $C$  und einer als Flantsch ausgebildeten Nabe  $D$  mit der Welle verbunden ist. Die Welle  $B$  ist in der Hinterwand eines mit Fuss  $F$  versehenen Gehäuses  $E$  gelagert. Die Vorderwand des Gehäuses trägt ein als Behälter für die betreffende Salzlösung (z. B. Kochsalz) dienendes Gefäß  $G$ , welches aus isolirendem Material hergestellt ist und aus einem cylindrischen, in den rotirenden Blechzylinder

der hineinragenden, denselben ungefähr ausfüllenden Theil  $G^1$  und einem Aufsatz  $G''$  besteht, der ausserhalb des Flantsches  $H$  hervorragt und mit Einfüllöffnung  $L$  und Gasablassöffnung  $M$ , sowie mit Salzbehälter  $O$  versehen ist. An der unteren Seite dieses inneren Gefäßes befindet sich eine Öffnung  $I$ , welche von einem nach unten gerichteten Rand  $J$  umgeben ist. Das äussere Gefäß oder Gehäuse  $E$  hat einen etwas erhöhten Boden, wodurch ein Becken  $K$  für das Quecksilber  $Q$  gebildet wird, in welches der Rand

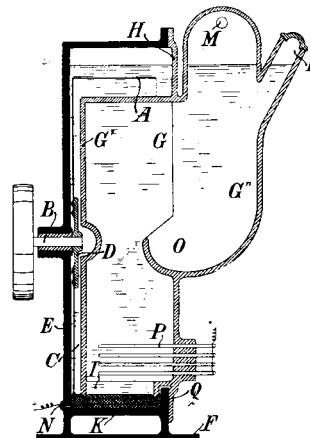


Fig. 50.

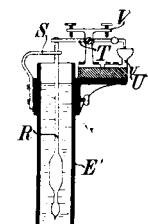


Fig. 53.

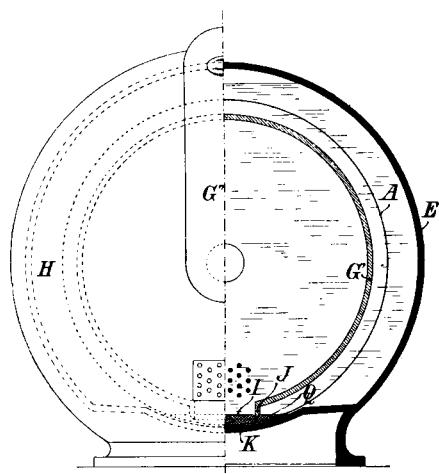


Fig. 51.

Fig. 52.

$J$  hineinreicht und durch welches der Blechzylinder in geringem Abstande oberhalb des Bodens hindurchgeht. Die Anoden  $P$  sind in der Vorderwand des Gefäßes  $G$  oberhalb der Öffnung  $I$  gelagert, während der negative Pol durch eine in das Quecksilber von hinten hineinragende Metallstange  $N$  gebildet wird.

Bei Elektrolyse von Kochsalz zur Gewinnung von Chlor und Ätnatron wird Quecksilber in das Becken  $K$ , sowie Kochsalz in die Wanne  $O$  eingefüllt, wonach das

Gehäuse *E* mit Wasser und das innere Gefäß *G* mit Kochsalzlösung angefüllt wird, sodass der Blechzylinder *A* von Wasser bedeckt wird. Der letztere wird nun in Umdrehung gesetzt und der Strom geschlossen. Durch den Strom soll das Quecksilber Sodium aus der Kochsalzlösung aufnehmen, das Natriumamalgam soll an der rotirenden Blechtrommel haften und durch deren Umdrehung mit dem Wasser im Gehäuse *E* in Berührung gebracht werden, welches allmählich das Natrium oxydiren und Ätznatron bilden wird, während das Quecksilber wieder nach dem Becken zurückgeführt bez. zurückfliessen wird. Um die einzelnen Quecksilbertheilchen der Kathode mittels der rotirenden Trommel um einander zu bewegen, kann der Trommelmumfang mit Durchbiegungen, wie in Fig. 52 angedeutet, versehen werden, die schaufelartig auf das Quecksilber wirken.

Auf den nach aussen gekehrten abgeschrägten Flächen des Randes *J*, welcher in das Quecksilber hineinragt, ist ein amalgamirter Metallbelag aufgebracht, welcher durch die Adbäsion an dem Quecksilber verhindern soll, dass Salzlösung von *G* nach *E* hindurchgelangt.

Fig. 53 zeigt im senkrechten Schnitt eine Einrichtung, wodurch ein selbstthätiges Entleeren von Lauge bewirkt wird, wenn diese eine gewisse Sättigung erreicht hat. Dieselbe besteht aus einem Aräometer *R*, das in einem von dem Gehäuse *E* ausgehenden Rohr *E'* schwimmt. Das obere, durch eine Führung *S* gesteckte Ende des Aräometers stösst gegen den einen Arm eines zweiarmigen Hebels *T*, dessen anderer Arm mit seiner nach unten gekehrten Spitze sich über einem Quecksilbercontact *U* befindet. Von dem den Hebel tragenden Ständer *V* und dem Contact *U* gehen Drähte aus, die mit einer Stromquelle und einem Elektromagneten verbunden sind. Wenn die Lauge zu concentrirt wird und das Aräometer in Folge dessen steigt, wird der Hebel den elektrischen Stromkreis der erwähnten Drähte schliessen und der dadurch beeinflusste Elektromagnet das Ablassventil öffnen. Gleichzeitig bewirkt ein Schwimmerventil, dass frisches Wasser nachgefüllt wird.

**Elektrolyse.** A. Coehn (D.R.P. No. 79 237) will die an der Anode frei werdende, bisher meist unbenutzt gelassene Energie dadurch verwerten, dass in denjenigen Bädern, deren Elektrolyt am positiven Pol Sauerstoff auftreten lässt (z. B. in Zinksulfatlösung), formirte Accumulatorplatten als Anoden benutzt werden. Dieselben bleiben in dem sich beständig durch Circulation er-

neuernden Bade, bis sie sich durch starke Sauerstoffentwickelung als hinreichend geladen erweisen. Die Stromstärke muss hierbei derartig geregelt werden, dass sich die für die Ladung der angewendeten Accumulatorplatten normale Stromstärke ergibt. Die für die Kathode als geeignet erkannte Stromdichte lässt sich dann leicht durch die Abmessung der Kathodenoberfläche erzielen. Vor den Bädern stehen Behälter mit verdünnter Schwefelsäure. Durch eine über den Bädern angebrachte Hebevorrichtung werden die geladenen Accumulatorplatten aus den Zinksulfatbädern in die Schwefelsäurebäder gehoben, wobei Spuren von anhaftendem Zinksulfat ohne Schädigung des weiteren Verfahrens daran belassen werden können. Den Accumulatorplatten gegenüber stehen aber nicht wieder Bleiplatten, sondern unveränderliche, z. B. solche aus Kohle. Die Spannung zweier Kohle-Schwefelsäure-Bleisuperoxyd-Elemente ist zur weiteren Zinksulfatzersetzung hinreichend, falls hierbei wieder als Anoden Accumulatorplatten verwendet werden; es handelt sich in jedem Falle nur darum, die gewünschte Stromstärke durch genügend grosse Oberflächen herzustellen. Es bietet angeblich keine Schwierigkeit, sich durch die Tagesarbeit bei der Zinkzersetzung ohne jedes Mehr an Kraftaufwand genügenden Strom für die Fortsetzung der Elektrolyse während der Nacht zu verschaffen. Da auch bei dieser wieder Accumulatorplatten geladen werden, so reducirt sich die von der Dynamomaschine zu leistende Arbeit lediglich auf die Deckung jenes Kraftverlustes, welcher an der sich polarisirenden negativen Accumulatorplatte stattfindet. Diese Polarisation soll sowohl durch Bewegung wie durch Erwärmung der Schwefelsäure mittels am Boden ruhender Röhren auf ein geringes Maass herabgesetzt werden können.

**Nutzbarmachung der chemischen Energie der Kohlen durch Gasbatterien.** F. Quinke (Chem. Ind. 1894, 550) wendet sich gegen die Ausführungen von Borchers (S. 26 d. Z.), welcher (das. S. 551) die hohe Energieausbeute abermals betont.

P. Winand (Elektrot. 1895, 36) meint, dass die Untersuchungen von Borchers „nur ein theoretisches Interesse haben werden und dass die wirthschaftlich so wichtige directe Umwandlung der Affinität der Kohle für Sauerstoff in elektrische Energie auf einem anderen, noch unentdeckten Wege wird bewirkt werden müssen“.

**Gaselemente.** C. J. Reed (Electrician 1895, No. 868) wendet sich gegen die

Borchers'schen Versuche (S. 26 d. Z.); er stellt folgende Schlussätze auf:

1. Die Gewichtszunahme der Kupferröhre (Kupferelektrode) hat ihren Grund in der Bildung einer Schicht von unlöslichem Kupferchlorür,  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2$ , welches bei der Corrosion der Kupferröhre entsteht.

2. Der von der Kupferchlorürlösung aufgenommene Sauerstoff verbindet sich nicht mit dem Kohlenoxyd, sondern dient einzig dazu, das Kupferchlorür zu Kupferchlorid zu oxydiren nach der Formel  $\text{Cu}_2\text{Cl}_2 + \text{O} + 2\text{HCl} = 2\text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$ . Das endliche und einzige Product ist Kupferchlorid, welches auf Kosten der Kupferröhre entsteht.

3. Die erhaltene elektrische Energie entsteht aus der Verzehrung (Corrosion) der Kupferröhren.

4. Das gleiche Ergebniss kann man auch mit dem Apparat ohne Zuführung von Gas erhalten. (Vgl. S. 99.)

Wären die Voraussetzungen von Borchers bezüglich der Vorgänge richtig, so müssten sie auch bei der Anwendung von zwei Kohlenelektroden stattfinden und es müsste sich Kohlensäure entwickeln. Aber selbst wenn der Vorgang sich tatsächlich gestaltete, wie vorausgesetzt, so hätte die Anordnung keine praktische Bedeutung, weil Kupferchlorür in Gegenwart von Luft rasch in Kupferchlorid verwandelt wird, welches demnach ununterbrochen durch Kupfer oder einen anderen Körper reducirt werden müsste. Reed hat vor etwa einem Jahre ähnliche Versuche wie Borchers gemacht, bei denen Kohlenelektroden statt der Kupferelektroden benutzt wurden, und über 100 Lösungen, darunter auch solche von Kupferchlorür, versucht, konnte aber nicht finden, dass zwei Gase sich von selbst unter solchen Bedingungen verbinden, wenn sie nicht überhaupt bei niedrigen Temperaturen mit einander eine Verbindung eingehen. Elektrolytisch an den Elektroden entwickelte Gase verbinden sich allerdings von selbst, aber es gelang ihm nicht, Sauerstoff und Wasserstoff, welches von anderen Quellen genommen und frei von Ozon und Verunreinigungen war, mit einander zu vereinigen (vgl. Z. Elektr. 1895, 450).

### Brennstoffe, Feuerungen.

Zum Verkohlen von Torf, Sägespänen u. dgl. empfehlen R. Liander und R. Haig (D.R.P. No. 78 312) einen runden Tellerofen mit Rührer.

Liegender Koksofen mit doppelten Wandkanälen von H. Sallen (D.R.P. No. 78 640). Wie Fig. 54 bis 63 zeigen, ist der Sohlkanal eines jeden Ofens der Länge nach durch eine volle Wand  $a$  in zwei Hälften

$b_1 b_2$  und  $b_3 b_4$  getheilt, in welche an den Ofenenden je zwei Kanäle  $c_1 c_2$  und  $c_3 c_4$  einmünden, durch welche die für die Verbrennung nötige kalte oder auf irgend eine Weise vorgewärmte Luft zugeführt wird. In derselben Weise sind auch die Heizräume der Ofenscheidemauern, sowie die unter den Ofenscheidemauern liegenden wagrechten Heizräume durch eine über die ganze Ofenlänge sich erstreckende volle Wand  $d$  in zwei

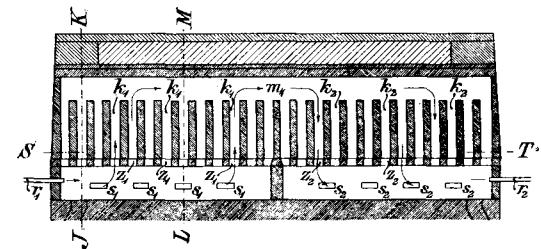


Fig. 54.

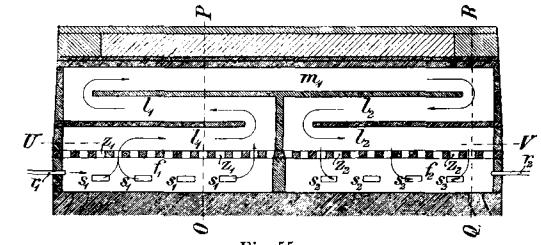


Fig. 55.

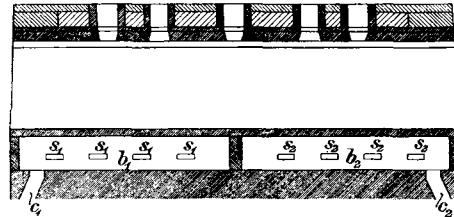


Fig. 56.

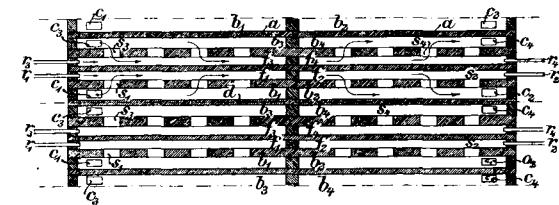


Fig. 57.

gleiche Theile  $k_1 k_2$  und  $k_3 k_4$  (bei Ofen mit horizontalen Wandkanälen, Fig. 55,  $l_1 l_2$  und  $l_3 l_4$ ) bez.  $f_1 f_2$  und  $f_3 f_4$  getheilt. Letztere sind an den Ofenenden mit je einem Gaszuführungsrohr  $r_1 r_2 r_3 r_4$  versehen. Die Kanäle  $b_1 b_2$  und  $b_3 b_4$  stehen mit den daneben liegenden Kanälen  $f_1 f_2$  und  $f_3 f_4$  durch die Schlitze  $s_1 s_2$  und  $s_3 s_4$  in Verbindung.

Wird nun z. B. durch die an demselben Ofenende liegenden Kanäle  $c_1 c_3$  Luft zugeführt, so bestreicht dieselbe zunächst die Sohlkanalhälften  $b_1 b_3$ , tritt dann, wie durch

Pfeile angedeutet, durch die Schlitze  $s_1 s_3$  in die Längskanäle  $f_1 f_3$ , wo sie sich mit dem durch die Gaszuführungsrohre  $r_1 r_3$  zugeführten Gase mischt und dessen Verbrennung bewirkt. Die Gesamtmenge der in Verbrennung befindlichen Gase steigt nun durch die Zuglöcher  $z_1 z_3$  entweder durch lotrechte Züge (mit  $k_1 k_3$  bezeichnet) oder durch horizontale Züge  $l_1 l_3$  in durchgehende, unter den Widerlagern der Ofengewölbe liegende horizontale

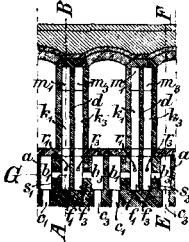


Fig. 58.



Fig. 59.

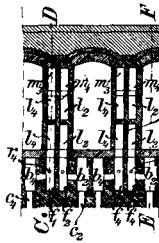


Fig. 60.

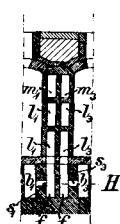


Fig. 61.



Fig. 62.



Fig. 63.

Kanäle  $m_1 m_3$ , fällt durch die auf der anderen Ofenseite entsprechend angeordneten verticalen oder horizontalen Züge  $k_2 k_4$  bez.  $l_2 l_4$  und durch die Zuglöcher  $z_2 z_4$  in die Kanäle  $f_2 f_4$ , von wo aus sie durch die Schlitze  $s_2 s_4$  in die Sohlkanalhälften  $b_2 b_4$  gelangt, um dann durch die Abzugskanäle  $c_2 c_4$  entweder in einen gemeinsamen Rauchkanal oder aber zunächst in einen zur Vorwärmung von Verbrennungsluft bestimmten Raum abzuziehen und dann nach dem Schornstein zu entweichen. In entsprechenden Zeiträumen wird durch geeignete Vorrichtungen der Weg der Heizgase umgekehrt, derart, dass Luft- und Gaszuführung, sowie die Abführung der Verbrennungsprodukte entgegengesetzt der in den Zeichnungen durch Pfeile angedeuteten Richtung erfolgen. Bei dieser Einrichtung besitzt daher jede Längshälfte eines Ofens eine separate Luft- und Gaszuführung.

Gewölbe für Flammöfen werden nach C. Martini (D.R.P. No. 78 783) durch eine Reihe von mit Flüssigkeit gefüllten Röhren und durch darauf- bez. dazwischen gelegte Steine ersetzt. Fig. 64 zeigt eine Anordnung

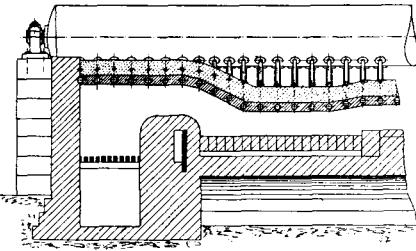


Fig. 64.

mit einem in einen gemeinschaftlichen Wasserbehälter einmündenden, um die Längsachse drehbaren Röhrensystem. Eine zweite Anordnung besteht aus um eine Querachse drehbaren Schlangenrohrsystemen ohne Wasserbehälter. Die letzte Anordnung wird dann gewählt, wo fortlaufend warmes Wasser benötigt wird, entweder zur Speisung von Kesseln oder zu anderen Zwecken.

**Halbwassergas.** Nach W. F. Berner (D.R.P. No. 78 452) wird in einem zweithei- ligen, mit Kohle beschickten Generatorschacht durch Einblasen von Wind in der einen Schachthälfte Generatorgas erzeugt, welches nach Überführung in die andere Schachthälfte mit dem daselbst mittels überhitzten Wasserdampfs erzeugten Wassergas zu Mischgas vereinigt wird. Sobald zufolge der Bildung des Halbwassergases Abkühlung der zweiten Schachthälfte eintritt, werden die Schieber umgestellt und dadurch die Wirkung der beiden Schachthälften vertauscht (vgl. Z. 1893, 506).

**Destillirapparat für Fettsäure, Kohlenwasserstoffe u. dgl.** von E. Urbach und V. Slama (D.R.P. No. 78 678) besteht aus dem unteren Cylinder  $E$  (Fig. 65 und 66) und dem oheren Kegel  $F$ . Letzterer enthält eine Reihe über einander gestellter Teller  $i$ , die „Aufkocher“ benannt werden sollen und gleich hoch sind, während ihre Breite von unten nach oben zu abnimmt. Ein gemeinschaftliches Rohr  $j$ , zwischen dessen Flantschen sie festgehalten werden, mündet in den obersten Teller und dient zum Zuleiten der zu destillirenden Flüssigkeiten aus einem Überhitzer. Im Oberheil dieser Teller sind runde, in sich geschlossene Rohre  $k$  angebracht, welche durch Knie  $l_1$  mit dem Dampfrohr  $l$  in Verbindung stehen und mit zur Mitte zielenden Öffnungen versehen sind. Ausserdem ist in jedem Teller

ein Übersteigknie  $m$  eingehängt, welches die Verbindung zwischen zwei über einander liegenden Tellern herstellt. An dem Kegel  $F$  sind Streifbleche  $n$  angebracht, welche das schmutzige, condensirte Destillationsgut in die darunter liegenden Teller zurückführen.

Durch das Rohr  $l$  werden überhitzte Dämpfe in den Dampfvertheiler  $V$  getrieben, von wo sie je nach Bedarf durch Ventile  $l_3$  in die Rohre  $k$  und Aufkocher  $i$  oder in den Körper  $E$  eingelassen werden. Im Rohr  $l$  ist ein Thermometer  $I$  angebracht, welches den Wärmegrad des überhitzten Dampfes anzeigt.

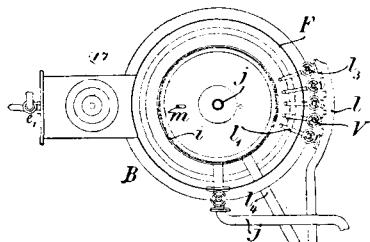


Fig. 65.

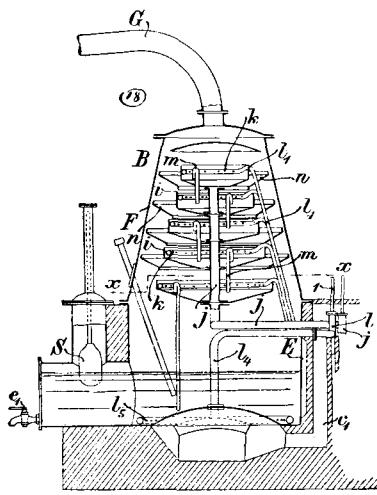


Fig. 66.

Das Destillirgut wird in einem mit dem Destillirapparat verbundenen Überheiter hochgradig erhitzt und steigt durch Rohr  $j$  in den höchsten Aufkocher  $i$ , wo es sich ausgiesst und ihn füllt. Sobald die Flüssigkeit eine bestimmte Höhe erreicht hat, fliesst sie durch die Übersteigrohre  $m$  in das untere Gefäss  $i$ , füllt es abermals u. s. w., bis alle Gefässer  $i$  durch Rohre  $n$  und schliesslich auch der untere Körper  $E$  gefüllt sind. Ein Schwimmer  $S$  zeigt die Höhe der Füllung an. Nachdem durch Öffnen der Ventile  $l_3$  der überhitzte Dampf in die Aufkocher durch die Öffnungen in den Rohren  $k$  eingelassen worden ist, fängt die Destillation an. Dabei wird unter dem Körper  $E$  geheizt, oder es werden die Rauchgase von einem Überheiter durch den

Kanal  $c_1$  zugeführt. Dabei kann die Temperatur des Körpers  $E$  höher sein als die des zufliessenden Destillirgutes. In diesen Körper  $E$  gelangen die Flüssigkeiten, welche ihren Weg durch die Aufkocher bereits zurückgelegt haben, und bestehen demnach blos noch aus schweren Rückständen, die abermals aufgekocht und schliesslich durch den Hahn  $e_1$  abgelassen werden.

In diese Rückstände wird außerdem noch überhitzter Dampf durch Rohr  $l_4$  eingelassen, der durch Öffnungen des kreisrunden Rohres  $l_5$  in die Flüssigkeit einströmt und sie aufkocht, um etwa mitgerissene Fettsäuren abermals zu verflüchtigen.

Da unten im Theil  $E$  die höchste Temperatur herrscht, so sind auch die Aufkocher allmählich nach unten einer um so höheren Temperatur unterworfen, je näher sie dem Körper  $E$  liegen. Man ist dadurch in der Lage, das Destillirgut je nach seinen Eigenschaften entweder gleich oben oder erst beim Herabfliessen in den unteren Aufkocher zu verflüchtigen, so dass der leichter flüchtige Theil gleich oben, der schwerer flüchtige dagegen erst unten destillirt.

### Apparate.

Bestimmung der Rotationsdispersion geschieht nach H. Landolt (Ber. deutsch. G. 1894, 2872) mit Hülfe von Strahlenfiltern.

Colorimeter. Die von Millan (d. Z. 1894, 647) beschriebenen Prismencombinations stimmen ganz mit dem von H. Krüss (Z. anorg. 1893) beschriebenen Lummer-Brodhun'schen Prismenpaare überein.

Zum Mischen breiiger oder flüssiger Massen mit Gasen ist nach F. Brandenburg (D.R.P. No. 78 672) ein rings geschlossener, feststehender Behälter mit einer dreh-

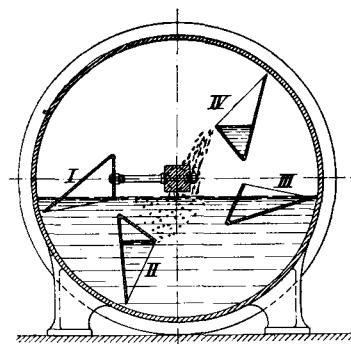


Fig. 67.

baren Welle versehen, mit welcher einzelne gegen einander versetzte Schöpfgefäße fest verbunden sind (Fig. 67). Die Wirkung der

Schöpfgefässe ist aus ihren verschiedenen Stellungen ersichtlich; es zeigt Stellung I ein Gefäß im Begriff, in die Masse einzutauchen, nachdem es vorher aus dem gaserfüllten Raum oberhalb der Masse Gas geschöpft hat. Stellung II zeigt das untergetauchte Gefäß und die bei dem Weiterdrehen entweichenden, die Masse nach oben durchdringenden Gasblasen. Stellung III zeigt das Gefäß beim Austreten aus der Masse, mit dieser gefüllt, und Stellung IV das Ausschütten derselben nach der weiteren Drehung der Welle, wodurch die Masse oder breiartige Flüssigkeit durch den gaserfüllten Raum gestürzt wird.

Beim elektrischen Temperaturanzeiger von Rennert & Zetzsche (D.R.P. No. 78 080) sind die Gegenkontakte, mit welchen das freischwingende Ende des Zeigers des Metallthermometers in Berührung tritt, beweglich angeordnet und zu Elektromagnetenkern ausgebildet. Hierdurch wird ermöglicht, dass die Gegenkontakte von einer beliebigen Entfernung aus angehoben und in Berührung mit dem Zeiger des Thermometers bez. dem mit diesem verbundenen Contactstück in Berührung gebracht werden können. Der Zeiger braucht also nicht dauernd an den den einzelnen Temperaturgraden entsprechenden Gegencontacten zu schleifen, sondern kann sich, den Temperaturschwankungen entsprechend, ohne Reibung bewegen.

### Unorganische Stoffe.

**Natriumbicarbonat.** Nach E. Carthaus (D.R.P. No. 79 221) werden zur Herstellung der Lösung von Magnesiumbicarbonat Magnesit oder Dolomit gebrannt (der Dolomit so lange, bis eine der Magnesia äquivalente Menge Kohlensäure ausgetrieben ist); die Kohlensäure wird bei der weiteren Fabrikation wieder verwendet. Den gemahlenen Rückstand behandelt man mit Wasser und Kohlensäure unter Druck. Bei Verwendung von Dolomit geschieht dies so lange, bis nahezu die gesammte Magnesia gelöst ist; der Kalk geht hierbei nicht in Lösung und kann daher als Nebenproduct gewonnen werden. In die erhaltene Lösung von Magnesiumbicarbonat trägt man alsdann ebenfalls unter Druck eine äquivalente Menge Chlornatrium in der Form von Kochsalz, Steinsalz oder als concentrirte Salzoole (welche Chlormagnesium in reichlichen Mengen enthalten darf) allmählich ein, u. U. unter Zusatz von Ammoniumverbindungen. Dabei fällt Natriumbicarbonat aus, während Chlormagnesium gelöst bleibt.

Es ist hierbei mit möglichst concentrirten Lösungen zu arbeiten. Zur Ausführung werden am besten cylindrische Behälter aus Thon oder Eisen mit innerer Bleiauskleidung und mit Rührwerk angewendet. Die Kohlensäure muss bei dem Process stets unter Druck zugeführt werden. Zur Trennung des gebildeten Bicarbonats von der Chlormagnesiumlösung lässt man nach vollständigem Absetzen des Niederschlages die Lösung schnell ab und schleudert sie aus oder treibt sie unter Kohlensäuredruck durch Filterpressen.

**Herstellung von Sprengstoffen.** Die Chemische Fabrik Griesheim (D.R.P. No. 79 314) hat gefunden, dass sich auch die Trinitrobenzoësäure, welche bei höherer Temperatur in Trinitrobenzol und Kohlendioxyd zerfällt, zur Herstellung von Sprengstoffen eignet. Da das Molecül der Trinitrobenzoësäure bei der gleichen potentiellen Energie grösser ist als das des Trinitrobenzols, so ist ihre Sprengwirkung etwas geringer. Auch die Salze der Trinitrobenzoësäure, z. B. des Ammoniums, des Natriums, des Baryums, des Bleis, lassen sich zu Sprengzwecken verwenden.

Man wendet die Trinitrobenzoësäure in derselben Weise wie andere brisante Sprengstoffe, z. B. die Pikrinsäure oder das Trinitrobenzol, an, am besten im comprimirten Zustande, und bedient sich zur Detonation des Knallquecksilbers. Dasselbe gilt von ihren Salzen. Jedoch lässt sich die Trinitrobenzoësäure, sowie die Salze derselben auch nach Art des Roburits in Verbindung mit Sauerstoffträgern, wie Ammoniumnitrat oder dergleichen, verwenden.

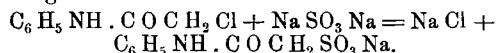
### Organische Verbindungen.

Zur Reinigung von Rohanthracen empfehlen die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cp. (D.R.P. 78 861) Aceton. 560 k Rohanthracen werden in einem mit Rührwerk versehenen geschlossenen Cylinder mit Dampfmantel mit 750 k Aceton oder der gleichen Menge Acetonöl oder eines höheren Homologen des Acetons, wie Methyläthylketon o. dgl. angerührt. Als dann wird die Masse bis auf 60° erwärmt und während 1 Stunde auf dieser Temperatur gehalten. Nach dieser Zeit wird erkalten gelassen, das Anthracen abfiltrirt und mit 375 k des Lösungsmittels nachgewaschen. Dieses zum Auswaschen dienende Aceton wird gesondert aufgefangen und zu einem neuen Reinigungsprocess wieder verwendet. Aus den ersten Mutterlaugen wird das Aceton durch Abdestilliren wieder gewonnen. Das auf dem Filter zurückge-

bliebene Anthracen wird in üblicher Weise gepresst und getrocknet. Bei Anwendung eines 34 bis 35 proc. Anthracens wird so mit grösster Leichtigkeit ein Anthracen von 82 Proc. erhalten, während der nach dem Abdestilliren der Mutterlauge übrigbleibende Rückstand nur wenige Procente Anthracen enthält.

Zur Darstellung von m-Oxydiphenylaminlderivaten erhitzen dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 79 093) die der Thiazolreihe angehörenden geschwefelten Condensationsprodukte des p-Tolidins und seiner Homologen mit Resorcin bei Gegenwart eines Condensationsmittels.

Zur Darstellung von in Wasser löslichen  $\omega$ -Sulfosäuren des Acetanilids und seiner Substitutionsprodukte bez. der Salze dieser Sulfosäuren lassen dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 79 174) auf die  $\omega$ -Halogensubstitutionsprodukte des Acetanilids und seiner Analogen schwefligsaure Salze einwirken. Man erhitzt 1 Mol.  $\omega$ -Chloracetanilid mit 1 Mol. Natriumsulfit in wässriger Lösung zum Kochen. Das sehr schwer lösliche  $\omega$ -Chloracetanilid löst sich dabei ziemlich rasch auf, und wenn dies vollständig eingetreten ist, wird kochend heiß filtrirt. Aus dem Filtrat krystallisiert beim Erkalten das Natriumsalz der  $\omega$ -Acetanilidsulfosäure in prächtigen perlmuttenglänzenden Blättchen aus. Die Reactionsgleichung ist:



Das Salz schmilzt bei 284°. Nimmt man an Stelle von  $\omega$ -Chloracetanilid ein Substitutionsproduct desselben, z. B. das Phenetidinderivat, so erhält man Salze der  $\omega$ -Acetophenetidinsulfosäure. Das auf diese Weise hergestellte Natriumsalz hat vorzügliche antipyretische Eigenschaften, ist in Wasser leicht löslich und krystallisiert in Blättchen. Sein Schmelzpunkt liegt bei 290°. An Stelle der  $\omega$ -Chlorderivate können auch die entsprechenden Brom- oder Jodderivate Verwendung finden.

Zur Darstellung von Säurederivaten von m-Amidoalkyldiamidobenzhydrolen wollen dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 79 250) m-Nitroalkyldiamidodiphenylmethane reduciren, mit organischen Säuren, deren Chloriden oder Anhydriden behandeln und schliesslich durch Oxydationsmittel in Hydrole überführen.

Zur Darstellung von alkalilöslichen Mono- oder Diacetylverbin-

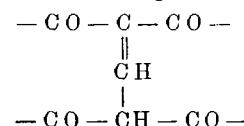
dungen der Gallussäureanhydride behandeln dieselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 78 879) Digallussäuren mit Acetylirungsmitteln, wie Essigsäureanhydrid, Acetylchlorid oder Essigsäure unter Zusatz eines Condensationsmittels, bei Gegenwart oder Abwesenheit eines Lösungs- oder Verdünnungsmittels.

Zur Darstellung von  $\gamma$ -Phenylamidoxy naphthalinsulfosäure erhitzt man nach L. Casella & Cp. (D.R.P. 79 014)  $\gamma$ -Amidonaphtolsulfosäure mit Anilin oder dessen Homologen bei Gegenwart der Chlorhydrate dieser Basen auf Temperaturen von etwa 160°.

Perichlornaphtol- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure bez. ihre Salze erhalten dieselben (D.R.P. No. 79 055) durch Einwirkung von Kupferchlorür auf die Diazoverbindung der  $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtol- $\beta_2\beta_3$ -disulfosäure.

Pyrazolderivate erhalten die Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 79 086) durch Behandeln der durch Pat. 77 354 geschützten Äthoxymethylen- und Oxymethylenderivate nach Maassgabe des im D.R.P. 26 429 gekennzeichneten Verfahrens mit Phenylhydrazin. Es werden z. B. Äthoxymethylenacetessigester und Phenylhydrazin in molekularen Verhältnissen gemischt. Das unter Wasseraustritt entstehende Condensationsproduct wird dann längere Zeit auf 100° erhitzt. Dabei spaltet es Alkohol ab und geht in den 1-Phenyl-5-methylpyrazol-4-carbonsäureester über. Dieser wird durch Waschen der Reactionsmasse mit Äther rein erhalten.

Zur Darstellung von Methenyl-Verbindungen von der allgemeinen Formel:



aus 1.3-Ketonsäureäther, 1.3-Diketonen und ähnlichen, die Gruppierung —CO—CH<sub>2</sub>—CO— enthaltenden Verbindungen wollen dieselben Farbwerke (D.R.P. No. 79 087) entweder die aus den genannten Verbindungen gewonnenen Äthoxymethylen-derivate mit den Alkalialzen der 1.3-Diketone, der 1.3-Ketonsäureäther u. s. w. zusammenbringen, oder 1.3-Ketonsäureäther, 1.3-Diketone u. s. w. im Verhältniss von 2 Mol. mit 1 Mol. Orthoameisensäureäther bei Gegenwart von Essigsäureanhydrid erhitzen.

Zur Darstellung von p-Acetyläthylamidophenyläthylcarbonat wollen dieselben Farbwerke (D.R.P. No. 79 098) p-Amidophenol zuerst äthyliren, dann acetyliren und schliesslich mit Alkali und Chlorkohlenstoffäther behandeln.

Zur Herstellung von Nitroamidoanthrachinon wird nach Angabe derselben Farbwerke (D.R.P. No. 78 772) 1 k Dinitroanthrachinon in 6 bis 12 k technischer Natriumbisulfatlösung gut verrührt und während 2 bis 5 Stunden unter Druck auf 120 bis 180° erhitzt. Das erhaltene Rohprodukt wird mit Wasser gewaschen und mit Alkohol gereinigt. Das Amidonitroanthrachinon kristallisiert aus Alkohol in kleinen rothen Kristallchen, die unscharf gegen 200° schmelzen und bei der Analyse die Formel C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> bestätigen.

Zur Darstellung der  $\gamma$ -Phenolchinoline wollen dieselben Farbwerke (D.R.P. No. 79 173) die Anilide der Methoxy- oder Äthoxybenzoylacetone durch Schwefelsäure zu  $\gamma$ -Methoxy- (bez. -Äthoxy-) phenylchinaldinsulfosäuren condensieren, diese in Form ihrer Benzylidenverbindungen zu den Sulfosäuren der  $\gamma$ -Methoxy- (bez. -Äthoxy-) phenylchinolincarbonsäure oxydiren, letztere durch Kochen mit Bromwasserstoffsäure in die  $\gamma$ -Phenolchinolincarbonsäure und diese endlich durch Erhitzen in  $\gamma$ -Phenolchinolin überführen.

Zur Darstellung von Guajacol werden nach E. Merck (D.R.P. No. 78 910) etwa 30 k Veratrol mit etwa 30 k Alkohol und 30 k Kali 3 Stunden lang im Druckkessel unter einem Druck von ungefähr 10 bis 12 Atm. gehalten, wozu im Allgemeinen eine Temperatur von 180 bis 200° angezeigt ist. Hierbei geht das Veratrol fast vollständig in Guajacol über. Nach beendigter Reaction entfernt man etwaige Spuren noch unzersetzten Veratrols, indem man vortheilhaft im Dampfstrom erhitzt; etwaiges Veratrol geht dann über. Nunmehr trennt man das Guajacol aus der Reactionsmasse, indem man dieselbe ansäuert und das Guajacol mit Wasserdampf übertreibt. Durch Ausschütteln mit Äther und Destilliren kann man das Guajacol schliesslich rein erhalten. Die Ausbeute ist bei dieser Ausführungsweise fast quantitativ, man erhält 26 k krystallisirendes Guajacol.

Höhere Homologe des Brenzcatechins. Nach E. Merck (D.R.P. No. 78 882) geschieht die Darstellung von o-Oxy-äthyl-,

-propyl-, -isobutyl- und -amylphenol durch Erhitzen von Brenzcatechin mit Äthylalkohol, Propylalkohol, Isobutylalkohol und Amylalkohol bei Gegenwart von Chlorzink in offenem oder geschlossenem Gefäss.

Zur Darstellung von o-Toluylsäure soll man nach Kalle & Co. (D.R.P. No. 79 028) die Naphtalin-m-disulfosäure oder die sich aus dieser durch Ersatz einer Sulfogruppe durch OH bez. NH<sub>2</sub> ableitenden Naphtol- bzw. Naphtylamin-m-sulfosäuren, nämlich:  $\alpha_1$ -Naphtol- $\beta_2$ -monosulfosäure (Patente No. 57 910 und 64 979),  $\alpha_1$ -Naphtylamin- $\beta_2$ -monosulfosäure (Patent No. 64 979),  $\beta_1$ -Naphtol- $\alpha_2$ -monosulfosäure (Patent No. 78 603),  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_2$ -monosulfosäure (Patent No. 78 603) mit Ätzalkalien auf 150 bis 300° in offenen oder geschlossenen Gefässen erhitzen.

Zur Darstellung der  $\beta_1$ -Naphtol- $\alpha_2$ -sulfosäure soll man nach Kalle & Co. (D.R.P. No. 78 603)  $\beta$ -Naphtylaminidisulfosäure C des Patentes No. 65 997 mit Wasser oder sehr verdünnten Säuren unter Druck auf höhere Temperatur erhitzen.

Nitrosamine primärer aromatischer Amidooverbindungen. Die Badische Anilin- u. Soda-fabrik (D.R.P. No. 78 874) empfiehlt die Darstellung von Alkali- bez. Erdalkalialzonen der Nitrosamine primärer aromatischer nitro- oder halogensubstituirter Amidooverbindungen, indem man Diazoverbindungen solcher aromatischer Basen, welche eine oder mehrere Nitrogruppen oder mehrere Halogene, oder verschiedene solcher Gruppen gleichzeitig enthalten, in kalte oder heisse Lösungen von Ätzalkalien oder gelöste oder suspendirte alkalische Erden einträgt und damit verröhrt, bis eine Probe der Mischung, mit Wasser verdünnt und mit einer alkalischen Lösung von  $\beta$ -Naphtol vermischt, auch bei längerem Stehen keinen Farbstoff bildet.

Zur Darstellung von m-Phenyldiamindisulfosäure will dieselbe Badische Fabrik (D.R.P. No. 78 834) m-Phenyldiamin oder ein Salz desselben mit so viel rauchender Schwefelsäure auf 70 bis 130° erhitzen, dass auf 1 Mol. m-Phenyldiamin mindestens 2 Mol. freies Schwefelsäureanhydrid zur Verwendung gelangen.

Zur Darstellung einer Mononitrosoverbindung des Dimethyl-m-amido-p-kresols soll man nach Leonhardt & Co. (D.R.P. No. 78 924) gebundene salpetrige Säure entweder in Form ihrer Verbindungen

mit Alkoholradicalen (Äthylnitrit, Amylnitrit) auf Dimethyl-m-amido-p-kresol oder dessen Salze einwirken lassen, oder in Form von Metallnitriten mit den Säuresalzen des Dimethyl-m-amido-p-kresols bei Abwesenheit weiterer Mineralsäure in Reaction bringen.

Darstellung von Di-p-Phenetidyl-oxamid geschieht nach J. D. Riedel (D.R.P. No. 79 099) durch Erhitzen von 1 Moleculargewicht Oxalsäure mit 2 Moleculargewichten p-Phenetidin auf 140 bis 145°.

Thiole erhält man nach E. Jacobsen (D.R.P. No. 78835) dadurch, dass man ungesättigte Kohlenwasserstoffe oder Gemische, die ungesättigte Kohlenwasserstoffe enthalten, zunächst mit Schwefelsäure behandelt und das gereinigte Product nachträglich schwefelt durch Erhitzen mit Schwefel.

Tribromphenol-Wismuth erhält F. v. Heyden Nachf. (D.R.P. No. 78889) durch Wechselwirkung von Tribromphenolalkali- oder -erdalkali und Wismuthsalzen.

Aluminium-Kalium-Salicylat erhält J. Athenstaedt (D.R.P. No. 78903) durch Erhitzen von 2 Th. Aluminiumsubacetat, 1 Th. Salicylsäure und 20 Th. einer 15 proc. Kaliumacetatlösung.

Resedawurzelöl besteht nach J. Bertram und H. Walbaum (J. pr. Ch. 50, 555) wesentlich aus Phenyläthylsenföl.

### Farbstoffe.

Substantive Azofarbstoffe erhalten die Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 79 171) aus der nach Pat. 75 674 und 77 355 (d. Z. 1894, 440 und 626) durch Einwirkung von Schwefel auf p-Amidobenzylanilin erhaltenen acetonunlöslichen Thiobase II.

Zur Herstellung des Farbstoffs aus diazotirter Thiobasis II Sulfosäure +  $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_2$ -sulfosäure (Nevile & Winther) werden z. B. 33 k Thiobasis II Sulfosäure in der nötigen Menge Soda und 10 hl Wasser aufgelöst, hierauf mit 27 k Salzsäure versetzt und unter Eiskühlung mit 7 k Nitrit, gelöst im doppelten Gewicht Wasser, diazotirt. Die Diazotirung vollzieht sich rasch und vollständig, die Diazoverbindung ist in Wasser unlöslich. Die Diazoverbindung lässt man nun rasch unter gutem Rühren einfliessen in eine Lösung von 30 k  $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_2$ -sulfosäure Natronsalz in 300 l Wasser und 15 k calc. Soda. Die Farbstoff-

bildung ist vollendet, sobald alles klar gelöst ist. Man erwärmt nun die tiefrothe Lösung auf 60 bis 70°, filtrirt und fällt aus dem Filtrat den Farbstoff mit Kochsalz. Derselbe wird, wenn nötig, nochmals umgelöst, filtrirt und ausgesalzen, filtrirt, gepresst und getrocknet. Er löst sich in kaltem Wasser mit rother Farbe und färbt ungebeizte Baumwolle im essigsauren Bade seif- und lichtecht roth; die Färbung ist säureecht.

Zur Herstellung des Farbstoffs aus Thiobasis II Sulfosäure + m-Phenyldiamin wird die Diazotirung wie in Beispiel I ausgeführt. Hierauf lässt man die Diazoverbindung einfliessen in eine Lösung von 11 k m-Phenyldiamin in 250 l Wasser, versetzt mit 25 k Natriumacetat (krystall.). Die Isolirung des Farbstoffs erfolgt wie im Beispiel I. Er färbt ungebeizte Baumwolle im neutralen, schwach alkalischen oder schwach sauren Bade orangegelb.

Dargestellt wurden nachfolgende Farbstoffe dieser Gruppe:

| Diazotirte Thiobasis II Sulfosäure combinirt mit:  | färbt ungebeizte Baumwolle |
|--|----------------------------|
| $\beta$ -Napholdisulfosäure R . . . . .  | blauroth                   |
| $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_2$ -sulfosäure (Nevile-Winther) . . . . .                           | roth                       |
| $\alpha$ -Napholdisulfosäure S (Patent No. 40571) . . . . .                                      | blaurosa                   |
| Napholdisulfosäure Patent No. 38281 (Rudolf & Gürke) . . . . .                                   | blaurosa                   |
| $\alpha$ -Napholdisulfosäure $\varepsilon$ (Patente No. 45776 und No. 52724) . . . . .           | gelblich rosa              |
| Schäffer'sche $\beta_1$ -Naphtol- $\beta_3$ -sulfosäure . . . . .                                | gelbroth                   |
| $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_4$ $\beta_2$ $\beta_3$ -trisulfosäure (Pat. No. 56058) . . . . .    | rosa                       |
| $\alpha$ -Naphtosultondisulfosäure . . . . .   | rosa                       |
| $\alpha_1$ $\alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\beta_2$ $\beta_3$ -disulfosäure (Chromotrop) . . . . . | rothviolett                |
| Dioxynaphthalinsulfosäure G . . . . .  | blauroth                   |
| $\alpha_1$ $\alpha_4$ -Amidonaphtol- $\beta_2$ $\beta_3$ -disulfosäure H . . . . .               | blauviolett                |
| m-Phenyldianin . . . . .   | gelborange                 |
| m-Toluylendianin . . . . .   | rothorange                 |

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung substantiver Azofarbstoffe, darin bestehend, dass man die Diazoverbindung der Sulfosäure der durch Pat. 75 674 geschützten, acetonunlöslichen schwefelhaltigen Basis („Thiobasis“) auf aromatische Amine, Phenole oder deren Sulfosäuren einwirken lässt.

2. Als besondere Ausführungsform des durch 1. geschützten Verfahrens die Einwirkung der dort genannten Diazoverbindung auf folgende Körper:

$\beta$ -Napholdisulfosäure R,  
 $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_2$ -sulfosäure (Nevile-Winther),  
 $\alpha$ -Napholdisulfosäure S (Pat. 40571), Napholdisulfosäure Pat. 38281 (Rudolf & Gürke),  
 $\alpha$ -Napholdisulfosäure  $\varepsilon$  (Pat. 45776 und 52724),  
Schäffer'sche  $\beta_1$ -Naphtol- $\beta_3$ -sulfosäure,  
 $\alpha_1$ -Naphtol- $\alpha_4$   $\beta_2$   $\beta_3$ -disulfosäure (Pat. 56058),

$\alpha$ -Naphtosultondisulfosäure,  
 $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalin- $\beta_2 \beta_3$ -disulfosäure (Chromotrop),  
 Dioxynapthalinsulfosäure G,  
 $\alpha_1 \alpha_4$ -Amidonaphtol- $\beta_2 \beta_3$ -disulfosäure H,  
 m-Phenylendiamin,  
 m-Toluylendiamin.

**Gelber basischer Farbstoff der Akridinreihe derselben Farbwerke (D.R.P. No. 79 263).**

**Patentansprüche:** 1. Neuerung in dem Verfahren zur Darstellung eines gelben basischen Farbstoffes, darin bestehend, dass man an Stelle des im Hauptpat. 65 985 genannten m-Nitranilins hier die Äther des m-Nitrophenols mit p-Toluidin in Gegenwart von Salzsäure und von Eisenchloriden verschmilzt.

2. Die besondere Ausführung des durch den ersten Patentanspruch gekennzeichneten Verfahrens mit m-Nitranisol und m-Nitrophenetol.

**Triphenylmethanfarbstoffe.** M. Vaubel (J. pr. Ch. 50, 347) untersuchte das Verhalten derselben gegen Brom und deren Constitution.

**Monoazofarbstoffe** erhält die Badische Anilin- und Soda-fabrik (D.R.P. No. 79 029) aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalindisulfosäure G.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines rothen Wollfarbstoffs, darin bestehend, dass man die Baryumsalze der durch Einwirkung von concentrirter Schwefelsäure auf  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalin bei 50° entstehenden Dioxynapthalinsulfosäuren in ein in heissem Wasser schwer lösliches und in ein in heissem Wasser leicht lösliches, beim Erkalten krystallisirendes Salz trennt und die dem letzteren entsprechende  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalindisulfosäure mit Diazobenzol in essigsaurer oder alkalischer Lösung combinirt.

Desgleichen (D.R.P. No. 79 030) aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalindisulfosäure R.

**Patentanspruch:** Verfahren zur Darstellung eines rothen Wollfarbstoffs, darin bestehend, dass man die Baryumsalze der durch Einwirkung von concentrirter Schwefelsäure auf  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphtalin bei 50° entstehenden Dioxynapthalinsulfosäuren in ein in heissem Wasser schwer lösliches und ein in heissem Wasser leicht lösliches, beim Erkalten krystallisirendes, sowie ein in kaltem Wasser sehr leicht lösliches Salz trennt und die dem letzteren entsprechende  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalindisulfosäure R mit Diazobenzol in essigsaurer oder alkalischer Lösung combinirt.

**Gelben Azofarbstoff** erhalten die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cö. (D.R.P. No. 78 877) aus einer Dioxynapthalindisulfosäure.

**Patentansprüche:** 1. Verfahren zur Darstellung gelber Monoazofarbstoffe, welche Wolle in

saurem Bade zu färben vermögen, darin bestehend, dass man 1 Mol. der aus Monoaminen bez. Mononitroaminen der Benzolreihe erhältlichen Diazoverbindungen einwirken lässt auf 1 Mol. derjenigen Dioxynapthalindisulfosäure („Gelbsäure“), welche neben einer isomeren („Rothsäure“) aus der durch Erhitzen von Naphtalin- $\beta_1 \beta_3$ -disulfosäure mit sulfirenden Mitteln entstehenden Naphtalintetrasulfosäure beim Verschmelzen mit Alkalien gewonnen wird und sich durch ihre Leichtlöslichkeit von der schwer löslichen genannten isomeren Dioxynapthalindisulfosäure unterscheidet.

2. Die besonderen Ausführungsformen des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens unter Verwendung der Diazoverbindungen des Anilins, o- bez. p-Toluidins und m- bez. p-Nitranilins.

**Rothe bis violette Azofarbstoffe** der Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cö. (D.R.P. No. 79 165). Darnach lassen sich die  $\alpha, \alpha_4$ -Dioxynapthalinsulfosäuren in essigsaurer Lösung (auch in verdünnter) sehr leicht mit den Diazophenolen combiniren und so entstehen Farbstoffe, deren werthvolle Eigenschaften eine grosse technische Verwendung in Aussicht stellen und die hinsichtlich ihrer Gewinnung und Eigenschaften den in dem Pat. 57 021 und dessen Zusätzen No. 73 551 und 75 356 beschriebenen Farbstoffen analog sind. Die neuen Farbstoffe besitzen eine bedeutende Farbkraft, färben Wolle im sauren Bade in sehr klaren, blaurothen bis violetten Tönen an, egalisiren in vorzüglicher Weise und sind so eigentlich dazu berufen, die rothen und violetten sauren Rosanilinfarbstoffe zu ersetzen, weil sie wesentlich lichtechter als die letzteren sind. Besonders werthvolle Producte erhält man, wenn man die Diazoderivate des p-Amidophenols bez. m-Amido-o-kresols ( $\text{CH}_3 : \text{OH} : \text{NH}_2 = 1 : 2 : 5$ ) mit den Sulfosäuren des  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalins combinirt. Unter den letzteren gelangen zur Verwendung: 1. die  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalin- $\alpha$ -monosulfosäure ( $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalin- $\alpha_2$ -monosulfosäure), 2. die  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalin- $\alpha$ -disulfosäure ( $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynapthalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure).

1 k p-Amidophenol wird z. B. in üblicher Weise mit einer Lösung von 0,7 k Natriumnitrit diazotirt und die Diazoverbindung in eine mit überschüssigem Natriumacetat versetzte Lösung von 2,7 k  $\alpha_1 \alpha_4$ -dioxynapthalin- $\alpha_2$ -monosulfosaurem Natron eingetragen. Die Bildung des Farbstoffes beginnt sofort. Nach 24 stündigem Stehen wird erwärmt und nach Zusatz von Kochsalz der Farbstoff abfiltrirt und gepresst. Derselbe färbt Wolle im sauren Bade schön klar violett.

In ähnlicher Weise gewinnt man die analogen Farbstoffe aus anderen Amidophenolen oder aus Amidokresolen u. s. w. Wenn man z. B. in obigem Beispiele einerseits an

Stelle von p-Amidophenol m-Amido-o-kresol ( $\text{CH}_3 : \text{OH} : \text{NH}_2 = 1 : 2 : 5$ ) oder andererseits an Stelle der  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2$ -monosulfosäure die  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure verwendet, so resultieren gleichfalls werthvolle violette bez. blaustichig rothe Farbstoffe.

Die Färbungen, welche von einigen typischen Repräsentanten dieser Farbstoffe auf Wolle in saurem Bade erhalten werden, sind in nachstehender Tabelle zusammengestellt:

|    |                   |   |
|----|-------------------|---|
|    |                   | Farbstoff aus diazot.   |
| 1. | p-Amidophenol     | $\left\{ \begin{array}{l} \alpha_1 \alpha_4\text{-Dioxynaphthalin-} \\ \alpha_2\text{-monosulfosäure} \end{array} \right.$ violett        |
| 2. | +                 | $\left\{ \begin{array}{l} \alpha_1 \alpha_4\text{-Dioxynaphthalin-} \\ \alpha_2 \beta_1\text{-disulfosäure} \end{array} \right.$ violett  |
| 3. | m-Amido-o-kresol- | $\left\{ \begin{array}{l} \alpha_1 \alpha_4\text{-Dioxynaphthalin-} \\ \alpha_2\text{-monosulfosäure} \end{array} \right.$ blauroth       |
| 4. | +                 | $\left\{ \begin{array}{l} \alpha_1 \alpha_4\text{-Dioxynaphthalin-} \\ \alpha_2 \beta_1\text{-disulfosäure} \end{array} \right.$ blauroth |

Die Nüancen auf chromgebeizter Wolle sind im Allgemeinen blauschwarz.

*Patentanspruch:* Neuerung in dem Verfahren des Pat. 57021 bez. der Zusatzpat. 73551 und 75356 zur Darstellung violetter und rother Azofarbstoffe, darin bestehend, dass man an Stelle der dort verwendeten Diazoverbindungen hier die Diazoverbindungen von Amidophenolen, Amidokresolen u. s. w., wie p-Amidophenol, m-Amido-o-kresol ( $\text{CH}_3 : \text{OH} : \text{NH}_2 = 1 : 2 : 5$ ) mit der  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2$ -monosulfosäure bez.  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure combiniert.

#### Fernereres Zusatzpatent No. 79166.

*Patentanspruch:* Neuerung in dem Verfahren des Pat. 79165 (Zus. z. Pat. 57021) zur Darstellung von Azofarbstoffen aus  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin-sulfosäuren S, darin bestehend, dass man an Stelle der dort verwendeten Diazoprodukte hier 1. die Diazoverbindung der p-Amido-o-phenolsulfosäure mit der  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2$ -monosulfosäure, oder 2. die Diazoverbindung des  $\alpha_1 \alpha_3$ -Amidonaphths bez.  $\beta_1 \beta_4$ -Amidonaphths mit  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2$ -monosulfosäure bez.  $\alpha_1 \alpha_4$ -Dioxynaphthalin- $\alpha_2 \beta_1$ -disulfosäure combiniert.

#### Basische Farbstoffe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 79189).

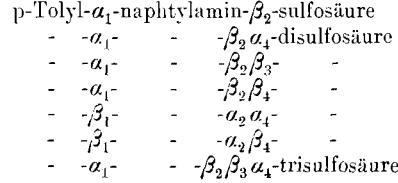
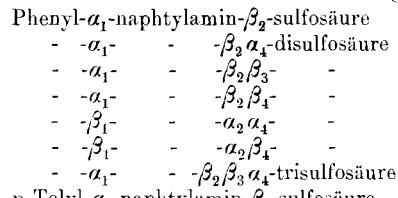
*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von blauen basischen Azinfarbstoffen und deren Sulfosäuren, darin bestehend, dass man an Stelle der p-Nitrosoverbindungen im Anspruch 1. des Hauptpat. (78497) p-Azoderivate von primären, sekundären oder tertiären Aminen der Benzol- oder Naphthalinreihe oder deren Sulfosäuren verwendet und mit substituierten m-Naphtylendiaminen oder deren Sulfosäuren condensirt.

2. Überführung der nach dem durch Anspruch 1. geschützten Verfahren erhältlichen basischen Farbstoffe und der schwer löslichen Sulfosäuren in leicht lösliche saure Farbstoffe durch Behandeln mit Sulfonierungsmitteln.

Zweifach substituirte  $\alpha_1 \beta_2$ -Naphtylendiamine derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 78854).

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von in den Amidogruppen alkylirten m-Naphtylendiaminen und deren Sulfosäuren, darin bestehend, dass man an Stelle der im Hauptpat. 75296 und dessen Zusätzen 76414 und 77866 angewendeten Naphtylaminsulfosäuren mit einer Sulfo-gruppe in Metastellung zur Amidogruppe hier die in der Amidogruppe durch Alkyle der fetten oder aromatischen Reihe substituirten Naphtylaminsulfosäuren verwendet und dieselben mit primären aromatischen Aminen bei Abwesenheit oder Gegenwart von deren Salzen auf höhere Temperaturen erhitzt.

2. Die Ausführung des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens behufs Darstellung der im Hauptpat. 75296 und seinen Zusätzen 76414 und 77866 beschriebenen, durch zwei gleiche aromatische Reste substituirten m-Naphtylendiamine und deren Sulfosäuren unter Verwendung von



3. Die Ausführung des durch Anspruch 1. geschützten Verfahrens behufs Darstellung von durch zwei verschiedene aromatische Reste oder durch je ein Alkyl der aromatischen und der aliphatischen Reihe substituirten, m-Naphtylendiaminen und deren Sulfosäuren unter Verwendung von Phenyl- $\alpha_1$ -naphtylamin- $\beta_2$ -sulfosäure und p-Toluidin, Athyl- $\alpha_1$ -naphtylamin- $\beta_2 \alpha_4$ -disulfosäure und Anilin, Athyl- $\alpha_1$ -naphtylamin- $\beta_2 \alpha_4$ -disulfosäure und o-Toluidin.

Trennung der bei der Sulfirung von  $\beta_1 \beta_4$ -Naphtylaminsulfosäure entstehenden  $\beta$ -Naphtylamindisulfosäuren derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 79243).

*Patentanspruch:* Verfahren zur Trennung der drei beim Sulfiren von  $\beta$ -Naphtylamin- $\delta$ -monosulfosäure entstehenden isomeren  $\beta$ -Naphtylamindisulfosäuren, darin bestehend, dass man diese Säuren in die Kaliumsalze überführt, die  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_1 \beta_4$ -disulfosäure als neutrales Kaliumsalz zur Abscheidung bringt, die in den Mutterlaugen verbleibenden Kaliumsalze der beiden anderen Säuren in die Natriumsalze verwandelt und die  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_2 \beta_4$ -disulfosäure in Form des neutralen Natriumsalzes zur Abscheidung bringt, wobei das leichter lösliche  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_3 \beta_4$ -disulfosäure Natrium in Lösung bleibt, oder dass man nach Abscheidung des Kaliumsalzes der  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_1 \beta_4$ -disulfosäure durch weiteres Concentriren der Mutterlaugen die  $\beta_1$ -Naphtylamin- $\alpha_2 \beta_4$ -disulfosäure als neutrales Kaliumsalz abscheidet, wobei

in der Lösung hauptsächlich das Kaliumsalz der  $\beta_1$ -Naphthylamin- $\alpha_3\beta_4$ -disulfosäure verbleibt.

**Dinitrosostilbendisulfosäure.** Nach Kalle & Cp. (D.R.P. No. 79 241) werden z. B. 10 k p-nitrotoluolsulfosaures Natron in 50 k einer auf 80° erwärmteten Natronlauge von 17° B. unter Umrühren eingetragen. Die Masse färbt sich sofort tief dunkel und erstarrt nach kurzer Zeit zu einem dicken Brei. Derselbe wird in 100 l Wasser gegossen, der ausgeschiedene Farbstoff abfiltrirt, gepresst und getrocknet. Er färbt ungebeizte Baumwolle im Kochsalzbade rothgelb an; die Nüance ist gelbstichiger und klarer als die von Sonnengelb oder Mikadogelb.

**Patentspruch:** Verfahren zur Darstellung eines einheitlichen Körpers von der Zusammensetzung einer Dinitrosostilbendisulfosäure durch Behandeln von p-Nitrotoluolsulfosäure mit Natronlauge von mindestens 10° B. bei Temperaturen unter 100°.

## Patentanmeldungen.

### Klasse:

#### (R. A. 3. Jan. 1895.)

- 12. B. 15 838. Darstellung beständiger sulfosaurer **Tetrazosalze**. — P. Becker, Moskau. 7. 3. 94.
- C. 5031. Darstellung von **Methylendiresorcin** aus Resorciu und Formaldehyd. — Chemische Fabrik auf Action (vorm. E. Schering), Berlin N. 7. 4. 94.
- C. 5118. Darstellung von **Protocatechualdehyd m-äthyläther**. — Chemische Fabrik auf Action (vorm. E. Schering), Berlin N. 1. 6. 94.
- 22. F. 6824. Darstellung eines beizenfärbbenden **Oxyanthrachinonfarbstoffs**. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 24. 5. 93.
- F. 7343. Darstellung eines gemischten **Disazofarbstoffes** aus m-Nitrotoliden. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 5. 2. 94.
- F. 7946. Darstellung von Farbstoffen aus **Fluorescein-chlorid**. (Zus. z. Pat. 48 367.) Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 3. 12. 94.
- Sch. 9470. **Bronzefarbe** für die Buntpapierfabrikation. — J. A. Schelfhout, Brüssel. 6. 2. 94.
- 75. A. 4021. **Elektrolytische Diaphragmen**. — Anciennes Salines domaniales de l'Est, Aktiengesellschaft, Dieuze i. Lothr. 27. 8. 94.
- H. 14 080. Diaphragmenelektroden für **elektrolytische Zwecke**. — J. Hargreaves, Farnworth und Th. Bird, Cressington. 28. 9. 93.
- S. 8326. Darstellung von **Alkalithiosulfat** auf trockenem Wege. — E. Sidler, Stassfurt. 6. 11. 94.

#### (R. A. 7. Jan. 1895.)

- 8. W. 10 069. Alkalische Zink- oder Zinnlösung als Waschmittel. — H. Wächter, Bielefeld. 31. 5. 94.
- 12. C. 5060. Herstellung von **Hydrochinon** und seinen Homologen. — Chemische Fabrik auf Action (vorm. E. Schering), Berlin N. 25. 4. 94.
- M. 10 425. Darstellung von **Phenolalkoholen** aus Phenolen durch Formaldehyd. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 12. 1. 94.
- P. 7032. **Kochkessel** mit Dampfmantel. — C. Postranecky, Löbtau b. Dresden. 15. 8. 94.
- 22. B. 16 118. Darstellung von Farbstoffen der **Rhodamin-gruppe** mittels Chloralhydrat. — Badische Anilin- und Soda-fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 11. 5. 94.
- F. 7489. Darstellung von substantiven **Baumwollazo-farbstoffen**, welche als Komponente ein secundäres Amin der Fettsäre enthalten. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 10. 4. 94.
- 40. B. 16 485. Verhütten geschwefelter **Zinkerze**. — R. Biewend, Klausthal. 6. 8. 94.
- 75. C. 5334. Darstellung von **Natriumbicarbonat**. (Z. z. Ann. C. 4953.) — E. Carthaus, Dortmund. 1. 11. 94.
- R. 9100. Reinigung des **Kalisalpeters** von Kaliumperchlorat. — Ruer, Hamburg. 30. 10. 94.

#### (R. A. 10. Jan. 1895.)

- 12. B. 15 647. Darstellung von **Alkali-** bez. Erdalkalisanzen primärer aromatischer Nitrosamine. (Zus. z. Anm. B. 15 310.) — Badische Anilin- und Soda-fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 20. 1. 94.
- H. 14 611. Darstellung von **Rhodanverbindungen**. (Zus. z. Pat. 72 644.) — British Cyanides Company (Limited), London. 16. 4. 94.
- V. 2230. Behandlung von Flüssigkeiten mit **Gasen**. — A. Vivien, Saint Quentin. 7. 7. 94.
- W. 9326. Reduction von aromatischen **Nitroverbindungen** zu Azoxy-, Azo- und Hydrazoverbindungen. — A. Wohl, Berlin W. 10. 7. 93.
- 22. B. 15 102. Darstellung blauer **Farbstoffe** sauren Charakters aus Nitrosodialkyl-m-amidophenolen. — Badische Anilin- und Soda-fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 18. 8. 93.
- F. 6708. Darstellung fuchsinsrother **Azofarbstoffe** aus der  $\alpha_1\alpha_2$ -Dioxynaphthalin-mono- bez. -disulfosäure S. (Zus. z. Pat. 54 116.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 30. 3. 93.
- F. 6909. Darstellung primärer **Disazofarbstoffe** aus  $\beta_1\beta_2$ -Dioxynaphthalin- $\beta_3$ -sulfosäure. — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 1. 7. 93.

#### (R. A. 14. Jan. 1895.)

- 12. B. 15 446, 15 743, 15 820 u. 16 062. Darstellung von **Nitrosaminen** primärer aromatischer Amidoverbindungen und deren Salzen. (Zus. z. Anm. B. 15 310.) — Badische Anilin- und Soda-fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 27. 11. 93; 15. 2. 94 bez. 5. 3. 94 u. 26. 4. 94.
- T. 4153. Darstellung von **Brenzkatechin**. — G. Tobias, Berlin S.W. 25. 5. 94.
- T. 4154. Darstellung von **Alkalisanzen** der **Brenzkatechin-disulfosäure**. — G. Tobias, Berlin S.W. 25. 5. 94.
- 22. G. 9019 u. 9225. Darstellung von beizenfärbbenden Azofarbstoffen aus **Pyrogallol**. — J. R. Geigy & Co., Basel. 16. 6. 93 u. 11. 6. 94.
- 75. K. 12 022. Darstellung von **Chlor** aus Chlorwasserstoffsäure und Salpetersäure unter Zuhilfenahme von Schwefelsäure. — P. R. Krause. 16. 8. 94.

#### (R. A. 17. Jan. 1895.)

- 8. B. 15 081. **Färben** von Baumwolle mittels Farbstoffen aus Dinitronaphthalin. — Badische Anilin- und Soda-fabrik, Ludwigshafen a. Rh. 14. 8. 93.
- F. 7746. Darstellung purpurrother bis carminrother Nüancen auf der Faser mittels p **Nitraulin**. — Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. 25. 8. 94.
- 12. C. 5242. Darstellung von Cyan- bez. Ferrocyanalkalien aus **Carbazolkalium** oder -natrium. — Chemische Fabriks-Aktiengesellschaft, Hamburg. 21. 8. 94.
- 22. F. 7220. Darstellung von beizenfärbbenden Farbstoffen aus nitritiertem **Anthrachinon**. (Zus. z. Anm. F. 6945.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 9. 12. 93.
- F. 7232. Hydroxylirung von **Anthrachinon** durch Einwirkung von Schwefelsäure bei Gegenwart von salpetriger Säure und Borsäure. (Zus. z. Anm. F. 6945.) — Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. 14. 12. 93.
- L. 8289. Darstellung blauer basischer **Farbstoffe**. (Zus. z. Pat. 74 690.) — A. Leonhardt & Co., Mühlheim a. M., Hessen. 12. 8. 93.

#### (R. A. 21. Jan. 1895.)

- 12. A. 3960. Gewinnung von **Anilin**, Toluidin, Xylidin aus der bei der Reduction der Nitroverbindungen entstandenen Masse. — A. Wülfing, Elberfeld. 7. 7. 94.
- C. 5071. Herstellung von **Hydrochinoncarbonsäure** und deren Homologen. — Chemische Fabrik auf Action (vorm. E. Schering), Berlin N. 2. 5. 94.
- C. 5079. Darstellung von **Brenzcatechinderivaten**. — Chemische Fabrik auf Action (vorm. E. Schering), Berlin N. 2. 5. 94.
- D. 6276. **Auslauge-** und Klärapparat. — R. Deissler, Treptow b. Berlin. 14. 4. 94.
- H. 14 519. Herstellung von geruch- und geschmacklosen neutralen, die Schleimhäute nicht angreifenden Stoffen aus **phenolartigen** Körpern. (Zus. z. Pat. 58 129.) — F. von Heyden Nachf., Radebeul. 24. 3. 94.
- 22. H. 14 807. Kühlen von **Lim** und Herstellung von Leimtafeln. — P. C. Hewitt, New-York. 11. 6. 94.
- 78. Sch. 10 100. Regenerirung der erschöpften Säurebäder bei der **Nitrirung** von Cellulose. — R. Ch. Schüpphaus, Brooklyn. 1. 10. 94.