

Apparate.

Einwirkung von Schwefelsäure auf Quecksilber. Pitman (J. Amer. 20, 100) prüfte die Behauptung von Baskerville und Miller, dass Quecksilber concentrirte Schwefelsäure schon bei ungefähr 20° zerstze, da dies für den Gebrauch des Lungeschen Nitrometers von Wichtigkeit ist. Pitman konnte sowohl bei Abwesenheit wie bei Anwesenheit von trockner Luft keine Einwirkung bemerken; bei Verwendung von feuchter Luft trat eine Volumverringerung ein, die von der Absorption der vorhandenen Feuchtigkeit herrührte.

Filtermasse. Nach Grandjean (D.R.P. No. 95 835) erhält man eine besonders reine, gut filtrirende Masse aus Papierstoff, wenn man ihn trocken zerkleinert, z. B. durch an rotirende Arme gelenkig befestigte Hämmer, und hierauf, ebenfalls auf trocknem Wege, in geignete Formen presst.

Weissen reinen Natronkalk liefert Cl. Lageman in Erfurt (eingesandte Proben in verschiedener Körnung waren tadellos).

F.

Glasgefässe mit Asbestbekleidung, besonders Bechergläser, Kolben, Retorten u. dgl. fertigt R. A. Grosse, Ilmenau. Dieselben halten grössere Temperaturschwankungen aus, ohne zu zerspringen, und sind auch etwas gegen Stösse geschützt.

Wasserdunst-Glocken nach J. Walter bestehen in ihrer Grundmasse aus porös gebranntem Porzellan, ähnlich den Diaphragmen der galvanischen Elemente, die aussen und für manche Zwecke auch theilweise im Innern, z. B. der untere Rand, mit einer dichten Glasurschicht überzogen sind. Feuchtet man für den Gebrauch die poröse Innenseite dieser Deckel und Glocken mit Wasser an (sie nehmen bis 15 Proc. davon auf), so verdunstet dieses, und es bildet sich eine mit Wasserdampf gesättigte Atmosphäre unter der Glocke, die, wenn man eine solche Glocke z. B. zum Bedecken von Pflanzentheilien, anatomischen Präparationen oder von Wasserfarben in Farbschalen u. dgl. benutzt, verhindert, dass diese Gegenstände ein trocknen.

Unorganische Stoffe.

Herstellung von Ammoniumnitrat. Wenn man nach Th. Fairley (D.R.P. No. 97 400) Ammoniak und Kohlendioxyd oder

Ammoniumbicarbonat auf gesättigte Lösungen von Natriumnitrat einwirken lässt, werden etwa $\frac{2}{3}$ des Natriumnitrats in Ammoniumnitrat umgesetzt, während ungefähr $\frac{1}{3}$ des Natriumnitrats zurückbleibt. Selbst die Anwendung eines noch so grossen Überschusses von Ammoniumcarbonat vermag an diesem Verhältniss nichts zu ändern. Man erhält ausserdem Natriumbicarbonat, welches leicht rein gewonnen werden kann. Wenn man die Lösung einer Temperatur unter 0° aussetzt, so krystallisiert bei Temperaturen über 0° das leichter lösliche Ammoniumnitrat aus, während das sonst schwerer lösliche Natriumnitrat in Lösung bleibt.

Wenn in dem Ammoniaksodaprocess in seiner Anwendung auf Natriumnitrat Ammoniumbicarbonat benutzt wird, so kann dieses Salz in pulverförmiger oder körniger Beschaffenheit, in feuchtem oder trockenem Zustande dem unteren Ende eines Extraktionsapparates zugeführt werden, in welchem es mittels einer Schnecke o. dergl. ununterbrochen durch den Cylinder aufsteigend transportirt wird, während gleichzeitig in entgegengesetzter Richtung eine gesättigte Lösung Natriumnitrat, welche oben in den Apparat eintritt, die Ammoniumcarbonatsäule durchzieht. Der Zufluss kann hierbei so geregelt werden, dass Natriumbicarbonat, welches mit Natriumnitratlösung angefeuchtet ist, am oberen Ende des Apparates austritt, während die am unteren Ende austretende Flüssigkeit aus einer Lösung von Ammoniumnitrat mit etwa 30 Proc. Natriumnitrat neben geringen Beimengungen von Natriumcarbonat besteht.

Um den Process der Reinigung des Ammoniumnitrats zu erleichtern, empfiehlt es sich, bei der Einwirkung des Natriumnitrats auf das Ammoniumbicarbonat so zu arbeiten, dass möglichst concentrirte Lösungen entstehen. Schwache Lösungen müssen daher durch Eindampfen oder durch Zusatz von festen Salzen, welche man bei der vollständigen Eindampfung eines anderen Theiles der Lösung erhalten hat, concentrirt werden. Wenn man nun solche concentrirte Lösungen durch einen Apparat leitet, welcher von aussen auf etwa -15° abgekühlt ist, so krystallisiert der grösste Theil des Ammoniumnitrats aus, während die anderen Salze in Lösung bleiben. Dieser Kühlprocess kann in einem Apparat durchgeführt werden, welcher dem erwähnten ähnlich ist, jedoch wird die Flüssigkeit am unteren Ende aufgegeben, während das Ammoniumnitrat am oberen Ende austritt. Das Salz kann alsdann mit kaltem Wasser oder einer kalten gesättigten Lösung von Ammoniumnitrat ge-

waschen und in einem geeigneten Trockenapparat unter Anwendung von mässiger Wärme getrocknet werden.

Gehaltsbestimmung derr rauchenden Schwefelsäure und des Schwefelsäure-anhydrids. R. Rosenlecher (Z. anal. 1898, Sonderabdr.) verwendet zur Abwägung eine kleine Kugelröhre. Zur Überführung der Oleum- bez. Anhydridproben in die wässrige Lösung verwendet er Glasflaschen aus möglichst farblosem Glase mit gut eingeschliffenem Glasstopfen, einer Höhe von etwa 15 cm und einem Durchmesser von 6 bis 7 cm, entsprechend einem Inhalt von 250 bis 300 cc. In diese Flaschen füllt man etwa 20 bis 30 cc destillirtes Wasser von der gerade herrschenden Zimmertemperatur und etwa 10 Tropfen Indicatorlösung (Paranitrophenol, 1 : 1000). Nachdem man die mit Nummern versehenen Flaschen entsprechend der Anzahl der zu untersuchenden Proben vorbereitet hat, fasst man die Kugelröhren mit einem Stückchen mehrfach zusammengelegten Filtrirpapiers an dem kurzen Schenkel mit der rechten Hand, während man mit der linken eine jener Flaschen nabezu wagrecht hält und führt das Kugelröhren durch den Flaschenhals ein, indem man es dabei bis zum letzten Augenblicke noch so hält, dass das Oleum nicht ausfließen kann. Ist das Kugelröhren ganz in die Flasche eingeführt, so lässt man es los, setzt behende den bereitgestellten Glasstöpsel wieder auf und neigt die Flasche so weit, dass der Glasstöpsel von dem flüssigen Inhalte benetzt und dadurch ein sicherer, dichter Abschluss erzielt wird. Während dieser ganzen Zeit bleibt das Röhren in der Flasche in nahezu wagrechter Lage, so dass ein Ausfließen seines Inhaltes nur in den seltensten Fällen stattfindet, was man auch daraus ersehen kann, dass der Indicator seine Farbe unverändert beibehält. Nachdem man den gut eingesetzten Glasstopfen benetzt hat, fasst man die Flasche mit beiden Händen am Boden und am Halse, hält mit der rechten Hand zugleich den Glasstopfen fest angedrückt, damit er nicht lose werden kann, und bringt durch einige kurze, ruckweise Schüttelbewegungen die Kugel des Röhrens zur gänzlichen oder theilweisen Zertrümmerung. Im Augenblicke, wo dies geschieht, verschwindet die Farbe des Indicators und die Flasche erfüllt sich mit weissen Nebeln. Man richtet die Flasche wieder auf und schüttelt mit Unterbrechung noch einige Zeit gelinde, bis alle weissen Dämpfe von dem Wasser aufgenommen sind und die Luft in der Flasche völlig durch-

sichtig geworden ist. Dann lüftet man den Stopfen, spritzt ihn vorsichtig mit der Spritzflasche in die Flasche hinein ab und spült auch den Flaschenhals etwas mit destillirtem Wasser nach. Man nimmt nun einen Glasstab und zerdrückt die auf dem Boden der Flasche liegenden, capillaren Theile des Kugelröhrens, was sich leicht bewerkstelligt lässt, nimmt den Glasstab heraus, spritzt ihn in die Flasche ab und kann nun zum Titiren schreiten.

Volumetrische Bestimmung des Kobalts. H. B. Harris (J. Amer. 20, 173) prüfte die bisher vorgeschlagenen volumetrischen Methoden auf ihre Brauchbarkeit.

1. Die Winkler'sche Methode (Z. anal. 3, 420), bestehend in der Titration mit Kaliumpermanganat unter Zusatz von gefälltem Quecksilberoxyd, gibt in der Kälte durchweg um 6 bis 12 Proc. zu niedrige Werthe und unscharfen Endpunkt; in der Hitze wurden genügende Zahlen erhalten. Gegenwart von Sauerstoffsäuren ist schädlich. Ersatz des Quecksilberoxyds durch Zinkoxyd in Verbindung mit Eisenchlorid gibt ebenfalls gute Zahlen. Arsenäsäure und Nickel dürfen nicht zugegen sein; kleinere Mengen Blei und Kupfer schaden nicht, grössere Mengen verursachen bedeutende Fehler. Bei geringem Antimongehalt wurden merkwürdiger Weise viel zu hohe Resultate erhalten, während mit wachsendem Antimongehalt sich die Zahlen den theoretischen nähern.

2. McCulloch's Methode (Chem. N. Bd. 59), welche auf der Niederschlagung von Kobaltcyanid durch Kochen mit Kaliumbichromat und Cyankalium, Zufügung einer titirten Menge Ferroammoniumsulfat und Zurücktitiren des nicht verbrauchten Theiles derselben mittels Kaliumbichromats beruht, gab sehr schwankende, meist zu niedrige Resultate.

3. Nach Fleischer's Methode (J. prakt. 110, 49) werden Kobalt und Nickel aus alkalischer Lösung mittels Natriumhypochlorits als Sesquioxide niedergeschlagen, der filtrirte Niederschlag mehrere Stunden mit Ammoniak 1 : 3 gekocht, wobei nur Nickelsesquioxid reducirt wird, dann Ferroammoniumsulfat zugefügt, welches sich auf Kosten des Kobaltsesquioxids oxydirt, und das unverbrauchte Eisensalz mit Permanganat zurücktitriert. Die Schwäche der Methode liegt in der Reduction mit Ammoniak, welche häufig nicht vollständig ist; das Verhältniss der beiden Metalle hat darauf Einfluss, das Verhältnis 2 Kobalt : 1 Nickel ist besonders ungünstig.

4. Nach Donath's Methode (Ber. deutsch. 1879, 1868) wird die Kobalt und Nickel enthaltende alkalische Lösung mit Jod oxydiert, wobei nur Kobalt in Sesquioxyd verwandelt wird, welches mit Salzsäure erhitzt Chlor entbindet, das in Jodkalium eingeleitet und titriert wird. Die Methode gab bei Verwendung von chemisch reinem Jod genügende Resultate; bei Verwendung von gewöhnlichem Jod waren die Zahlen viel zu hoch.

5. Die Methode von Reis (d. Z. 1890), Kochen mit einer Emulsion von Zinkoxyd, Versetzen mit einer titrirtten Menge Permanganat und Zurücktitriren des Überschusses mit Ferroammoniumsulfat gibt genaue Resultate und erscheint als die zweckmäßigste und einfachste Methode.

Im Grossen und Ganzen kommt Verf. zu dem Schluss, dass keine der bisher bekannten Methoden die Zuverlässigkeit der gewichtsanalytischen Methoden besitzt. *w.*

Trennung und Bestimmung von Blei, Kupfer und Arsen. Nach F. Jean (Chem. N. 77, 172) werden die Metalle durch Fällung aus salzsaurer Lösung mit Schwefelsäure von den Metallen der Schwefelammoniumgruppe getrennt, der Niederschlag der Sulfide zur Oxydation mit wenig Natriumhypochlorit in der Wärme digerirt, nach Entfärbung der Lösung schwach mit Schwefelsäure angesäuert und zur Vertreibung des Chlors gekocht. Das mit Hilfe von Alkohol vollständig abgeschiedene Bleisulfat wird filtrirt, aus dem Filtrat der Alkohol vertrieben, dann Ammoniak zugefügt, bis der entstandene Kupferarseniatniederschlag sich wieder gelöst hat. In dieser Lösung wird Kupfer mit Schwefelnatrium unter Zuhilfenahme der Tüpfelreaction mit Bleipapier titriert, dann mit verdünnter Salzsäure angesäuert, vom Schwefelkupfer abfiltrirt und das Filtrat mit einigen Kaliumchloratkristallen versetzt, auf 20 cc concentrirt, mit Ammoniak neutralisirt, 5 cc Natriumacetat zugesetzt und die arsenige Säure mittels saurer Uranacetatlösung nach derselben Methode wie Phosphorsäure titriert. *w.*

Handelsanalyse von Bauxit. W. B. Phillips und D. Hancock (J. Amer. 20, 209) weisen darauf hin, dass bei der Verwendung des Bauxits zur Alaunfabrication weniger der Gesamtgehalt an Thonerde, als der Gehalt an in Schwefelsäure leicht löslicher Thonerde wichtig ist. Nach den bisher angewandten Methoden von Handy und von Spence wird der Gesamtgehalt an Thonerde bestimmt.

Die Verf. fanden, dass die im Bauxit vorhandene, leicht lösliche Thonerde das Trihydrat $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ist; es kann von der sonst (als Thon oder als niedrigeres Thonerdehydrat) vorhandenen getrennt bestimmt werden. In Anlehnung an die Verhältnisse bei der Phosphorsäure wird eine neue Nomenklatur vorgeschlagen, indem das leicht lösliche Thonerdehydrat als „freie Thonerde“, die Gesamtmenge der nach dem Abrauchen mit Schwefelsäure löslich gewordenen Thonerde als „nutzbare Thonerde“ und die Differenz beider als „gebundene Thonerde“ bezeichnet wird. Die „freie Thonerde“ sei höher zu bewerthen als die „gebundene Thonerde“.

Zur Bestimmung wird folgendermaassen verfahren.

a) Feuchtigkeit: 2 g trocknen bis zur Gewichtsconstanz bei 100°.

b) Nutzbare Thonerde. 2 g Bauxit mit 10 cc Schwefelsäure von 50° Bé. 10 Minuten erhitzen bis zum Entweichen von Anhydridnebeln; abkühlen, 100 cc Wasser zufügen, 5 Minuten kochen, filtriren, auswaschen mit heissem Wasser. Filtrat auf 200 cc verdünnen, davon 50 cc zur Bestimmung der Summe von Thonerde, Titansäure, Eisenoxyd durch Fällen mit Ammoniak; weitere 50 cc zur Bestimmung von Titansäure und Eisenoxyd, indem man mit Ammoniak genau neutralisirt, verdünnt, eine Stunde unter Zufügung von schwefliger Säure kocht, wobei Titansäure frei von Eisenoxyd gefällt wird; im Filtrat wird Eisenoxyd durch Reduction mit Zink und Titration mit Permanganat bestimmt.

Die Summe Titansäure + Eisenoxyd vom Gesamtgewicht der drei Oxyde abgezogen, gibt die Menge nutzbarer Thonerde.

c) Freie Thonerde. 2 g Bauxit, 10 cc Schwefelsäure von 50° Bé. eine Stunde im Wasserbad auf 95 bis 100° erhitzen unter wiederholtem Schütteln, 100 cc Wasser zufügen, im Wasserbad 10 Minuten belassen, dann abfiltriren und gründlich mit heissem Wasser auswaschen. In Lösung geht nur freie Thonerde und eine kleine Menge Eisenoxyd, die bestimmt und in Rechnung gezogen wird.

d) Gebundene Thonerde: Die Differenz zwischen der „nutzbaren“ und der „freien“ Thonerde. *w.*

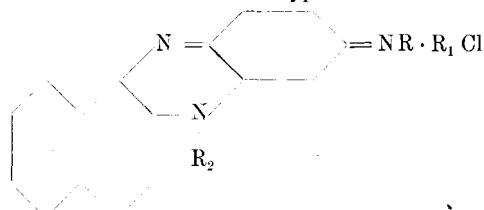
Über Düngungsversuche mit entleimtem Knochenmehl berichtet M. Ullmann (gef. einges.):

Ort	Fruchtart	Ungedüngt	Erträge auf 0,5 ha			
			Gedüngt mit 300 k entleimtem Knochenmehl	Gedüngt mit 300 k entleimtem Knochenmehl und 300 k Kainit	Gedüngt mit 300 k Kainit	
		k	k	k	k	
Silmersdorf	Wiesenheu	1011	1340	1495	1131	
Sielacken, Ostpr.	desgl.	1620	2077	3335	1735	
Carrièr, Lothr.	Kleeheu	2060	2602	2734	2382	
Dahme-Mark	Wiesenheu	3583	4137	4491	4031	
Weinböhla	desgl.	2600	3200	4400	3400	
Schwarme, Hann.	desgl.	1875	2579	2580	1881	
Langwiesen, Hess.-Nassau	desgl.	2740	3550	3980	3210	
Dahme-Mark	desgl.	3231	4045	4337	4046	
Fissau bei Eutin	desgl.	2875	3800	4400	3225	
Parnehnen, Ostpr.	desgl.	1480	2455	2620	1660	
Dahlhausen-Mark	desgl.	1696	2718	3474	2061	
Piontken, Ostpr.	Klee- und Thimotheeheu	4710	5840	7045	5040	
Adenau, Bez. Trier	Wiesenheu	1340	2575	3366	2000	
Senkitten, Ostpr.	desgl.	2689	4665	5290	3390	
Dahme-Mark	Wiesenheu (halbtrocken)	6223	8467	9961	8293	
Marwalde, Ostpr.	Wiesenheu	2025	4300	4450	2700	
Hassbergen, Hann.	desgl.	4142	6604	7570	4707	

Farbstoffe.

Rosindonfarbstoffe der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 97211).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Farbstoffen der Rosindonreihe, darin bestehend, dass Isorosinduline von der typischen Formel:



bei Gegenwart von Ätzkali mit Sauerstoff bez. Sauerstoff abgebenden Mitteln in Berührung gebracht werden.

Rosindulinfarbstoffe derselben Actiengesellschaft (D.R.P. No. 97365). Im Pat. 97118 ist ein Verfahren zur Darstellung von Safraninen beschrieben, welches darin besteht, dass man auf Isorosinduline bei Gegenwart von Sauerstoff oder Sauerstoff abgebenden Mitteln Ammoniak oder primäre Amine bez. Diamine einwirken lässt. Bei weiterer Ausbildung dieses Verfahrens hat sich nun ergeben, dass man an Stelle der Amine auch Substitutionsprodukte derselben, wie z. B. Nitro- und Oxyderivate, Sulfo- und Carbonsäuren und dergl., verwenden kann. Das Verfahren zur Herstellung von Safraninen bleibt in diesen Fällen im Wesentlichen das gleiche; man verfährt am zweckmäßigsten so, dass man molekulare Mengen des Isorosindulins und des Amido- körpers in Alkohol löst und die Oxydation

bei Gegenwart überschüssiger Natronlauge durch den Luftsauerstoff oder durch Zugabe eines Oxydationsmittels bewirkt.

Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 97118, darin bestehend, dass man an Stelle der dort zur Verwendung gelangenden Amine hier deren Nitro- und Oxyderivate, Sulfosäuren und Carbonsäuren bei der Darstellung von Safraninen aus Isorosindulinen verwendet.

Fernerer Zusatz D.R.P. No. 97395.

Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 97118, darin bestehend, dass man an Stelle der dort zur Verwendung gelangenden Amine hier freie Amidogruppen enthaltende Farbstoffe, wie z. B. Amidoazokörper, Farbstoffe der Triphenylmethanreihe, Acridine, Induline u.s.w., bei der Darstellung von Safraninen aus Isorosindulinen verwendet.

Desgl. Zusatz D.R.P. No. 97396.

Patentanspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 97118 bez. der Zusatz-Patente No. 97365 und 97395, darin bestehend, dass man an Stelle der dort zur Verwendung gelangenden Isorosinduline hier Substitutionsderivate derselben bei der Darstellung von Safraninen aus Isorosindulinen verwendet.

Beizenfärrende Farbstoffe erhalten die Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 97287) aus Dinitro- dibromanthrachryson. 1 k Dinitroanthrachrysonidbromid wird in 8 k Salzsäure vertheilt und hierzu 3 k Zinncchlorür zugegeben. Nach fünfständigem Erwärmen auf dem Wasserbade wird das Reactionsproduct abgesaugt und ausgewaschen. Es wird mit etwa 8 l einer 3 proc. Äztnatron-, Soda- oder Ätzkalklösung so lange gekocht, bis kein Ammoniak

mehr entweicht. Der sich ausscheidende blaue Farbstoff wird heiss abgesaugt und aus dem Filtrat durch Ausfällen mit Säure ein brauner Farbstoff erhalten. Beide Farbstoffe werden bis zur neutralen Reaction mit kaltem Wasser gewaschen.

1 k Dinitroanthrachrysondibromid wird mit 4 l verdünnter Natronlauge gelöst und hierzu unter Erwärmung auf dem Wasserbade 3 k Zinkstaub zugegeben. Nach Abfiltriren von dem ungelösten Zinkstaub und erfolgtem Kochen scheidet sich in der Kälte ein blauer Farbstoff ab, aus dessen Filtrat durch Ausfällen mit Säure ein brauner Farbstoff erhalten wird. Der blaue Farbstoff in Paste gibt auf Vorbeize ein sehr schönes, kräftiges und lebhafte Blau, mit Fluorchrom entwickelt, ein röthliches Blau. Der braune Farbstoff bildet in trockener Form ein braunes Pulver, das sich in Wasser und verdünntem Alkali mit brauner, in conc. Schwefelsäure mit violettröther Farbe und in Eisessig so gut wie nicht löst. In Alkohol und Aceton ist es leicht löslich, während es in Benzol, Ligroin und Äther unlöslich ist. In saurem Bade zieht der Farbstoff gut aus und liefert mit Fluorchrom entwickelt ein sehr kräftiges, mit Kalumbichromat ein gelberes Braun. Auf Vorbeize zieht der Farbstoff ebenfalls gut auf. Die Färbungen beider Farbstoffe sind vollkommen licht-, alkali- und walexcht.

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung eines blauen und eines braunen Beizenfarbstoffes, darin bestehend, dass man Dinitroanthrachrysondibromid mit Reduktionsmitteln behandelt, das entstandene Reactionsproduct mit Alkali kocht und die gebildeten Farbstoffe durch Filtration trennt.

Basische Disazofarbstoffe derselben Farbwerke (D.R.P. No. 97 244).

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung von basischen, zum Färben von Halbwolle geeigneten Disazofarbstoffen, darin bestehend, dass man $\beta_1\beta_4$ -Oxynaphthalintrtrimethylammoniumbase mit den Diazoderivaten von Amidoazobenzol, Amidoazotoluol, m-Trimethylammoniumbenzolazo- α -naphthylamin umsetzt.

Substantive schwefelhaltige Baumwollfarbstoffe aus Amidosäuren. Die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cö. (D.R.P. No. 97 541) haben gefunden, dass beim Erhitzen von Amidosulfosäuren der Benzol- und Naphtalinreihe mit Schwefel und Schwefelalkalien bez. analog wirkenden Substanzen oder Gemengen Farbstoffe erhalten werden, welche die technisch wichtige Eigenschaft haben, Baumwolle nicht nur in kochendem, sondern auch bereits in kaltem Bade anzufärben. Die Nüancen, welche

von den so entstehenden Farbstoffen erzeugt werden, sind vorwiegend dunkelbraun, olive- bez. grauschwarz bis reinschwarz. Das Verfahren besteht darin, dass die betreffenden Sulfosäuren mit Schwefel und Schwefelalkali bez. ähnlich wirkenden Substanzen innig gemengt und auf höhere Temperaturen erhitzt werden. Die Reaction, welche in den meisten Fällen schon bei 150 bis 170° eintritt, ist bei mehrstündigem Erhitzen auf etwa 200 bis 250° vollendet. Durch Auflösen der Schmelze in heissem Wasser, Filtriren der so gewonnenen Lösungen und Eindampfen der resultirenden Filtrate erhält man die Farbstoffe als dunkle Massen, welche sich leicht pulverisiren lassen und in Wasser leicht lösen. Die Farbstoffe können direct zum Färben in heissen oder kalten Bädern benutzt werden. Vortheilhafter ist es jedoch, die Farbstoffe in Schwefelalkalien aufzulösen und in den so erhaltenen Lösungen die Baumwolle längere Zeit bei gewöhnlicher Temperatur zu behandeln. In diesem Falle resultiren vorwiegend schwarze Nüancen.

Die Farbstoffe lassen sich auch in der Weise reinigen, dass man die Lösung der Schmelze in heissem Wasser nach dem Filtriren ansäuert, den Niederschlag abfiltrirt, auswäscht und in Schwefelalkali wieder auflost, wobei man die Farbstoffe direct in zum Färben verwendbarer Form erhält.

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung von Baumwollfarbstoffen, darin bestehend, dass man Amidosulfosäuren der Benzol- bez. Naphtalinreihe oder auch die entsprechenden Nitrosulfosäuren mit Schwefel und Schwefelalkali, oder mit Alkalipolysulfiden, oder Gemengen von Schwefel und Alkalien bez. analog wirkenden Substanzen auf höhere Temperaturen erhitzt.

Darstellung schwefelhaltiger Baumwollfarbstoffe. Nach fernerer Angaben derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 95 918) hat sich gezeigt, dass Oxy- sulfosäuren und Dioxsulfosäuren der Benzol- bez. Naphtalinreihe, der gleichen Behandlung unterworfen, in Farbstoffe übergehen, welche ähnliche tinctorielle Eigenschaften wie die des vorigen Patentes besitzen. Sie vermögen Baumwolle sowohl in kochendem, als auch in kaltem Bade anzufärben. Die Nüancen sind vorwiegend dunkelbraun, olive, blauschwarz, grauschwarz bis reinschwarz und durch ihre Echtheit gegen Alkalien, Säuren und Licht, sowie besonders durch ihre Waschechtheit ausgezeichnet. Es wird z. B. ein Gemenge von 1 Th. β_1 -naphtol- β_4 -monosulfosaurem Natron, 2 Th. Schwefel und 4 Th. Schwefelnatrium ($\text{Na}_2\text{S} + 9 \text{aq.}$) mittels eines Ölbades er-

hitzt, indem man die Temperatur langsam steigen lässt. Bei 140° (Thermometer im Öl) beginnt lebhaftes Schäumen, welches bei vorsichtigem Umrühren bald aufhört. Nun wird weiter erhitzt und schliesslich die Schmelze etwa 4 Stunden lang auf 250 bis 260° gehalten. Nach dem Erkalten wird die Schmelze in heissem Wasser gelöst, die Lösung filtrirt und das Filtrat zur Trockne verdampft. Der so erhaltene Farbstoff bildet eine braunschwarze, leicht pulverisirbare Masse und färbt Baumwolle in kaltem Bade unter Zusatz von Schwefelalkali braunschwarz. Wird der Farbstoff in kochendem, mit Seife und Potasche versetztem Bade ausgefärbt, so erhält man ebenfalls ein Braunschwarz.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Baumwollfarbstoffen, darin bestehend, dass man Oxy- und Dioxsulfosäuren der Benzol- bez. Naphthalinreihe mit Schwefel und Schwefelalkali, oder mit Alkalipolysulfiden, oder Gemengen von Schwefel und Alkalien bez. analog wirkenden Substanzen auf höhere Temperaturen erhitzt.

Substantive Baumwollfarbstoffe aus Thiazolverbindungen. Nach Angabe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 97 285) werden neue werthvolle Baumwollfarbstoffe erhalten, wenn man die sogen. geschwefelten Condensationsprodukte des p-Toluidins und seiner Homologen bez. die Sulfosäuren dieser Thioamidoverbindungen, deren Nitrosubstitutionsprodukte, die aus letzteren durch Reduction entstehenden Diamine oder auch die von obigen Thioamidoverbindungen durch Austausch der Amidogruppe gegen Hydroxyl derivirenden Oxythiazole und Oxythiazolsulfosäuren, sowie die Nitro- und Amidoderivate dieser Oxythiazolkörper mit Schwefel und Schwefelalkali, oder mit Alkalipolysulfiden bez. Gemengen von Schwefel und Alkalien oder analog wirkenden Substanzen bei höherer Temperatur behandelt. Die so gewonnenen Farbstoffe vermögen Baumwolle in kalten und kochenden Bädern anzufärben, wobei vorwiegend olivgelbe bis braune, durch ihre Echtheit gegen Alkalien und Säuren ausgezeichnete Färbungen erhalten werden.

Das Verfahren besteht im Allgemeinen darin, dass die betreffenden Thioverbindungen mit Schwefel und Schwefelalkali, mit Alkalipolysulfiden bez. mit Schwefel und Alkali u. dgl. gemengt und die Gemische langsam auf höhere Temperaturen erhitzt werden, so dass beispielsweise die Temperatur innerhalb 4 Stunden auf 300° gebracht und die betreffende Mischung unter Umrühren bei etwa 300 bis 320° so lange verschmolzen wird, bis eine Zunahme der Farbintensität nicht mehr wahrzunehmen ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung neuer Baumwollfarbstoffe, darin bestehend, dass man Schwefel und Schwefelalkali oder Alkalisulfide bez. Gemenge von Schwefel und Alkali oder ähnlich wirkende Substanzen bei höherer Temperatur einwirken lässt auf die sogen. geschwefelten Condensationsprodukte des p-Toluidins und seiner Homologen (wie Dehydrothio-p-toluidin, Dehydrothio-m-xylidin, Primulinbasis u. s. w.), die Sulfosäuren dieser Thioamidoverbindungen (wie Dehydrothio-p-toluidinsulfosäure, Dehydrothio-m-xylidinsulfosäure Primulin u. s. w.) oder auf die Nitroprodukte dieser Thioamidoverbindungen, ferner auf die aus den letzteren Nitrokörpern durch Reduction entstehenden Diamine bez. auf die aus obigen Thioamidoverbindungen durch Diazotiren und Umkochen erhaltenen Oxythiazole und Oxythiazolsulfosäuren, sowie auf die Nitro- und Amidoderivate dieser Oxythiazole und Oxythiazolsulfosäuren.

Disulfosäuren der Malachitgrünreihe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 97 106).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von alkaliechten grünblauen bis blauen Säurefarbstoffen der Triphenylmethanreihe, darin bestehend, dass man die Leukoverbindungen, welche durch Condensation der alkylirten Diamidobenzhydrole mit m-Sulfanilsäure und denjenigen Kernsubstitutionsprodukten derselben, in welchen die Parastellung zur Amidogruppe unbesetzt ist, entstehen, nach dem Verfahren des Patentes No. 95 830 in die Sulfinsulfosäuren und diese durch Oxydationsmittel in die Disulfosäuren der Farbstoffe umwandelt.

Nach dem Zusatz (D.R.P. No. 97 286) wurde gefunden, dass sich dieses Verfahren auch auf diejenigen Leukoverbindungen übertragen lässt, die man durch Condensation der alkylirten Diamidobenzhydrole mit Sulfosäuren der Naphthylamine erhält. Ganz besonders werthvolle Farbstoffe liefern diejenigen Leukoverbindungen, in denen die Amidogruppe des Naphthalinkerns in Orthostellung zum Methankohlenstoff sich befindet. Derartige Leukoverbindungen erhält man, wenn man die Hydrole mit denjenigen Sulfosäuren des α -Naphthylamins condensirt, die auch bei der Kuppelung mit den Diazoverbindungen die Azogruppe in Orthostellung aufnehmen. Es sind dies z. B. $\alpha_1 \alpha_3$ -Naphthylaminsulfosäure; ferner $\alpha_1 \alpha_3 \beta_4$ -Naphthylamin-disulfosäure, ($\alpha_1 \alpha_2$ -) Naphtionsäure, $\alpha_1 \alpha_2 \beta_4$ -Naphthylamin-disulfosäure.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens des Patentes No. 97 106, darin bestehend, dass man anstatt der Leukoverbindungen, welche durch Condensation der alkylirten Diamidobenzhydrole mit m-Sulfanilsäure und deren Analogen entstehen, hier diejenigen Leukoverbindungen anwendet, welche durch Condensation der alkylirten Diamidobenzhydrole mit α -Naphthylaminsulfosäuren entstehen und eine Amidogruppe in Orthostellung zum Methankohlenstoff enthalten.

Azostilbendisulfosäure nach Farbwerk Mühlheim vorm. Leonhardt & Cp. (D.R.P. No. 96 929.)

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung der Azostilbendisulfosäure durch Reduction der Dinitrosostilbendisulfosäure — Gegenstand des Patentes No. 79 241 — mit Eisenoxydul in alkalischer Lösung.

Azofarbstoffe von L. Casella & Cp. (D.R.P. No. 97 284.)

Patentspruch: Neuerung in dem Verfahren des Patentes No. 95 190, darin bestehend, dass

- an Stelle der diazotirten $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphthol- $\beta_2\beta_3$ -sulfosäure hier die $-\alpha_2\beta_3^-$, $-\beta_2\alpha_3^-$, $-\alpha_3\beta_4^-$ -disulfosäure oder α_2 -monosulfosäure des $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphtols mit $\alpha_1\alpha_3$ -Amidonaphthol,
- an Stelle des $\alpha_1\alpha_3$ -Amidonaphtols hier die $\alpha_1\alpha_3$ -Amidonaphthol- β_3^- oder $-\beta_4^-$ -sulfosäure mit den Diazoderivaten der $\alpha_1\alpha_4$ -Amidonaphthol- $\beta_2\beta_3^-$, $\alpha_2\beta_3^-$, $\beta_2\alpha_3^-$, $\alpha_3\beta_4^-$ -disulfosäure oder α_2 -monosulfosäure kombiniert werden.

Indulinartige Farbstoffe von Ch. Gassmann (D.R.P. No. 97 212.)

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung von wasserlöslichen basischen Indulinfarbstoffen durch Erhitzen von Amidoazokörpern der Naphtalinreihe oder von gemischten Benzol-Naphtalinamidoazokörpern mit Benzidin und seinen Homologen.

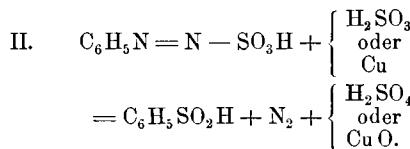
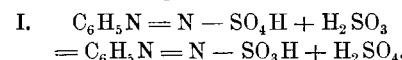
Substantive Polyazofarbstoffe erhält die Société anonyme des matières colorantes et produits chimiques de St. Denis (D.R.P. No. 97 210) aus Nitroazofarbstoffen.

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung von substantiven Farbstoffen, welche Baumwolle dunkelblau und blaugrün färben, darin bestehend, dass Nitroazofarbstoffe nach dem Verfahren des Patentes No. 56 456 in alkalischer Lösung zu Azoxyazofarbstoffen reducirt werden, wobei man die aus den Diazoverbindungen von p-Nitranilin (Schmp. 147°), m-Nitranilin (Schmp. 110°), p-Nitro-o-toluidin (Schmp. 127°) oder m-Nitro-p-toluidin (Schmp. 77°) in saurer Lösung mit Amidonaphthol-disulfosäure H erhältlichen Farbstoffe

- entweder in Azoxyaminfarbstoffe verwandelt und von diesen weiter gemäss den Patenten No. 65 651 und 75 015 in alkalischer Lösung 1. diejenigen aus p-Nitranilin mit den Diazoverbindungen von Anilin, o- oder p-Toluidin, α -Naphtylamin oder m-Sulfanilsäure; 2. diejenigen aus m-Nitranilin mit der Diazoverbindung von Anilin; 3. diejenigen aus p-Nitro-o-toluidin mit den Diazoverbindungen von Anilin, o- oder p-Toluidin, p-Sulfanilsäure, p-Toluidinsulfosäure 1, 2, 4 oder o-Toluidinsulfosäure 1, 2, 5; 4. diejenigen aus m-Nitro-p-toluidin mit der Diazoverbindung von p-Toluidin kuppielt, oder
- zuerst gemäss den Patenten No. 65 651 und 75 015 mit den zuletzt genannten Diazover-

bindungen kuppielt und dann in Azoxyaminfarbstoffe überführt.

Darstellung von aromatischen Sulfinsäuren. Farbenfabrik vorm. F. Bayer & Co., Elberfeld (Engl. Pat. No. 26 139). Diazosalze primärer aromatischer Amine werden mittels schwefliger Säure und Kupferpulver gemäss folgender Gleichung leicht in Sulfinsäure übergeführt:



Hierbei bildet sich also zunächst Diazosulfit, dem alsdann entweder durch die Wirkung der schwefligen Säure oder des Kupfers ein Sauerstoffatom unter gleichzeitiger Elimination gasförmigen Stickstoffs entzogen wird. Nach diesem Verfahren wurden dargestellt: Orthoanisolsulfinsäure (Schm. 87 bis 88°), Benzolsulfinsäure (Schm. 83 bis 84°), Naphtalin- α_1 -sulfon- α_2 -sulfinsäure (aus Naphtionsäure) u. s. w. t.

Diphenyläthan- und Diphenyläthylenderivate. A. G. Green und A. R. Wahl, Clayton Aniline Company, Manchester (Engl. Pat. No. 5351, 1897). Durch Oxydation von Para-nitrotoluolsulfosäure in alkalischer Lösung entstehen unter Zusammentritt zweier Moleküle Dinitrophenyläthandisulfosäure und Dinitrodiphenyläthylendisulfosäure und zwar die erstere Sulfosäure in überwiegender Ausbeute, wenn mit einer für 1 Sauerstoff berechneten Menge eines Oxydationsmittels gearbeitet wird, die letztere Sulfosäure hingegen als Hauptprodukt, wenn 2 O für 2 Moleküle Paranitrotoluolsulfosäure in Anwendung kommen; zweckmäßig erscheint außerdem für die Gewinnung des Äthanderivates die Anwendung eines grossen Überschusses von Alkali, da hierbei die Diphenyläthandisulfosäure in Folge geringer Löslichkeit in alkalischem Wasser sich abscheidet, und so einer weiteren Einwirkung des Oxydationsmittels entzogen wird. Als Oxydationsmittel dienen Natriumhypochlorite, Natriumsperoxyd, Bleisuperoxyd, Ammoniumpersulfat. Durch Reduktionsmittel, wie Zinnchlorür, Zinkstaub, Eisen, werden die entsprechenden Diamidooverbindungen erhalten, welche als Ausgangsmaterialien zur Erzeugung von Azofarbstoffen dienen können. t.

Neue Bücher.

Hermann Wedding: Ausführliches Handbuch der Eisenhüttenkunde. (Braunschweig, Fr. Vieweg und Sohn.)

Die vorliegende 1. Lieferung des zweiten Bandes behandelt in sehr eingehender Weise die Eisenerze, Manganerze und die Zuschläge.

Ferd. Fischer: Jahresbericht über die Leistungen der chemischen Technologie mit besonderer Berücksichtigung der Elektrochemie und Gewerbestatistik über das Jahr 1897. Mit 250 Abbild. (Leipzig, O. Wigand.) Pr. 24 M.

Der Jahresbericht erscheint in gewohnter Pünktlichkeit und Vollständigkeit; vgl. d. Z. 1896, 242.

M. Maercker: Handbuch der Spiritusfabrikation. 7. Aufl. (Berlin, P. Parey.)

Die vorliegende Auflage des bekannten Handbuchs ist zum Theil vollständig umgearbeitet; dass überall den Fortschritten der Wissenschaft und Praxis in umfassendster Weise Rechnung getragen wurde, bedarf keiner besonderen Versicherung. Möge das in jeder Beziehung vortreffliche Buch die verdiente Verbreitung finden.

J. König: Die Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe. 2. Aufl. (Berlin, Paul Parey.)

In vorliegender zweiter Auflage sind mehrere Abschnitte vollständig neu bearbeitet und erweitert. Besonders eingehend werden besprochen: Untersuchung von Boden, Stallmist, Künstliche Düngemittel, Futterstoffe, Milch und Molkereiprodukte, Zucker und Stärke, Rohstoffe und Producte der Gährungsgewerbe, Schmutzwässer, Rauchschäden u. dergl. Die Ausstattung des Buches ist lobenswerth. Das Handbuch ist daher nicht nur landwirtschaftlichen Versuchsstationen, sondern allen analytischen bez. Handels-Laboratorien bestens zu empfehlen.

J. Lewkowitsch: Chemical Analysis of Oils, Fats, Waxes. (London, Macmillan & Cp.)

Freie englische Bearbeitung von Benedikt's Analyse der Fette, welche aber in vorliegender Auflage mehrfach ergänzt und erweitert wurde, so dass sie auch für Besitzer des Benedikt'schen Buches besonders bez. der in England üblichen Verfahren beachtenswerth ist.

A. Lehne: Tabellarische Übersicht über die künstlichen organischen Farbstoffe und ihre Anwendung in Färberei und Zeugdruck. Ergänzungsband. (Berlin, Julius Springer.)

Die vorliegende erste Lieferung des Ergänzungsbandes ist — wie nicht anders zu erwarten war — in jeder Beziehung lobenswerth.

P. Schulz: Die Vorschriften betr. den Schutz der Erfindungen, Marken und Muster. (Wien, Manz'sche Buchh.)

Vorliegender erster Band der Manz'schen Taschenausgabe der österreichischen Gesetze wird allen „Erfindern“ willkommen sein.

J. Friedländer: Einleitung in die Photochemie. (Weimar, K. Schwier.) Pr. 6 M.

Verf. versucht, Anfängern in der Photographie die Hauptlehren der Chemie und Photochemie verständlich zu machen. Der Abschnitt über unorganische Chemie mag ja von manchem dieser Leser verstanden werden, die stereochemischen Ausführungen u. s. w. aber schwerlich. Als besonders glücklich ist dieser Versuch nicht zu bezeichnen.

E. Dieterich: Helfenberger Annalen 1897. (Berlin, Julius Springer.)

Der vorliegende Band der, besonders in pharmaceutischen Kreisen, geschätzten Annalen enthält wieder eine Anzahl werthvoller Arbeiten über die Untersuchung von Eiweiss, Harzen, Fetten, Extracten u. dgl. In einem Anhange wird die Anwendung von Röntgenstrahlen beschrieben.

W. J. Kowalewski: Die Productivkräfte Russlands. Zusammengestellt im K. Russisch. Finanzministerium; deutsche Ausg. von E. Davidson. (Leipzig, Otto Wigand.)

Auf 580 Seiten wird hier eine sehr eingehende und zuverlässige Beschreibung der Productivkräfte Russlands, besonders auch Bergbau, Hüttenwesen, chemische Industrie u. dgl. geboten, welche recht beachtenswerth ist.

F. Krafft: Anorganische Chemie. 3. Aufl. (Leipzig, F. Deuticke.)

Die hervorragend praktische Brauchbarkeit dieses Lehrbuches wird durch die rasche Folge der Auflagen bestätigt.

K. Fricker: Antarktis. (Berlin, Schall & Grund.) Geb. Pr. 5 M.

Der vorliegende 1. Band der von A. Kirchhoff und R. Fitzner herausgegebenen Bibliothek der Länderkunde bringt eine ungemein anschauliche Darstellung des heutigen Standes der Südpolarforschung.

Verschiedenes.

Versammlungen: Am 1. bis 4. Juni in Darmstadt: Der Verein deutscher Chemiker.

Am 28. Juli bis 2. August: Internationaler Congress für angewandte Chemie in Wien (vgl. S. 400).

Am 14. bis 17. September in Köln: Deutscher Verein für öffentliche Gesundheitspflege.

Am 17. bis 25. September in Düsseldorf: Versammlung deutscher Naturforscher und Ärzte.