

man zuletzt und so, dass nach Abzug sämmtlicher Druckhöhenverluste bis zum Gay-Lussac-Ausgang von dem vorhandenen oder sicher zu erreichenden wirksamen Auftriebe noch etwa 2 mm Druck am Gay-Lussac-Ausgang, alles bei normaler Lufttemperatur gerechnet, vorhanden sein wird. Dies empfiehlt sich behufs leichterer Regelung der Gasmengen durch das Register mit Rücksicht auf normalen Kammerbetrieb.

Den Gay-Lussac-Querschnitt kann man gleich dem Gloverquerschnitt oder etwas kleiner wählen. Ihn proportional den Gasmengen bei den entsprechenden Temperaturen zu nehmen, wäre nicht gut, da bei der Auspackung mit Koks dann der freie Querschnitt zu klein, der Druckhöhenverlust also zu gross würde. Ferner sind Geschwindigkeitsänderungen, Krümmungen, namentlich solche mit kleinem Radius oder gar Kniestücke möglichst zu vermeiden. Durch Abrunden der Kanten beim Austritt der Leitung aus einem Kammerraum kann der Druckhöhenverlust für den Eintritt der Gase in die Leitung annähernd gleich Null gemacht werden.

Sicherheitsprengstoffe. Vortrag in der Sitzung der Society of Chemical Industry, Sect. London am 5. Dec. 1898 (J. Chemical 1899, 5). Der Vortrag wurde bereits S. 123 d. Z. gebracht.

Der Apparat zur Bestimmung der Halogene durch Destillation von F. J. Chattaway und K. J. P. Orton (Chem. N. 78, 85) besteht aus dem Destillationsgefäß, welches zur Vermeidung sämmtlicher durch Halogen angreifbaren Gummistopfen mit einem hohlen eingeschliffenen Glasstöpsel verschlossen ist, in welchem ein Gaszuführungs- und ein an einer Stelle zu einer Kugel aufgeblasenes Gasableitungsrohr eingeschmolzen ist. Letzteres ist wieder durch Glasschliff mit dem U-förmigen Absorptionsgefäß verbunden, in welches eine zweite Vorlage eingeschliffen ist. Die Destillation erfolgt im Kohlensäurestrom, um die Oxydation von etwa aus dem vorgelegten Jodkalium freigemachtem Jodwasserstoff zu verhüten.

T. B.

Organische Verbindungen.

Verfahren zur Herstellung der Ester der m-Amidozimmtsäure nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 101 685).

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung der m-Amidozimmtsäureäthyl- und -methylester,

darin bestehend, dass man m-Amidozimmtsäure mit Äthyl- bez. Methylalkohol und Salzsäure oder Schwefelsäure esterifizirt oder dass man die entsprechenden Nitrozimmtsäureester mit Zinn und alkoholischer Salzsäure reducirt.

Verfahren zur Darstellung der am Stickstoff substituierten Halogenverbindungen des Phtalimids nach Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. (D.R.P. No. 102 068).

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung der am Stickstoff substituierten Halogenverbindungen des Phtalimids, darin bestehend, dass man die Halogene auf die Metallverbindungen des Phtalimids einwirken lässt.

Verfahren zur Darstellung von β -Oxycumarincarbonsäureestern der Actiengesellschaft für Anilinfabrikation (D.R.P. No. 102 096).

Patentspruch: Die Darstellung von β -Oxycumarincarbonsäureestern durch Wechselwirkung von Natriummalonsäureestern und Salicylsäurechloriden bez. deren Acidylderivaten.

Verfahren zur Darstellung von β -Oxycumarinen derselben Actiengesellschaft (D.R.P. No. 102 097).

Patentspruch: Die Darstellung von β -Oxycumarinen durch Erhitzen der nach dem Verfahren des Patents No. 102 096 erhältlichen β -Oxycumarincarbonsäureester mit alkoholischer Kalilauge.

Verfahren zur Darstellung des primären Citrats des p-Phenetidins und des p-Anisidins von Israel Roos (D.R.P. No. 101 941).

Patentspruch: Verfahren zur Darstellung des primären Citrats des p-Phenetidins und des p-Anisidins, darin bestehend, dass man Citronensäure mit der Base direct oder in einem Lösungsmittel zusammenbringt.

Verfahren zur Darstellung von Benzösäure durch Hydrolyse nach Const. Fahlberg in Salbke-Westerhüsen (D.R.P. No. 101 682).

Patentspruch: Verfahren zur Gewinnung von Benzösäure, dadurch gekennzeichnet, dass man bei gewöhnlichem atmosphärischen Druck ihre Sulfoderivate in Gegenwart eines Überschusses an concentrirter Schwefelsäure der Behandlung durch überheizten Wasserdampf unterzieht.

Verfahren zur Trennung von Geraniol und Citronellol von J. Flatau und H. Labbé (D.R.P. No. 101 549).

Patentspruch: Verfahren zur Trennung von Geraniol und Citronellol, dadurch gekennzeichnet, dass man die sauren Phtalsäureester dieser Alkohole bildet und durch Anwendung von Ligroin trennt.

Verfahren zur Darstellung von Vanillin-p-Amidophenolderivaten nach Vereinigte Chininfabriken Zimmer & Co. (D.R.P. No. 101 684).

Patentanspruch: Die Darstellung von Vanillin-p-Amidophenolderivaten gemäss Patent No. 96 342 in der Weise, dass bei dem Verfahren dieses Patentes das Vanillin durch Vanillinäther oder Vanillinester (z. B. Vanillinäthylcarbonat oder Phenacylvanillin) bez. das Phenetidin durch andere p-Amidophenoläther ersetzt wird.

Verfahren zur Darstellung von kernsubstituirten Monosulfosäuren des Acetanilids, seiner Homologen und Substitutionsproducte, sowie deren Salzen nach Hoffmann-La Roche & Co. (D.R.P. No. 101 777).

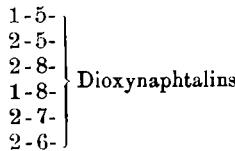
Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von kernsubstituirten Monosulfosäuren des Acetanilids, seiner Homologen und Substitutionsproducte, sowie deren Salzen, darin bestehend, dass man auf Kern-Halogensubstitutionsproducte des Acetanilids, seiner Homologen und Substitutionsproducte saure oder neutrale schwefligsäure Salze in einem geeigneten Verdünnungsmittel unter Druck einwirken lässt.

Verfahren zur Darstellung von Weinsäurediphenylester von J. Ulrich Kreis in München (D.R.P. No. 101 860).

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Weinsäurediphenylester durch Condensation von Weinsäure in Form ihres Kalisalzes und Phenol mittels Phosphoroxychlorid.

Verfahren zur Darstellung schwefelhaltiger Baumwollfarbstoffe von Henri Raymond Vidal in Paris (D.R.P. No. 102 069).

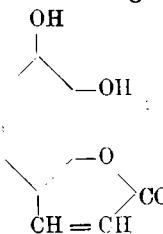
Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung schwefelhaltiger Baumwollfarbstoffe, darin bestehend, dass man Schwefel und Schwefelalkalien einwirken lässt auf Azofarbstoffe des Resorcins oder des



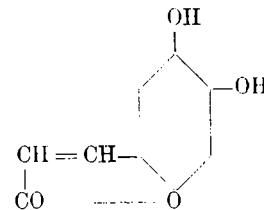
oder auf die ihnen entsprechenden Amido- oder Diamidoverbindungen.

Synthese des Daphnetins und Äsculetins. Nach L. Gattermann und M. Köbner (Ber. deutsch. 32, 287) wird eine Mischung von 2 g Pyrogallolaldehyd, erhalten aus Blausäure und Pyrogallol, 3 g wasserfreiem Natriumacetat und 10 g Essigsäureanhydrid im offenen Gefässen im Ölbad oder in einer Bombe 5 Stunden lang auf 170 bis 180° erhitzt. Das bräunlich gefärbte Reactionsproduct wird sodann mit

etwa 15 g Wasser so lange auf dem Wasserbade digerirt, bis alles Anhydrid zersetzt ist, worauf von einer kleinen Menge eines ungelösten Öles abfiltrirt wird. Beim Abkühlen scheiden sich dann etwas gelblich gefärbte Krystalle ab, welche, aus Wasser umkristallisiert, lange Nadeln vom Schmelzpunkt 128 bis 129° ergaben, die in allen Punkten mit dem Diacetyl-daphnetin identisch sind. Erwärmst man das Acetyl-derivat einige Zeit mit 50-proc. Schwefelsäure, so wird dasselbe verseift und man erhält das freie Daphnetin von folgender Constitution



In derselben Weise entsteht bei Anwendung von Oxyhydrochinonaldehyd Äsculetin



Zur Synthese des Asarons, welches sich von dem Trimethyläther des Oxyhydrochinons ableitet, indem in diesem ein Kernwasserstoffatom durch den Propylenrest ersetzt ist, wird nach L. Gattermann und F. Eggers (Ber. deutsch. 32, 289) eine Mischung von 10 g Benzol, 5 g Oxyhydrochinontrimethyläther und 6 cc Blausäure vorsichtig unter Eiskühlung mit 5 g fein gepulvertem Aluminiumchlorid versetzt und durch das Reactionsgemisch, welches am Rückflusskübler auf 40 bis 50° erwärmt wird, 4 Stunden lang ein mässiger Strom von trockner, gasförmiger Salzsäure geleitet. Das dickflüssig gewordene Reactionsproduct wird vorsichtig mit Eiswasser versetzt, worauf man durch Einleiten von Wasserdampf das Benzol übertreibt. Den nichtflüchtigen Rückstand löst man dann in heissem Wasser auf und kocht mit Thierkohle, worauf nach dem Filtriren der Asarylaldehyd sich beim Erkalten in Form langer, seidenglänzender Nadeln in sehr guter Ausbeute ausscheidet. — Der erhaltene Aldehyd wird unter Anwendung von Propionsäure der Perkin'schen Reaction unterworfen. Man erhält so Asaron in guter Ausbeute.

Tuberculosegift. Nach Angabe der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 101 255) wird den bisher als werthlos betrachteten Rückständen der mit den bis jetzt bekannt gewordenen Aussaugungsmitteln behandelten Tuberkelbacillen das von ihnen noch zurückgehaltene Toxin dadurch entzogen, dass die Rückstände mehrere Male mit Wasser, wässrigem Glycerin oder mit Salzlösungen unter vollkommenem Ausschlusse der Luft 1 Stunde lang auf 150° erhitzt werden. Die durch Centrifugiren aus der noch heißen Masse gewonnene Flüssigkeit dient nun zur Gewinnung eines hochwerthigen, zu Immunisirungszwecken hervorragend geeigneten Tuberculosetoxines. Dieses wird, um es haltbar zu machen, mittels Alkoholfällung in die feste Form übergeführt.

Der Apparat zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in sehr flüchtigen organischen Flüssigkeiten von F. W. Streatfield und L. Eynon (Chem. N. 89, 50) besteht aus einem mässig-grossen dickwandigen Probirrörchen, welches mit einem dreifach durchbohrten Gummistopfen verschlossen ist. Die eine Durchbohrung enthält das Zuführungsrohr für Sauerstoff, es reicht bis fast zum Boden und taucht dort in etwas Quecksilber. Durch ein zweites gebogenes Röhrchen ist der Apparat mit dem Verbrennungsrohr verbunden. Durch die dritte Durchbohrung führt beweglich ein Glasstab. Die Substanz wird wie gewöhnlich im zugeschmolzenen Glaskügelchen abgewogen, in den Apparat gebracht, dieser mit dem Verbrennungsrohr verbunden und dann das Kügelchen durch Herunterdrücken des Glasstabes zerbrochen. Die verdampfende Flüssigkeit wird dann langsam und sorgfältig durch den Sauerstoffstrom in das Verbrennungsrohr übergeführt. Gegen Ende kann man den Apparat durch Einsetzen in warmes Wasser etwas erwärmen. Greift die Substanz Kautschuk an, so wird der Apparat in der Weise modifizirt, dass der Stopfen sich unten befindet und mit Quecksilber bedeckt ist. *T. B.*

Darstellung von Oxynaphtochinolinsulfosäuren nach Basler chemische Fabrik (D.R.P. No. 102 157).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Oxy- β -Naphtochinolinsulfosäuren, darin bestehend, dass man die β -Naphtylaminoxy-sulfosäuren, bei denen die Amidogruppe einerseits, die Hydroxyl- und die Sulfogruppe andererseits auf die zwei Benzolringe des Naphtalins vertheilt sind, mit Glycerin, Schwefelsäure und Nitrobenzol erhitzt.

2. Die Verwendung der G-Säure, ferner der β_1 -Amido- α_3 -oxynaphtalin- β_4 -sulfosäure und der β_1 -Amido- α_4 -oxynaphtalin- α_3 - (oder β_4 -) sulfosäure in dem durch Anspruch 1 geschützten Verfahren.

Acidylalkylderivate der stabilen unsymmetrischen Cyclobasen der Acetonalkaminreihe nach Chemische Fabrik auf Actien (vorm. Schering) (D.R.P. No. 102 235).

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Acidyl-n-alkylderivaten der stabilen unsymmetrischen Cyclobasen der Acetonalkaminreihe gemäss Patent No. 90 069 bez. No. 97 009, darin bestehend, dass man in den n-Alkylderivaten der im Patent No. 97 009 erwähnten stabilen unsymmetrischen Basen — ausschliesslich des Vinyl-diacetonalkamins — also z. B. Benzal-, Valeryl-, Oenanthydiacetonalkamin, das Hydroxylwasserstoffatom durch eine anästhesiophore Gruppe, wie z. B. die Benzoyl-, Toluyl-, Phenylacet-, Cinnamylgruppe ersetzt.

2. Abänderung des durch vorstehenden Anspruch gekennzeichneten Verfahrens, darin bestehend, dass man zunächst die Acidyllderivate der nicht alkylirten unsymmetrischen stabilen Cyclobasen der Acetonalkaminreihe — ausschliesslich des Vinyldiacetonalkamins — gemäss D.R.P. No. 90 069 bez. No. 97 009 darstellt und dann alkylirt.

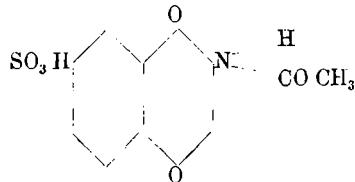
Die Methode der quantitativen Bestimmung der Alkaloiden mittels titrirter Jodlösung von Kippenberger ist nach M. Scholtz (Arch. Pharm. 237, 71) völlig unbrauchbar.

Bei der Untersuchung von Weinessig bemerkte K. Farnsteiner (Z. Unters. 1899, 198) das Vorkommen eines aldehyd-ähnlichen Körpers, der Fehling'sche Lösung reducirt. Derselbe wird durch Silberoxyd unter theilweiser Harzbildung in Essigsäure übergeführt, jedoch stellt er nach Ansicht des Verf. nicht Acetaldehyd vor. Die Methoden der Untersuchung waren denen der Weinuntersuchung nachgebildet. Die Versuche sind noch nicht abgeschlossen.

Untersuchung von Fabiana imbricata Ruiz. Nach H. Kunz-Krause (Arch. Pharm. 237, 1) enthält Fabiana imbricata ausser dem im Holze und in den Blättern vorkommenden Cholin kein specifisches Alkaloid, dafür aber eine Anzahl stickstoffreier Pflanzenstoffe, Fabianol, Fabianaresen, Fabianaglykotannoid und als Spaltungsproduct desselben 4-Oxy-5-Methoxycumarol (Chrysotropasäure), einen nicht krystallisirenden und nicht drehenden, aber reducirenden Zucker, ein Weichharz, die wahrscheinliche Muttersubstanz obiger Körper. Die Blätter sind reich an Magnesiumphosphat.

Eine neue Oxynaphthochinonsulfosäure erhielt Fr. Gaess (Ber. deutsch. 32, 231) aus Naphtolgelb S. Durch Reduction mit Natriumhyposulfit gelingt es leicht, dasselbe in β_1 - α_2 -Diamino- α_1 -naphtol- β_4 -sulfosäure überzuführen. Daraus entsteht durch Einblasen von Luft in die kalte ammoniakalische Lösung Amino-naphthochinonimidsulfosäure. Beim Kochen mit wässrigem Ammoniak ist schon nach kurzer Zeit die Säure grösstenteils verschwunden. Versetzt man nach etwa dreistündigem Kochen mit Salzsäure, so scheidet sich in beträchtlicher Menge ein dunkler, schwach metallglänzender Niederschlag kleiner Kryställchen ab, der sich in Wasser mit brauner Farbe leicht löst und von Eisenchlorid zu einem violett färbenden Säurefarbstoff oxydirt wird. Wie es scheint, entsteht der gleiche Farbstoff beim Durchleiten von Luft durch die heiße, ammoniakalische Lösung der Amino-naphthochinonimidsulfosäure.

Für die daraus erhaltene Acetamino-naphthochinonsulfosäure wurde die Constitution



bewiesen. — Beim Kochen der Amido-naphthochinonimidsulfosäure mit überschüssiger Ätzbarlytlösung findet Auflösung und unter Ammoniakentwicklung die Abscheidung eines schwer löslichen Baryumsalzes statt, das durch Schwefelsäure und Kochsalz in oxynaphthochinonsulfosaures Natrium übergeführt wird. Durch Vereinigung mit o-Phenyldiamin zu gleichen Molekülen entsteht Ehrhardsulfosäure.

Zur Bestimmung von Arsen in Glycerin werden nach A. C. Langmuir (J. Amer. 1899, 133) 15 bis 20 g Glycerin in 100 cc heissem Wasser gelöst und mit einem Gemisch von 200 cc concentrirter Salpetersäure und 12 cc concentrirter Schwefelsäure eingedampft, bis die organische Substanz zerstört ist. Nach dem Abkühlen wird auf 50 cc verdünnt. Die Lösung lässt man durch einen Tropftrichter in das Entwicklungsgefäß eines mit Zink und Schwefelsäure beschickten Marsh'schen Apparates tropfen. Die Zersetzungsröhre ist in eine Capillare von 1 bis 1,5 mm Durchmesser ausgezogen. Nachdem man sich überzeugt hat, dass der ganze Apparat mit Wasserstoff gefüllt ist und mit Quecksilberchlorid

befeuchtetes Papier nicht gefärbt wird, erhitzt man die Röhre durch zwei Bunsenbrenner und lässt die zu prüfende Lösung zutropfen. Der Arsen-Spiegel scheidet sich in der Capillare ab, wobei man mit Quecksilberchloridpapier controlirt, dass kein Arsen entweicht. Ist die Abscheidung beendet, bricht man die Capillare ab, wägt, löst das Arsen in heißer Salpetersäure und bestimmt das Gewicht des Röhrchens. — Statt des umständlichen Marsh'schen Apparates empfiehlt Verf. zur qualitativen Prüfung die Probe von Gutzeit. In ein Reagenzrohr gibt man 2 cc Glycerin, verdünnt, gibt ein Körnchen Zink und genügend Salzsäure zu und verschliesst mit einem Kork, der an seinem unteren Ende mit Quecksilberchlorid befeuchtetem Fliesspapier enthält. Noch 0,0025 mg Arsen lassen sich so erkennen.

T. B.

Farbstoffe.

Azofarbstoffe erhält man nach Levinstein Limited, Crumpsall Vale Chemical Works (D.R.P. No. 102 160) aus Naphtylen-diamin-monosulfosäure.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Amidoazofarbstoffen aus der α_1 α_2 -Naphtylen-diamin- β_1 -monosulfosäure, darin bestehend, dass man die α_1 α_2 -Naphtylen-diamin- β_1 -monosulfosäure diazotirt und die so gewonnene Diazoamidonaphthalinsulfosäure mit Aminen, Diaminen, Phenolen, Amidophenolen, Dioxykörpern der Benzol- und der Naphtalinreihe, sowie den Sulfo- und Carbonsäuren dieser Componenten paart.

2. Verfahren zur Darstellung von einfachen und gemischten Tetrazofarbstoffen der α_1 α_2 -Naphtylen-diamin- β_1 -monosulfosäure, darin bestehend, dass man die nach Anspruch 1 dargestellten Combinationen mit Oxykörpern und substituirten Amidokörpern, welche noch eine der Amidogruppen der Naphtylen-diaminsulfosäure im freien Zustand enthalten, diazotirt und dann die so gewonnenen Diazofarbstoffe mit Aminen, Phenolen, Diaminen, Amidophenolen, Dioxykörpern der Benzol- und der Naphtalinreihe, sowie den Sulfo- und Carbonsäuren dieser Componenten zu Tetrazofarbstoffen kuppelt.

3. Als besondere Ausführungsformen des Anspruches 1 die folgenden Combinationen:

- 1 Mol. α_1 α_2 -Naphtylen-diamin- β_1 -sulfosäure und
 1. 1 Mol. m-Phenyldiamin,
 2. 1 - m-Toluylen-diamin,
 3. 1 - α -Naphtylamin,
 4. 1 - β -Naphtylamin,
 5. 1 - Phenol,
 6. 1 - Resorcin,
 7. 1 - α -Naphtol,
 8. 1 - β -Naphtol,
 9. 1 - β -Oxynaphthoësäure,
 10. 1 - Naphthionsäure,
 11. 1 - β -Naphtylamin-F-Säure (Säure der Patentschrift No. 43 740),