

oberhalb dieses Bandes wird mit Hilfe von Stellschrauben die durchbrochene Kathode  $K$  so eingestellt, dass das Band, ohne besonderen Druck zu erleiden, zwischen ihr und dem Diaphragma hindurchgleiten kann. Das Band  $B$  wird ebenfalls durch Anfeuchter  $f$  mit schwacher Lösung der Lauge getränkt, welche man zu erhalten wünscht, die sich dann in derselben Weise, wie im ersten Falle beschrieben, mehr und mehr anreichert und gleichmässig fortgeführt wird. Sollte durch

lange nach links erfolgt, wie sich noch Band zwischen  $r_3$  und  $r_4$  befindet, dann tritt eine Bewegung im anderen Sinne ein, wobei die Befeuchtung bei  $C_1$  erfolgt und das Ausdrücken zwischen  $r_3$  und  $r_4$ ; das Band legt sich dann jenseits  $r_3$  und  $r_4$  auf eine schräge Fläche  $F$ .

Bei der Ausführung nach Fig. 266 ist ein abgeschlossener Anodenraum  $a$  vorhanden und bildet auch hier das Diaphragma, an welches sich nach unten hin die Anoden fest an-

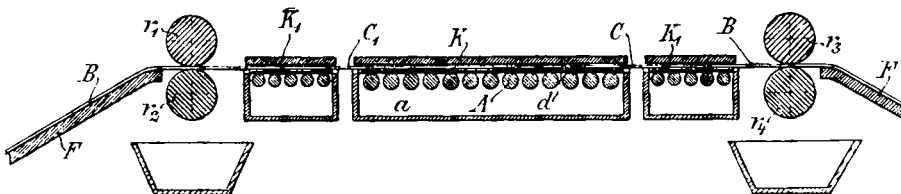


Fig. 265.

das Diaphragma einmal aus dem Anodenraum etwas der zu zersetzenden Flüssigkeit (also etwa  $KCl$ ) durchdringen und mit dem Bande aus dem Bereich der Stromeinwirkung dieses Apparates gezogen werden, so ist für diesen Fall noch ein Hilfszersetzungsapparat  $a_1$  mit der durchbrochenen Kathode  $K_1$  vorgesehen, bei welchem der Anodenraum keine Flüssigkeit enthält, oder bei welchem vielmehr nur zur Erreichung besserer Leitfähigkeit die Anoden nur schwach angefeuchtet werden, der also nur dazu dient, die mit dem Bande kommende Lauge zu reinigen, indem etwa vorhandenes  $KCl$  hier zersetzt werden soll. Die fertige Lauge wird zwischen den Walzen  $r_1$  und  $r_2$  aus dem Bande herausgedrückt und wird letzteres dann bei  $r$  wieder angefeuchtet. Das sich im Anodenraum bildende Chlor kann in die oberen Seitenräume  $S$  des Kastens  $b$  entweichen und wird von hier aus event. unter Zuhilfenahme eines Exhaustors fortgeleitet.

Da einfache Webstoffe durch  $KOH$  angegriffen werden, könnte auch ein Gewebe aus Asbest verwendet werden, das dann zur Vergrößerung der Haltbarkeit zwischen dünne Hartgummistäbchen oder ein ähnliches Material gelegt werden müsste. Ein derartiges Band würde sich nun nicht als endloses herstellen lassen und demselben würde mithin eine hin- und hergehende Bewegung über die Diaphragmen gegeben werden müssen (Fig. 265). Macht das Band, welches natürlich genügend lang sein muss, eine Bewegung nach links, so erfolgt die Anfeuchtung mit Lauge bei  $C$ ; das Band geht dann über die Zersetzungszelle hinüber, wird zwischen  $r_1$  und  $r_2$  ausgedrückt und legt sich auf die schräge Fläche  $F$ . Die Vorrichtung ist so angeordnet, dass die Bewegung so

legen, den Abschluss. Die sonstige Anordnung dieses Apparates ist dieselbe wie bei den früher beschriebenen, indem an dem Diaphragma vorbei das Band ohne Ende, an

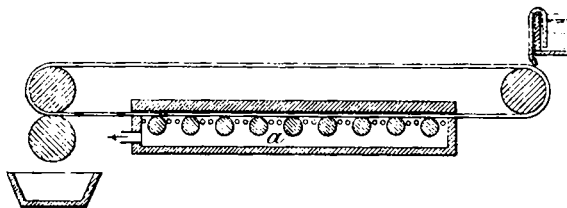


Fig. 266.

dessen andere Seite sich die Kathode anlegt, schleift, und wird sich in dem Bande ein Gemisch von z. B. Natriumchlorid und Natriumhydroxyd bei der Zersetzung des ersteren bilden.

### Organische Verbindungen.

Ätherische Öle. Cochleariaöl besteht nach J. Gadamer (Arch. Pharm. 1899, 95) wesentlich aus Butylsenföl, das ätherische Öl von Tropaeolum majus aus Benzylsenföl.

Zur Prüfung von Senföl löst derselbe (das. S. 110) 2 g Öl in 98 g Weingeist. 5 cc des Senfspiritus (= 4,2 g) werden in einem Messkolben von 50 cc Inhalt mit 25 cc  $1/10$  N-Silbernitratlösung und 5 cc Ammoniakflüssigkeit versetzt und wohl verschlossen 24 Stunden stehen gelassen. Nach dem Auffüllen zur Marke dürfen 25 cc des klaren Filtrates, nach Zusatz von 4 cc Salpetersäure und einigen Tropfen schwefelsaurer Eisenoxydlösung, nicht mehr als 4,5 cc und nicht weniger als 4,1 cc  $1/10$  N-Rhodanammonlösung bis zur eintretenden Rothfärbung verbrauchen.

Einrichtung zur Bereitung von festem Spiritus beschreibt H. Hempel (D.R.P. No. 104952), aber ohne Angabe des zuzusetzenden Verdickungsmittels (wahrscheinlich Seife).

Zur Darstellung von Verbindungen aromatischer Aldehyde mit Proteinstoffen lassen die Farbenfabriken vorm. Fr. Bayer & Cp. (D.R.P. No. 105499) aromatische Aldehyde auf Proteinstoffe einwirken.

Es wird z. B. 1 g Eialbumin in 2,5 l Wasser gelöst und in die Lösung 500 g Salicylaldehyd eingetragen. Durch continuirliches Rühren wird der Aldehyd in der Flüssigkeit fein vertheilt und am Absetzen verhindert. Nach einigen Stunden ist die anfänglich klare, farblose Reaktionsflüssigkeit in eine gelbe, flockige Emulsion umgewandelt, welche nach einiger Zeit zu einem dickflüssigen Brei erstarrt. Erhitzt man dann das Reaktionsgemenge auf dem Wasserbad, so coagulirt es, und das Coagulum lässt sich von der wässrigen Lösung leicht trennen, auswaschen und trocknen. Es enthält 35 bis 40 Proc. Salicylaldehyd in fester Bindung. Es bildet getrocknet ein feines, gelbes, geschmackloses Pulver, welches in Wasser und organischen Lösungsmitteln unlöslich ist und beim Behandeln mit Säuren farblos wird. Durch Pepsinsalzsäure wird es verdaut, und es lässt sich in der entstandenen Lösung Salicylaldehyd bez. Salicylsäure leicht nachweisen, ebenso im Harn der mit dem Condensationsproduct gefütterten Versuchsthiere.

1 k Casein wird mit dem doppelten Gewicht Alkohol angefeuchtet und nach Zusatz von 150 g Salicylaldehyd 4 bis 5 Stunden auf 120° im Autoclaven erhitzt. Das Reaktionsproduct wird darauf mit Alkohol gewaschen, welcher nur noch geringe Mengen Salicylaldehyd aufnimmt, und dann getrocknet. Es bildet ein dem Albuminderivat sehr ähnliches, doch dunkler gefärbter Pulver.

1 k Somatose wird mit Alkohol angefeuchtet und 120 g Benzaldehyd im Autoclaven während 3 bis 4 Stunden auf 110° erhitzt. Das Reaktionsproduct wird zur Entfernung geringer Mengen unveränderten Benzaldehyds mit Alkohol gewaschen und getrocknet. Es bildet ein braunes Pulver, welches in organischen Lösungsmitteln unlöslich, in Wasser dagegen leicht löslich ist und nur in geringem Maasse durch Geruch und Geschmack an Bittermandelöl erinnert.

Ganz ähnlich verhalten sich die Condensationsproducte anderer Proteinkörper, wie Gelatine, Gluten, Pepton mit den oben-

genannten, sowie anderen aromatischen Aldehyden. Die Aldehydproteinverbindungen sollen als Antiseptica Verwendung finden.

Chinonartige Zwischenproducte derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 105567).

*Patentanspruch:* Verfahren zur Isolirung von zu weiteren Umwandlungen geeigneten Zwischenproducten, welche den Charakter von Chinonimiden besitzen, darin bestehend, dass man die durch Erhitzen von Dinitroanthrachinonen mit rauchender Schwefelsäure von 10 bis 50 Proc. Anhydridgehalt, mit oder ohne Zusatz eines Reduktionsmittels, und mit oder ohne Zusatz von Borsäure auf 100 bis 150° bis zur Wasserlöslichkeit erhaltenen Schmelzen unter möglichster Vermeidung von Temperaturerhöhung in geeignete, stark abgekühlte Salzlösungen gießt.

Leukoverbindungen der Triphenylmethanreihe derselben Farbenfabriken (D.R.P. No. 105198).

*Patentanspruch:* Verfahren zur Darstellung von Leukobasen der Triphenylmethanreihe, darin bestehend, dass man Blausäuresesquichlorhydrat auf tertiäre Amine der Benzolreihe einwirken lässt.

Gossypol. Baumwollsamönl enthält bekanntlich eine phenolartige Substanz, die durch Behandeln mit Alkali daraus isolirt wird, und die L. Marchlewski (J. prakt. 60, 84) Gossypol nennt. Das Rohproduct, das durch beigemengte Fettsäuren verunreinigt ist, wird von diesen mittels der Kalksalze befreit und mit Äther extrahirt, der das Gossypol aufnimmt. Dasselbe wird zunächst durch wiederholtes Auskrystallisirenlassen aus siedendem Eisessig, dann durch mehrfaches Umkrystallisiren aus Alkohol und 50 proc. Essig gereinigt und stellt dann gelbe, glänzende, flache Prismen dar. Aus der Elementaranalyse ergaben sich zwei Formeln,  $C_{13}H_{14}O_4$  und  $C_{32}H_{34}O_{10}$ , von denen die erstere die wahrscheinlichere ist. Der Schmelzpunkt liegt bei 188°. Es ist leicht löslich in Alkohol, Benzol, Chloroform, Äther, Aceton und Eisessig. Conc. Schwefelsäure nimmt es mit rother Farbe auf; die alkalische Lösung ist zunächst gelb, verblasst aber bald, was auf Oxydationsvorgänge zurückzuführen ist; sie reducirt Fehling'sche Lösung. Die alkoholische Lösung wird durch Ferrichlorid dunkelgrün gefärbt; Bleiacetat fällt darin dunkelgelbe Niederschläge, die durch Schwefelsäure und Schwefelwasserstoff nicht zersetzt werden. Brom in ätherischer Lösung wirkt bromirend und oxydirend. Die durch schwache Oxydation des Gossypols in alkalischer Lösung entstehenden Producte bilden Farblacke. Der

Phenolcharakter von Gossypol befähigt es zur Bildung von Acetyl- und Benzoylderivaten. Gossypol ist kein Glucosid; es enthält wahrscheinlich keine Alkyloxygruppe. Aus der Analyse des Bleisalzes scheint zu folgen, dass Gossypol zwei Hydroxylgruppen enthält.

Homologe des Amidobenzylanilins der Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning (D.R.P. No. 105797).

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von Homologen des o-Amidobenzylanilins, darin bestehend, dass man unter Benutzung des durch Patent No. 87934 geschützten Verfahrens Anhydroformaldehyd-Verbindungen primärer aromatischer Amine, deren p-Stelle besetzt ist, mit dem gleichen Amin bei Gegenwart eines Aminsalzes in der Kälte condensirt.

2. Ausführung des unter 1. gekennzeichneten Verfahrens mit Anhydroformaldehyd-p-toluidin und p-Toluidin, sowie Anhydroformaldehyd-m-xylydin und m-Xylydin.

Ketocumarancarbonsäureester derselben Farbwerke (D.R.P. No. 105200).

*Patentansprüche:* 1. Verfahren zur Darstellung von Ketocumarancarbonsäureestern der Benzol- und Naphtalinreihe, darin bestehend, dass man auf die neutralen Ester der Salicylessigsäure und analog zusammengesetzter gepaarter Oxysäuren Natriumalkoholat oder metallisches Natrium einwirken lässt.

2. Das unter 1. gekennzeichnete Verfahren unter Verwendung der neutralen Ester der Salicylessigsäure und  $\beta_1$ -Naphtoxylessigsäure- $\beta_2$ -carbonsäure.

Darstellung von Triacetyl-Pyrogallol geschieht nach Knoll & Cp. (D.R.P. No. 105240) durch Erhitzen von Pyrogallol mit Essigsäureanhydrid und Natriumacetat. 10 k Pyrogallol werden mit 25 k Essigsäureanhydrid und 1 k wasserfreiem Natriumacetat 2 Stunden lang zum Sieden erhitzt. Man lässt dann vollständig auskrystallisieren, filtrirt von der Essigsäure ab und wäscht den Filterinhalt mit Wasser nach. Man erhält so in theoretischer Ausbeute ein schneeweisses Präparat vom Schmelzpunkt 165°.

### Farbstoffe.

Darstellung von Indigo. Die Badische Anilin- und Sodafabrik (D.R.P. No. 105569) hat gefunden, dass mehrwerthige Alkohole der Fettreihe, denselben nahestehende Polyhydroxylverbindungen, sowie ihre Ester im Stande sind, durch einfaches Zusammenschmelzen mit Anthranilsäure, deren Salzen oder Estern bei Gegenwart von Ätzalkalien Leukoverbindungen des In-

digos zu bilden. Als hierzu befähigte Verbindungen werden genannt: Glycerin und seine Derivate, wie  $\alpha$ -Chlorhydrin, Epichlorhydrin, Acetin, ferner Glycol, Mannit und Stärkearten, sowie Cellulose und Sägemehl. An Stelle der genannten Hydroxylverbindungen können mit dem gleichen Resultat deren Metallalkoholate, wie Calcium-, Natrium-, Kaliumglycerat, verwendet werden, in welchem Falle die Reaction schon ohne Zusatz von Alkali vor sich geht. Als Alkalien dienen vorzugsweise Ätzkali und Ätznatron sowie deren Gemische, oder ein Gemisch dieser mit den Erdalkalien, wie Kalk oder Baryt u. s. w. Die Oxydation der entstandenen Leukoverbindungen zu Indigo erfolgt alsdann in der alkalischen Lösung der Schmelze durch den Sauerstoff der atmosphärischen Luft oder in saurer Lösung durch Eisenchlorid oder dergleichen.

Es wird z. B. 1 Th. Anthranilsäure oder die entsprechende Menge eines anthranilsauren Salzes mit 2 Th. Glycerin und 4 Th. Ätzkali innig gemischt, die Mischung rasch auf 250 bis 300° erhitzt und so lange bei dieser Temperatur gehalten, bis die sich aufblähende Schmelze eine gelbrothe bis braunrothe Farbe angenommen hat. Nach dem Erkalten wird die Schmelze in Wasser gelöst und der Indigo nach bekannten Methoden abgeschieden.

Eine Mischung von 1 Th. anthranilsaurem Kali mit 3 Th. trockenem Kaliumglycerat wird so lange auf etwa 270° erhitzt, bis die Gasentwicklung aus der sich aufblähenden Schmelze beendet ist und diese eine gelbrothe Farbe angenommen hat. Die Aufarbeitung des Schmelzproductes geschieht genau wie im ersten Beispiel.

1 Th. anthranilsaures Kali, 2 Th. Kaliumglycerat, 2 Th. Ätzkali und 4 Th. Ätzkalk werden gut gemischt und bei 270 bis 290° so lange erhitzt, bis die Masse hellgelb erscheint. Die Reaction verläuft ruhig und ohne starkes Aufschäumen. Die Aufarbeitung gleicht dem im Pat. 63310 für das in der Kali-Kalkschmelze erhaltene Product angegebenen Verfahren.

Ersetzt man in den vorstehenden Beispielen das Glycerin durch die entsprechende Menge Epichlorhydrin oder Acetin und das anthranilsaure Kali durch die äquivalente Menge Anthranilsäureäthylester, so bleibt das Verfahren völlig das gleiche.

2 Th. Äthylenglycol werden zu einem Gemisch von 3 Th. anthranilsaurem Kali (bez. derselben Menge Anthranilsäureäthylester) mit 6 Th. Ätzkali gegeben, die Masse durchgemischt und rasch auf etwa 300° erhitzt, z. B. durch Eintauchen in ein heisses